

**ANÁLISIS DE DOS DIFERENTES TIPOS DE MEZCLAS TiO<sub>2</sub>/CARBÓN  
ACTIVADO Y SU APLICACIÓN EN MÉTODOS FOTOCATALÍTICOS PARA LA  
REMOCIÓN DE COLORANTES.**

**JUANA VALENTINA CONEJO BELLO**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2020**

**ANÁLISIS DE DOS DIFERENTES TIPOS DE MEZCLAS TiO<sub>2</sub>/CARBÓN  
ACTIVADO Y SU APLICACIÓN EN MÉTODOS FOTOCATALÍTICOS PARA LA  
REMOCIÓN DE COLORANTES.**

**JUANA VALENTINA CONEJO BELLO**

**Proyecto integral de grado para optar por el título de  
INGENIERO QUÍMICO**

**DIRECTOR**

**Dr. Sc. César Augusto Quiñones Segura  
Doctor en Ciencias**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PORGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2020**

## NOTA DE ACEPTACIÓN

---

---

---

---

Firma del presidente del jurado

---

Firma Docente Jurado 1

---

Firma Docente Jurado 2

Bogotá D.C, AGOSTO 2020

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. Mario Posada García-Peña

Consejero Institucional

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica y de Investigaciones

Dra. María Claudia Aponte Gonzáles

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. Ricardo Alfonso Peñaralda Castro

Secretaria General

Dra. Alexandra Mejía Guzmán

Decano de la Facultad de Ingenierías

Dr. Julio César Fuentes Arismendi

Director del Programa de Ingeniería Química

Ing. Iván Ramírez Marín

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

*A mis padres Miguel Antonio Conejo, Marlén Rocío Bello y a mis hermanos Miguel y Vanessa, por ser el apoyo y la inspiración para el cumplimiento de mis proyectos y de manera especial a mi hijo Juan Esteban por ser mi fuerza impulsora y por llenarme de felicidad.*

**JUANA VALENTINA CONEJO BELLO**

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios por ser mi guía, por bendecirme en todo momento y por darme la oportunidad de culminar satisfactoriamente este trabajo de grado.

A mi familia por ser un apoyo constante en cada momento, por los sacrificios que han hecho para que nunca me falte nada y por siempre querer lo mejor para mí.

Al Dr. Sc. César Quiñones por su dedicación, compromiso, ayuda y apoyo para el desarrollo de este proyecto de grado.

Finalmente, al grupo de Materiales Fotoactivos, al semillero de investigación SEIA de la Universidad Santo Tomas y el Politécnico Grancolombiano y a sus integrantes por la colaboración.

***JUANA VALENTINA CONEJO BELLO***

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	15
OBJETIVOS	17
1.FUNDAMENTOS TEÓRICOS	18
1.1 PROCESOS AVANZADOS DE ÓXIDACIÓN	18
1.1.1 Fotocatálisis heterogénea	18
1.2 CARBÓN ACTIVADO	20
1.2.1 Carbón Activado empleado como soporte catalítico	20
1.3. MEZCLAS TiO <sub>2</sub> /CARBÓN ACTIVADO	20
1.3.1. TiO <sub>2</sub> soportado en carbón activado	21
1.3.2 Composites de TiO <sub>2</sub> /Carbón Activado	21
1.4 MÉTODOS DE SINTÉSIS - TÉCNICAS DE INMOBILIZACIÓN DE LAS MEZCLAS TiO <sub>2</sub> /CARBÓN ACTIVADO	21
1.4.1 Método sol-gel	22
1.4.2 Método hidrotermal	22
1.4.3 Deposición química de vapor (CVD)	22
1.4.4 Impregnación directa	22
2. TiO <sub>2</sub> /CARBÓN ACTIVADO, INICIO Y DESARROLLO	24
3. METODOLOGÍA	29
3.1 MECANISMO DE LA FOTOCATÁLISIS DE TIO <sub>2</sub> /CARBÓN	29
3.2 COMPOSITE DE TiO <sub>2</sub> /CARBÓN ACTIVADO	30
3.2.1 Método de preparación hidrotermal	30
3.2.2 Método de preparación Sol-Gel	35
3.3 TiO <sub>2</sub> SOPORTADO EN CARBÓN ACTIVADO	38
3.3.1 Método de preparación, Sol-gel	38

3.3.2 Método de preparación, hidrotermal	41
3.3.3 Método de preparación, deposición química de vapor	43
4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	45
4.1 COMPOSITE DE TiO <sub>2</sub> /CARBÓN ACTIVADO	45
4.1.1 Método de preparación Hidrotermal	45
4.1.2 Método de preparación sol-gel	47
4.2 TiO <sub>2</sub> SOPORTADO EN CARBÓN ACTIVADO	49
4.2.1 Método de preparación Sol-gel	49
4.2.2 Método de preparación hidrotermal	51
4.2.3 Método de preparación deposición química de vapor	54
5. CONCLUSIONES	59
6. RECOMENDACIONES	60
BIBLIOGRAFÍA	

## LISTA DE TABLAS

	pág.
<b>Tabla 1.</b> Características del TiO <sub>2</sub> y el TiO <sub>2</sub> /Xac.	43
<b>Tabla 2.</b> Efecto de las modificaciones en las concentraciones de TiO <sub>2</sub> en la superficie de carbón activado	52

## LISTA DE FIGURAS

	pág
<b>Figura 1.</b> Mecanismo de la fotocatalisis con TiO <sub>2</sub>	19
<b>Figura 2.</b> Aumento del número de publicaciones de fotocatalisis y materiales carbonosos.	25
<b>Figura 3.</b> Esquema del mecanismo de la fotocatalisis del TiO <sub>2</sub> /carbón	29
<b>Figura 4.</b> Esquema del sistema de deposición química metalorgánica de vapor	41
<b>Figura 5.</b> Cinética de la degradación del Naranja de metilo sobre TiO <sub>2</sub> y el TiO <sub>2</sub> /AC	44
<b>Figura 6.</b> Degradación fotocatalítica del azul de metileno sobre TiO <sub>2</sub> y xTiO <sub>2</sub> /AC	45
<b>Figura 7.</b> Comparación del rendimiento catalítico de los catalizadores de TiO <sub>2</sub> /AC para la eliminación de Naranja de metilo por diferentes métodos.	46
<b>Figura 8.</b> Tasa de eliminaciones de RhB de TiO <sub>2</sub> puro, AC y fotocatalizadores compuestos: (a) TiO <sub>2</sub> puro y AC, (b) Fotocatalizadores compuestos TiO <sub>2</sub> /AC.	47
<b>Figura 9.</b> Cambios en los espectros UV-vis durante la fotodegradación del azul de metileno en TiO <sub>2</sub> (AC-700)	48
<b>Figura 10.</b> Degradaciones fotocatalíticas para el azul de metileno	49
<b>Figura 11.</b> Eliminación de RhB por Degussa P-25, H-TiO <sub>2</sub> , AC, y por fotólisis.	49
<b>Figura 12.</b> Curvas de degradación fotocatalítica de RhB para fotocatalizadores de la serie (a) H y la serie (b) R.	50
<b>Figura 13.</b> Decoloración fotocatalítica de la solución de azul de metileno usando las muestras de catalizadores bajo radiación UV	51
<b>Figura 14.</b> Efecto de las modificaciones de los soportes de AC sobre la actividad fotocatalítica de los catalizadores de TiO <sub>2</sub> soportados en AC.	52
<b>Figura 15.</b> Comparación de la eficiencia del catalizador TiO <sub>2</sub> /AC.n	53
<b>Figura 16.</b> Efecto de la modificación de AC con HNO <sub>3</sub> en la actividad fotocatalítica de TiO <sub>2</sub> .	54

## LISTA DE ABREVIATURAS

<b>AC</b>	Carbón Activado
<b>H-TiO<sub>2</sub>/AC</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC preparada por el método hidrotermal
<b>MOCVD-n</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC preparada por el método MOCVD y Variando el porcentaje de TiO <sub>2</sub> (n)
<b>R-TiO<sub>2</sub>/AC</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC preparada por el método de Reflujo
<b>Sol-n</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC preparada por el método sol-gel y Variando el porcentaje de TiO <sub>2</sub> (n)
<b>S1-600</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC preparada por el método Dip-coating y calcinada a 600°C.
<b>S2-600</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC preparada por el método Hidrotermal y calcinada a 600°C
<b>TiO<sub>2</sub></b>	Dióxido de Titanio
<b>TiO<sub>2</sub>/x.AC</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC variando el porcentaje en peso de AC (x)
<b>x.TiO<sub>2</sub>/AC</b>	Muestra de TiO <sub>2</sub> /AC variando el porcentaje en peso de TiO <sub>2</sub> (x)

## GLOSARIO

**ABSORBANCIA:** medida de la disminución de una radiación al atravesar una sustancia o muestra.

**ADSORCIÓN:** proceso por el cual átomos, iones, moléculas de gases, líquidos o sólidos son retenidos en la superficie de otra sustancia.

**BAND GAP:** conocida como la banda prohibida, es la diferencia de energía que hay entre la parte superior de la banda de valencia y la parte inferior de la banda de conducción.

**COMPOSITE:** son materiales formados por dos o más elementos, de origen natural o artificial, que agregan o mejoran propiedades que no son posibles obtener con el material original.

**CALCINACIÓN:** proceso que consiste en calentar una sustancia a temperatura alta o a la temperatura de descomposición para provocar un cambio de estado.

**DEGRADACIÓN:** proceso de reducción de un compuesto por una serie de reacciones químicas causadas por la acción de un agente químico o una fuente de energía modificándolo o descomponiéndolo en una molécula más sencilla.

**SEMICONDUCTOR:** es un elemento que se comporta como un conductor o como un aislante dependiendo de diversos factores. Su conductividad eléctrica es directamente proporcional a la temperatura debido a la generación térmica de portadores de carga.

**SUSPENSIÓN:** mezcla heterogénea formada por un sólido insoluble que se dispersa en un medio líquido.

## RESUMEN

En este proyecto de grado se analizaron dos tipos de mezcla, composites de  $\text{TiO}_2$ /Carbón activado y  $\text{TiO}_2$  soportado en carbón activado que cumplieran con la condición de fotocatalizadores para la remoción de colorantes mediante fotocátalisis heterogénea. De igual manera, se analizaron el método sol-gel, el método hidrotermal y la deposición química de vapor como métodos de preparación de esos dos tipos de mezcla y su influencia en la actividad fotocatalítica.

Se eligen por revisión bibliográfica algunos artículos que contengan uno de los dos tipos de mezcla y que se prepare por alguno de los métodos mencionados anteriormente y con el fin de evaluar la actividad fotocatalítica de los catalizadores  $\text{TiO}_2$ /Carbón activado, estos artículos emplean colorantes como el azul de metileno, el naranja de metilo y el RhB a los que le realizan pruebas de adsorción y fotodegradación por un determinado tiempo y se les hace seguimiento por el método de espectrofotometría para observar el comportamiento de cada tipo de mezcla.

Los porcentajes de degradación de los colorantes reportados en los artículos muestran que del 100% al 97% del colorante es removido; ya que al mezclar  $\text{TiO}_2$  con un material altamente poroso como lo es el carbón activado se genera un efecto sinérgico entre adsorción y degradación, que hace que el carbón activado retenga los contaminantes en la superficie y el semiconductor ( $\text{TiO}_2$ ) se encargue del proceso fotocatalítico.

**Palabras claves:** Dióxido de Titanio, fotocátalisis, composite, mezcla, carbón activado.

## INTRODUCCIÓN

La fotocatalisis heterogénea ha demostrado ser una tecnología de tratamiento versátil, ambientalmente benigna, no peligrosa y económicamente viable<sup>1</sup> frente a otras rutas empleadas en el tratamiento de cuerpos de aguas residuales provenientes de los diferentes procesos de producción; siendo estos efluentes los principales causantes de la contaminación a las fuentes hídricas y responsables de las problemáticas ambientales generadas a la comunidad.

El Dióxido de Titanio ( $\text{TiO}_2$ ) es un polvo blanco utilizado comúnmente como pigmento blanco desde la antigüedad, posee un gran potencial para aplicaciones ambientales<sup>2</sup> y ha desempeñado un papel muy importante en la fotocatalisis en comparación con otros semiconductores debido a su rentabilidad, naturaleza inerte y fotoestabilidad.<sup>3</sup> Desafortunadamente la eficiencia del  $\text{TiO}_2$  se ve afectada, dado que este semiconductor presenta actividad en el rango de radiación ultravioleta, lo cual resulta perjudicial para la salud, por el tipo de enfermedades que pueda producir. Por lo tanto, se han desarrollado algunas técnicas para mejorar la eficiencia del  $\text{TiO}_2$  en la región de luz visible.

La modificación del  $\text{TiO}_2$  con materiales de carbono, como el carbón activado, los fullerenos, los nanotubos de carbono y el grafeno son una excelente alternativa para hacer más efectiva la actividad fotocatalítica de este, debido a que se genera una sinergia entre la adsorción y degradación y a su vez se presentan ventajas como la inercia química, la estabilidad y la generación propiedades estructurales y eléctricas ajustables<sup>4</sup>.

Sin embargo, el alcance de los materiales de carbono en la fotocatalisis es mucho más amplio, lo que hace hincapié en las diferentes formas del carbono, los métodos de síntesis y/o preparación de los fotocatalizadores de  $\text{TiO}_2$  y el mecanismo de mejora fotocatalítica<sup>5</sup>.

En este proyecto se estudian dos tipos de mezcla de *TiO<sub>2</sub>/Carbón activado* junto con algunos métodos de preparación, para el posterior análisis de la remoción de

---

<sup>1</sup> IBHADONO OMO Alex y FOTZPATRICK Paul, Heterogeneous photocatalysis: Recent Advances and Applications. En: Catalysts, 2013; 189-218.

<sup>2</sup> HASHIMOTO Kazuhito, IRIE

<sup>3</sup> IBRAHIM Umar, ABDULLAH HALIM Abdul, Heterogeneous photocatalytic degradation of organic contaminants over titanium dioxide: A review of fundamentals, progress, and problems. En: Journal of photochemistry and photobiology 2008; 1-12.

<sup>4</sup> LI Min et al. Synergetic effect between adsorption and photodegradation on nanostructured  $\text{TiO}_2$ /activated carbon fiber felt porous composites for toluene removal. En: Journal of hazardous materials 2017; 88-98.

<sup>5</sup>KHALID N.R *et al.*, Carbonaceous- $\text{TiO}_2$  nanomaterials for photocatalytic degradation of pollutants: A review. En: Ceramics International, 2017.

colorantes usados como indicadores para describir la actividad fotocatalítica<sup>6</sup> de cada mezcla, así como la comparación de algunos métodos de preparación de dichas mezclas.

---

<sup>6</sup> JANJIRA Sivapatarnkuna, KHANITTA Hathaisamitb, SAYAN Pudwata. High photocatalytic activity of F-TiO<sub>2</sub> on activated carbon, En: Materials today, 2016; 125-126.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Analizar dos diferentes tipos de mezclas  $\text{TiO}_2$ /Carbón Activado y su aplicación en métodos fotocatalíticos para la remoción de colorantes.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Determinar los métodos de preparación para cada tipo de mezcla.
2. Evaluar los porcentajes de remoción de colorante reportados para cada tipo de mezcla.
3. Comparar los métodos de preparación para cada tipo de mezcla.

# 1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

## 1.1 PROCESOS AVANZADOS DE ÓXIDACIÓN

Los procesos avanzados de oxidación (PAOs) se encuentran incluidos dentro de los procesos de oxidación química más efectivos para el tratamiento de agua.<sup>7</sup> Son procesos fisicoquímicos que tienen como objeto reemplazar y mejorar los métodos convencionales usados en la remediación y detoxificación de medios acuosos.<sup>8,9</sup> Los PAOs son procesos que involucran la generación y uso de especies transitorias con gran capacidad oxidante, principalmente el radical hidroxilo (OH\*), dado que este produce un cambio importante en la estructura del contaminante y presenta una alta eficiencia para la oxidación de materia orgánica.<sup>10</sup> Estos procesos por lo general son aplicados en pequeña o mediana escala y no generan subproductos que requieran otro tipo de procesamiento<sup>11</sup>, los procesos más comunes son Foto-Fenton, ozonización, oxidación electroquímica, radiólisis y fotocátalisis heterogénea<sup>12</sup>.

**1.1.1 Fotocátalisis heterogénea.** Es un proceso de oxidación avanzada que produce radicales hidroxilos (OH\*) por medio de la activación de un semiconductor y por la acción de la radiación UV.<sup>13</sup>

Este proceso se genera cuando el semiconductor, que cumple la función de fotocatalizador, siendo el TiO<sub>2</sub> el más usado ya que presenta una mayor actividad

---

<sup>7</sup> BANDALA E.R.,ESTRADA C, Comparison of solar collection geometries for application to photocatalytic degradation of organic contaminants. En: Journal of solar energy engineering, 2007, vol. 129, no 1., p. 22-26.

<sup>8</sup> DOMENECH Xavier, JARDIM Wilson, L. Marta, *et al.* Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. En: Eliminación de Contaminantes por Fotocátalisis Heterogénea. 2001, p.3-2.

<sup>9</sup> CATALDO, Salvatore, *et al.* Combination of advanced processes and active carbons adsorption for the treatment of simulated saline wastewater. En: Separation and purification technology., vol.171,p.101-111.

<sup>10</sup> GARCÉS Luis, *et al.* La fotocátalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales, En: Revista Lasallista de investigación. vol 1. no. 1, 2004. p.83-92.

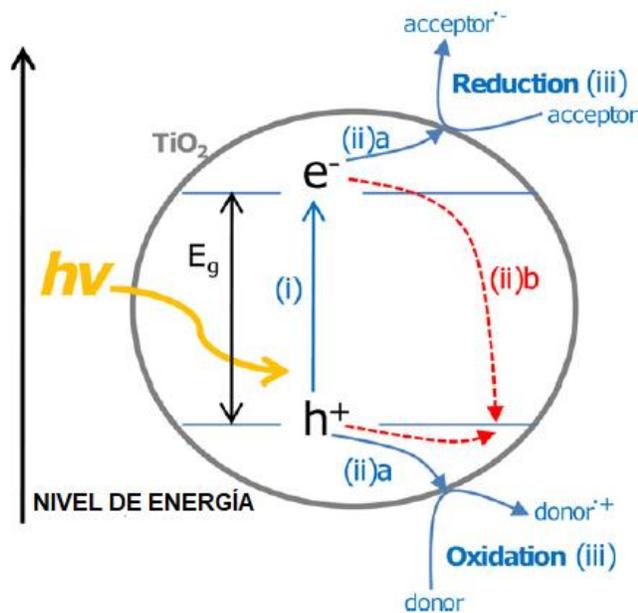
<sup>11</sup> FORERO, Jorge E.; ORTIZ, Olga p.; RIOS Fabian. Aplicación de procesos de oxidación avanzada como tratamiento de fenol en aguas residuales industriales de refinería. En: CT&F Ciencia, Tecnología y Futuro. vol. 3 no. 10,2005. p.99.

<sup>12</sup> CASTAÑEDA JIMENEZ, Amparo Carolina. Procesos de oxidación avanzada aplicados en el tratamiento de aguas de la industria del petróleo. Proyecto de grado para optar por el título de Especialista en Recursos Hidráulicos y Medio Ambiente. Bogotá D.C. Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito,2014. p 14.

<sup>13</sup> ETACHERI, Vinodkumar, *et al.* Visible-light activation of TiO<sub>2</sub> photocatalysts: Advances in theory and experiments. En Journal of photochemistry and photobiology: photochemistry reviews. 2015.vol, 25, p. 1-29

fotocatalítica, no es costoso y es estable en soluciones acuosas<sup>14</sup>, entra en contacto con una fuente de luz y la absorbe, tomando la energía necesaria para superar el band gap y provocar la excitación de un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción, fenómeno que permite la formación de pares electrón-hueco, que viajan a la superficie del fotocatalizador donde se generan los radicales libres<sup>15</sup>, que son los encargados de la degradación de la materia orgánica<sup>16</sup>. En la Figura 1 se muestra el mecanismo de la fotocatalisis descrito, usando TiO<sub>2</sub> como fotocatalizador.

**Figura 1.** Mecanismo de la fotocatalisis con TiO<sub>2</sub>



Fuente: LEARY Rowan, WESTWOOD Aidan. Carbonaceous nanomaterials for the enhancement of TiO<sub>2</sub> photocatalysis. En: Carbon, vol. 49, (2011), p. 741-772.

<sup>14</sup> GIL PAVAS, Edison. Fotocatálisis: Una alternativa viable para la eliminación de compuestos orgánicos. En: Revista Universidad de EAFIT. Medellín. no.127 (jul-sep 2002); p. 59-64.

<sup>15</sup> CASTAÑEDA. Op. cit., p 14.

<sup>16</sup> HERRMANN, J.M. destrucción de contaminantes orgánicos por fotocatalisis heterogénea. En: Solar Safe Water. P 156

## 1.2 CARBÓN ACTIVADO

Es un producto que posee una estructura cristalina reticular similar a la del grafito; es extremadamente poroso y puede llegar a desarrollar áreas superficiales del orden de 1,500 m<sup>2</sup>, por gramos de carbón. Esta formado en gran parte por átomos de carbono, entre un 87-97% y el restante de su composición incluye heteroátomos como hidrógeno, oxígeno, azufre y nitrógeno que son procedentes de la materia prima y/o incorporados durante el proceso de preparación<sup>17</sup>.

La elevada capacidad de eliminación de sustancias se da por la gran superficie interna que posee, dado que el tamaño de poros y la distribución juegan un papel importante. Es decir, los microporos le otorgan elevada superficie y capacidad de retención, mientras que los mesoporos y macroporos son necesarios para retener las moléculas de gran tamaño, como por ejemplo colorantes o coloides y simultáneamente favorecer el acceso y la difusión de las moléculas a la superficie interna del sólido<sup>18</sup>.

**1.2.1 Carbón Activado empleado como soporte catalítico.** El carbón activado (AC) ha sido usado como soporte catalítico y ha demostrado ser superior frente a otros soportes empleados en la fotocatalisis heterogénea<sup>19</sup> debido a las propiedades que este puede llegar a agregarle al catalizador, entre las que se destacan la estabilidad térmica y resistencia al envenenamiento<sup>20</sup> así como un aumento en la velocidad de fotodegradación, ya que permite que cierta cantidad de contaminante entre en contacto con el semiconductor TiO<sub>2</sub> a través de sus poros<sup>21</sup>.

## 1.3. MEZCLAS TiO<sub>2</sub>/CARBÓN ACTIVADO

Mezclar el dióxido de titanio TiO<sub>2</sub> con materiales carbonosos, como el carbón activado, presenta la oportunidad de mejorar simultáneamente la eficiencia

---

<sup>17</sup> MARTINEZ María Cristina, *et al.* Preparación y caracterización de carbón activo a partir de lignina para su aplicación en procesos de descontaminación de aguas. Universidad Autónoma de Madrid, 2012, p. 7.

<sup>18</sup> BENITO Carlos, *et al.* Manual del carbón activo. Universidad de Sevilla, 2000, p. 1-89.

<sup>19</sup> VELASCO Leticia, ANIA Conchi. Materiales de carbono en fotocatalisis. Instituto Nacional del Carbón. España. 2011, p. 2-6

<sup>20</sup> LEDERHOS Cecilia, FIGOLI Nora, L'ARGENTIÉRE Pabla C. Carbón como soporte de un catalizador selectivo en la hidrogenación de 1-heptino. En: INCAPE, Instituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica. Santiago del Estero, 2007, p 1-7.

<sup>21</sup> SHAN, A. Y., GHAZI, T. I. M. y RASHID, S. A. (2010). Immobilisation of titanium dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A review, En: Applied Catalysis A: General, 389(1),p 1-8

fotocatalítica a partir de tres mecanismos: mayor adsorción de contaminantes, mayor absorción de la luz visible y facilidad en la separación y transporte de carga.<sup>22</sup>

**1.3.1 TiO<sub>2</sub> soportado en carbón activado.** Uno de los tipos de materiales más probados e investigados como matriz para los óxidos semiconductores son aquellos que cuentan con una gran capacidad de adsorción, entre los que se destacan la zeolita, la sílica gel o el carbón activado.

Soportar TiO<sub>2</sub> en un material poroso como lo es el carbón activado, es una técnica ampliamente investigada y empleada en la fotocatalisis heterogénea<sup>23</sup> dado que atribuye ciertas ventajas, tales como, alta porosidad, alta área superficial, alta fotoestabilidad e idoneidad para trabajar a temperatura ambiente<sup>24</sup>.

**1.3.2 Composites de TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado.** Los composites tienen como propósito agrupar las propiedades de los elementos individuales que lo componen, de tal forma que se mejore el rendimiento de los materiales por separado en una función determinada<sup>25</sup>.

Un composite de TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado genera un efecto sinérgico entre la adsorción y la degradación, donde el carbón activado retiene los contaminantes en su superficie y el TiO<sub>2</sub> es el encargado del proceso fotocatalítico<sup>26</sup>.

## 1.4 MÉTODOS DE SÍNTESIS - TÉCNICAS DE INMOBILIZACIÓN DE LAS MEZCLAS TiO<sub>2</sub>/CARBÓN ACTIVADO

La selección de una técnica y/o ruta de síntesis apropiada depende del soporte, en este caso el carbón activado, el contaminante que se va a degradar y la fase de descomposición<sup>27</sup>.

Existen dos mecanismos de impregnación de TiO<sub>2</sub> en carbón activado; el primero que se realiza en el mismo momento de la impregnación a través de un precursor, del cual se obtiene el dióxido de titanio, entre los más conocidos están el método sol-gel, el método hidrotermal, la deposición química de vapor y el método por

---

<sup>22</sup> VELASCO. Op cit. P.2-6

<sup>23</sup> RODRIGUEZ Francisco, The role carbon materials in heterogeneous catalysis, Universidad de Alicante

<sup>24</sup> ASILTURK Meltem, Sadiye Sener, TiO<sub>2</sub>-activated carbón photocatalysts: Preparation, characterization, and photocatalytic activities. En: Chemical Engineering Journal, 2012, p 354-363.

<sup>25</sup> MURIILLO Herman. Obtención de un composite de dióxido de titanio y carbon activado aplicado a la oxidación fotocatalítica del ión cianuro. Escuela Politécnica Nacional. Facultad de Ingeniería Química y Agroindustrial. 2015. p. 45

<sup>26</sup> LI, Op cit, p. 88-98.

<sup>27</sup> OUZZINE, M, *et al.* Spherical activated carbon as an enhanced support for TiO<sub>2</sub>/AC photocatalysts. En : Carbon, vol. 67,2013, p. 104

precipitación. El segundo mecanismo consiste en impregnar directamente a el carbón activado con dióxido de titanio, impregnación directa.<sup>28</sup>

**1.4.1 Método sol-gel.** El método o técnica sol-gel se inicia mediante la formación de una suspensión coloidal (sol) a partir se reacciones de hidrólisis y polimerización de los precursores y su posterior gelificación, formando una red en una fase líquida continua (gel), gel que posteriormente se convierte en una cerámica densa por medio de tratamiento térmico<sup>29</sup>.

Durante el tratamiento térmico, los grupos OH de la superficie del óxido y el soporte pueden reaccionar y perder una molécula de agua, de modo que se cree un puente de oxígeno, de tal forma que se aumente la adherencia del semiconductor al soporte<sup>30</sup>.

**1.4.2 Método hidrotermal.** Es un método que utiliza un disolvente acuoso como medio de reacción, permite controlar la morfología, la fase cristalina y la estabilidad térmica de las muestras. La síntesis se realiza en recipientes cerrados, bajo temperatura y/o presión controlada de la reacción en soluciones acuosas que contienen al precursor y al soporte; como producto de la reacción se obtiene la formación de un precipitado sobre el soporte y finalmente esto representa el composite<sup>31</sup>.

**1.4.3 Deposición química de vapor (CVD).** Es un método que tiene como finalidad eliminar varios pasos usados en el método tradicional de preparación de fotocatalizadores con soporte, como el secado, las calcinaciones y las reducciones que pueden afectar notablemente el rendimiento del catalizador; a su vez el sistema MOCVD proporciona algunos beneficios entre los que se destacan, la capacidad de controlar la estructura cristalina del titanio y el crecimiento en el soporte. Es un proceso continuo con facilidad para controlar las variables como presión y temperatura de reacción y de costo relativamente bajo<sup>32</sup>.

**1.4.4 Impregnación directa.** Es un método en el que se usa el dióxido de titanio directamente para la impregnación sin usar un reactivo precursor, como en los

---

<sup>28</sup>MURILLO. Op cit. P.45

<sup>29</sup> MAGDALENA LÁZARO Vicente, *et al*, Procesos de obtención de nanomateriales, En: Nanotecnología aplicada a la cerámica, no. 1., p, 28-34,

<sup>30</sup> CHEN X, MAO S. S. Titanium dioxide nanomaterials: synthesis, properties, modifications, and applications. En: Chemical Reviews, vol.107, no 7, p. 2891-2959.

<sup>31</sup> LIU, S. X., CHEN, X.Y. y CHEN, X. A TiO<sub>2</sub>/AC composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method. En: Journal of Hazardous Materials, vol 143, no.1, 2007, p. 257-263.

<sup>32</sup> ZHAN, X *et al*. Synthesis of TiO<sub>2</sub> supported on activated carbon by MOCVD: operation parameters study. En: Journal of Zhejiang University-Science A. vol.5, no.12, (2004), p. 1548–1553.

métodos mencionados anteriormente y se fundamenta en el tratamiento térmico. Se compone de tres pasos:

- Impregnación de una disolución del elemento activo sobre el soporte.
- Secado, para eliminar el contenido de humedad.
- Calcinación, para eliminar los materiales no deseados y reforzar la adhesión.<sup>33</sup>

Los procesos avanzados de oxidación (PAO's) son tecnologías ampliamente estudiadas para el tratamiento de aguas es por ello que en este trabajo se quiere abordar uno de estos procesos que es la fotocatalisis heterogénea empleando el  $\text{TiO}_2$  que es un semiconductor estable en soluciones acuosas y de bajo costo comparado con otros semiconductores, cabe resaltar que el  $\text{TiO}_2$  es activo bajo radiación UV lo cual genera dificultad al emplearlo bajo luz visible y es por ello que como se verá en los próximos capítulos en los últimos años se ha pensado soportar el semiconductor en distintos materiales (vidrio, polímeros, cerámica, celulosa, entre otros) con el fin de mejorar muchas de sus propiedades, para este caso se centra la atención en el carbón activado como soporte o como mezcla y a su vez se pretende analizar la influencia de los métodos de preparación en el desarrollo de un fotocatalizador que ofrezca una alta efectividad en la remoción de contaminantes orgánicos bajo luz UV o luz visible.

---

<sup>33</sup> RODRIGUEZ Alicia, RAMOS Luis, heterogeneous catalysis: preparation of solid catalysts (part i). Facultad de Química, Universidad de Camaguey, Cuba, vol. 31, no.2, (may 2011).

## 2. TiO<sub>2</sub>/CARBÓN ACTIVADO, INICIO Y DESARROLLO

La fotocatalisis mediada por semiconductores ha recibido gran atención los últimos años, debido a su potencial para mineralizar una amplia gama de contaminantes orgánicos recalcitrantes a condiciones de temperatura y presión ambiente en sustancias inofensivas<sup>34</sup>. El desarrollo de fotocatalizadores con semiconductores eficaces se ha convertido en uno de los objetivos principales en la ciencia de los materiales; desde que Fujishima y Honda realizaron la primera demostración de la fotólisis del agua con un electrodo de TiO<sub>2</sub><sup>35</sup>, el nivel de investigación en el campo ha crecido de manera exponencial **Fig 2. a**

Uno de los semiconductores más empleados en la fotocatalisis, es el dióxido de Titanio (TiO<sub>2</sub>), el cual es un polvo usado como pigmento blanco desde la antigüedad, es económico, químicamente estable e inofensivo. Al emplear el TiO<sub>2</sub> como fotocatalizador para la remoción de contaminantes en agua se presentan algunas dificultades entre las que se encuentran, que el TiO<sub>2</sub> es activo bajo radiación ultravioleta y no absorbe en la región visible y la dificultad de eliminar el polvo fino de TiO<sub>2</sub> después del proceso<sup>36</sup>. Hacia 1993 se empezó a pensar en un fotocatalizador inmovilizado en un soporte inerte y a hoy esta idea ha tenido una gran aceptación, dado que hace que el fotocatalizador adquiera nuevas y mejores propiedades y a su vez ayuda a eliminar los costosos procesos de separación de fases. Como respuesta a esto varias personas han desarrollado investigaciones en donde han recubierto fotocatalizadores en varias superficies como, vidrio, gel de sílice, metal, cerámica, polímeros, fibras, zeolita, arcilla de alúmina, celulosa, carbón activado, paredes del reactor y otras<sup>37</sup>.

Un aumento importante se ha dado a mediados de la década de los 90's con respecto al uso de los nanomateriales carbonosos como soporte **Fig 2.b** debido a sus propiedades únicas y al potencial para controlar estas propiedades a través de modificaciones estructurales y de composición. En la última década, la fotocatalisis y el uso de materiales carbonosos se han unido y ahora se dedica amplia atención

---

<sup>34</sup> YING SHAN Ang, MOHD GHAZI Tinia Idaty y ABDUL RASHID Suraya, Immobilisation of Titanium Dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A Review. En: Applied Catalysis A: General, vol. 389, (Dic 2010), p.1-8

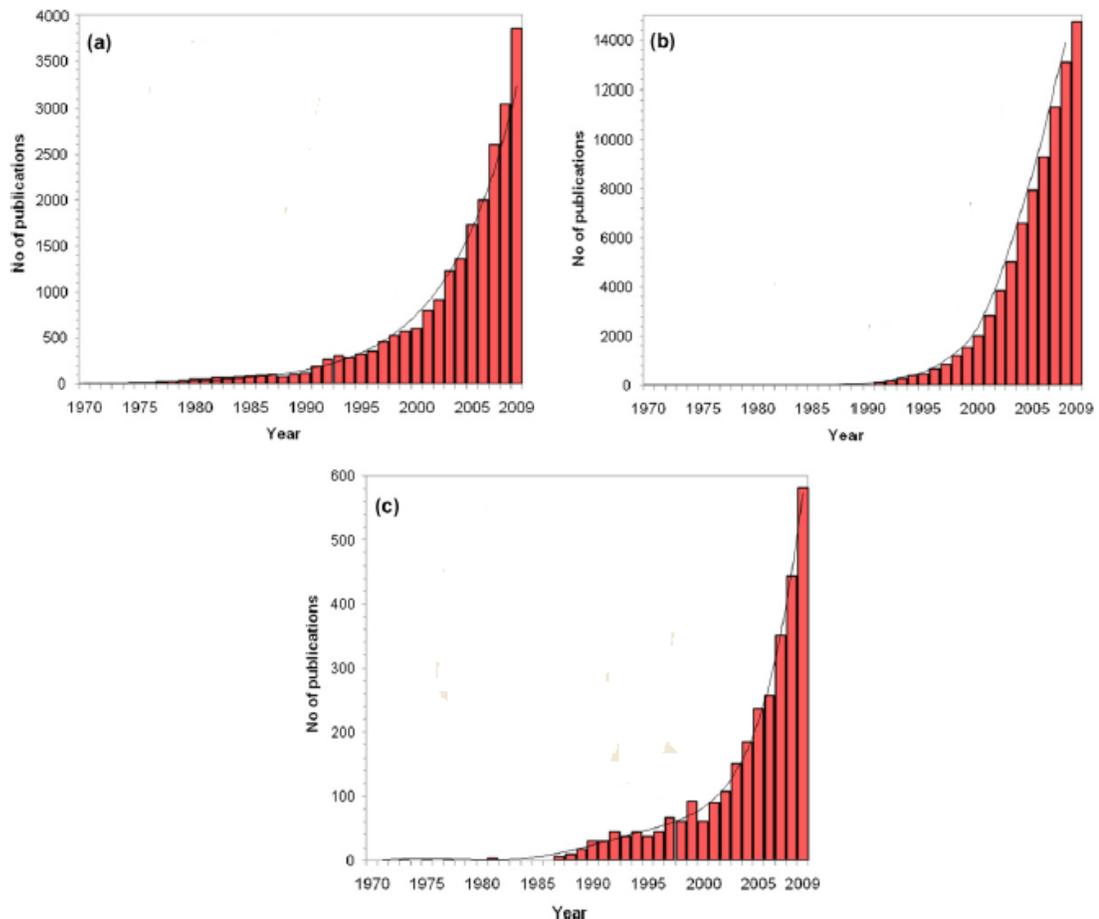
<sup>35</sup> FUJISHIMA, A., HONDA K. Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. En: Nature, vol.238, (July 1972), p.37-38

<sup>36</sup> POZZO Roberto, BALTANÁS Miguel y CASSANO Alberto, Supported Titanium Oxide as Photocatalyst in water decontamination: State of the art. En: Catalysis Today, vol. 39, (Nov 1997), p. 219-233

<sup>37</sup> DIJKSTRA M.F.J, *et al*, Comparison of the efficiency of immobilized and suspended systems in photocatalytic degradation. En: Catalysis Today, vol. 66, (2001), p. 487-494

a explorar el papel que puedan desempeñar los nanomateriales carbonosos en los procesos fotocatalíticos **Fig 2 c**.<sup>38</sup>

**Figura 2.** Aumento del número de publicaciones de fotocatalisis y materiales carbonosos. a) N° de publicaciones acerca de Fotocatalisis -TiO<sub>2</sub>, b) N° publicaciones acerca de nanomateriales de carbono, c) N° de publicaciones de TiO<sub>2</sub>- nanomateriales de carbono.



Fuente: LEARY Rowan, WESTWOOD Aidan. Carbonaceous nanomaterials for the enhancement of TiO<sub>2</sub> photocatalysis. En: Carbon, vol. 49. (2011), p 741-772.

Uno de los materiales carbonosos de gran atención e importancia son los carbones activados que se han sido investigados extensamente para ser combinados con semiconductores como el TiO<sub>2</sub>, con el fin de mejorar muchas de sus propiedades.

<sup>38</sup> LEARY Rowan, WESTWOOD Aidan. Carbonaceous nanomaterials for the enhancement of TiO<sub>2</sub> photocatalysis. En: CARBON, vol. 49, (2011), p. 741-772.

Sin embargo, durante la preparación del catalizador TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado existen procedimientos y variables que deben ser controladas con el fin de lograr las propiedades deseadas. Es por ello, que a lo largo de las últimas décadas se han realizado investigaciones a nivel internacional y a nivel local para estudiar y comprender estas variables con el objetivo de desarrollar el mejor fotocatalizador, algunas de estas investigaciones se presentan a continuación:

ZHANG, X., ZHOU, M., y LEI, L, estudiaron la concentración de TiO<sub>2</sub> en la superficie externa del carbón activado, para ello seleccionaron carbón activado modificado con HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> y N<sub>2</sub> +O<sub>2</sub> como soporte durante la producción de deposición de vapor químico orgánico metálico (MOCVD) de fotocatalizadores de TiO<sub>2</sub> y encontraron que el rendimiento catalítico del catalizador TiO<sub>2</sub> soportado con carbón activado y modificado con HNO<sub>3</sub> fue significativamente mayor que el del catalizador de TiO<sub>2</sub> soportado en carbón activado sin modificar, debido al aumento de la concentración de TiO<sub>2</sub> en la superficie externa del carbón activado, que fue demostrado por XPS y EDAX.<sup>39</sup>

En este estudio LIU, S. X., CHEN, X. Y., y CHEN, X, quisieron probar la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub>/carbón activado, para ello prepararon un fotocatalizador de TiO<sub>2</sub>/carbón activado de alta actividad y fácil separación mediante un método hidrotermal y utilizaron fenol, naranja de metilo (MO) y Cr (VI) como contaminantes objetivos. Los resultados muestran que el compuesto de carbón activado tiene un efecto significativo sobre la actividad de TiO<sub>2</sub> con un contenido adecuado de carbón activado; los resultados de SEM y XRD sugieren que se puede lograr una mejor distribución de TiO<sub>2</sub> cuando se utiliza un contenido de carbón activado óptimo<sup>40</sup>.

LI Y, *et al*, quisieron estudiar y analizar la cinética de degradación de las mezclas TiO<sub>2</sub>/AC, preparando grano de carbón activado revestido con TiO<sub>2</sub> mediante precipitación hidrolítica de TiO<sub>2</sub> a partir de tetrabutylortotitanato seguido de un tratamiento térmico, las muestras se emplean para la degradación por oxidación fotocatalítica de naranja de metilo en suspensión acuosa y se observó que el TiO<sub>2</sub>/AC mostró alta fotoactividad para la degradación del naranja de metilo en solución acuosa bajo radiación UV, que la cinética de la degradación del colorante sigue una ley de velocidad de pseudoprimer orden y que la presencia del carbón activado potenciaba la fotoeficiencia del catalizador de dióxido de titanio<sup>41</sup>.

---

<sup>39</sup> ZHANG, X., ZHOU, M., y LEI, L. Enhancing the concentration of TiO<sub>2</sub> photocatalyst on the external surface of activated carbon by MOCVD. En: Materials Research Bulletin, vol.40, no.11, (2005), p.1899–1904.

<sup>40</sup> LIU, S. X., CHEN, X. Y., y CHEN, X. A TiO<sub>2</sub>/AC composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method. En: Journal of Hazardous Materials, vol. 143, (2007), p. 257–263.

<sup>41</sup> LI Y, *et al*. Photocatalytic degradation of methyl orange by TiO<sub>2</sub>-coated activated carbon and kinetic study. En: Water Research, vol.40, no.6,(2006), p.1119–1126.

Otra variable que influye en la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub>/Carbón activado, es el efecto del tamaño de los poros, variable que fue estudiada por YUAN, R., GUAN, R., y ZHENG, J quienes prepararon fibras de carbón activado cargado con TiO<sub>2</sub> (TiO<sub>2</sub>/ACF), para remover moléculas grandes de b-ciclodextrina y encontraron que un aumento en el tamaño de los poros favorecía la actividad fotocatalítica y cuando la muestra con el tamaño de poro óptimo se usó repetidamente la actividad fotocatalítica tampoco disminuyó<sup>42</sup>.

La temperatura es otra de las variables que puede influir sobre las propiedades del fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/Carbón activado. Por esto BAEK Mi-Hwa, *et al*, investigaron la influencia de la temperatura del tratamiento térmico y el tiempo de activación sobre las propiedades del TiO<sub>2</sub> soportado en Carbón activado. Se dispersó TiO<sub>2</sub> en el carbón activado, y se obtuvo como resultados que parte de la fase anatasa de TiO<sub>2</sub> se transformó en la fase rutilo de TiO<sub>2</sub> con un aumento en la temperatura del tratamiento térmico, todos los fotocatalizadores de TiO<sub>2</sub>/AC tenían estructura microporosa, y el volumen del mesoporo aumentaba durante un tiempo de activación de 6h. En los fotocatalizadores TiO<sub>2</sub>/AC obtenidos en tiempos de activación de 6h y 9h se observaron efectos sinérgicos entre adsorción y fotocatalisis en la eliminación de ácido húmico<sup>43</sup>.

De igual manera DIAZ David y PERDOMO Karen, en su trabajo de grado analizaron el efecto de la temperatura de calcinación y la relación entre la cantidad de TiO<sub>2</sub> y carbón activado en la preparación del fotocatalizador y observaron que soportar TiO<sub>2</sub> sobre AC favorece los procesos de degradación, que el composite de relación 1/15 y calcinado a temperatura de 630°C presentó el mejor porcentaje de remoción y que la relación entre las cantidades de TiO<sub>2</sub> y AC es un factor importante<sup>44</sup>.

Pero el fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/Carbón activado no solo se usa para remover contaminantes en soluciones acuosas por el contrario también se usa en la remoción de contaminantes en aire:

AO C.H y LEE S.C identificaron que el tiempo de residencia y el vapor de agua son factores vitales que afectan la fotodegradación de los contaminantes del aire interior usando TiO<sub>2</sub>. La presencia de vapor de agua compite con los contaminantes por los sitios de adsorción de TiO<sub>2</sub>, lo que reduce la tasa de eliminación de contaminantes. Al inmovilizar TiO<sub>2</sub> en carbón activado (AC), se logra una tasa de eliminación de

---

<sup>42</sup> YUAN, R., GUAN, R., y ZHENG, J. Effect of the pore size of TiO<sub>2</sub>-loaded activated carbon fiber on its photocatalytic activity. En: Scripta Materialia, vol.521, (2005), p. 1329–1334.

<sup>43</sup> BAEK Mi-Hwa, *et al*. Preparation, characterization and photocatalytic activity evaluation of micro- and mesoporous TiO<sub>2</sub>/spherical activated carbon. En: Journal of Industrial and Engineering Chemistry, vol. 19, (Marzo 2013), p. 469-477

<sup>44</sup> DIAZ David, PERDOMO Karen. Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub> soportado en carbón activado para la degradación de azul de metileno. Fundación Universidad de América.2018

contaminantes satisfactoria incluso a niveles altos de vapor de agua<sup>45</sup>. Para evaluar más a fondo el filtro de TiO<sub>2</sub> / AC para su aplicación práctica, se instaló en un filtro de aire disponible en el mercado comercial y se probó dentro de una cámara ambiental. Se seleccionaron óxido de nitrógeno (NO) y tolueno como contaminante objetivo. Los resultados mostraron que se logró una mayor eficiencia de eliminación de NO utilizando una lámpara ultravioleta de longitud de onda más corta que una lámpara ultravioleta de longitud de onda más larga. Se logró una mayor eliminación de NO utilizando el filtro TiO<sub>2</sub> / AC en comparación con el filtro TiO<sub>2</sub> solamente.

Como se pudo evidenciar en las investigaciones anteriores, soportar el fotocatalizador TiO<sub>2</sub> en un material altamente poroso como lo es el carbón activado, puede aumentar la tasa de fotodegradación al permitir progresivamente que una cantidad creciente de sustrato entre en contacto con el TiO<sub>2</sub> a través de los medios de adsorción<sup>46</sup>, aunque al emplearse la combinación TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado se debe comprender la dispersión del fotocatalizador soportado, el anclaje y el tamaño de partícula ideal de TiO<sub>2</sub> montado en carbón activado para desarrollar un fotocatalizador que proporcione una alta actividad fotocatalítica<sup>47</sup> en la remoción de contaminantes; por ello el carbón activado como soporte o como mezcla aún sigue siendo estudiado apoyándose en investigaciones pasadas con el fin de mejorar los métodos de preparación, la cantidad de TiO<sub>2</sub> o de carbón activado dispuesta en la mezcla, el tamaño de los poros, el pH, la temperatura de calcinación, entre otras variables que puedan influir en el desarrollo del mejor catalizador.

---

<sup>45</sup> AO C.H,LEE S.C. Combination effect of activated carbon with TiO<sub>2</sub> for the photodegradation of binary pollutants at typical indoor air level. En: Journal of photochemistry and photobiology A: Chemistry. Vol 161, (January 2004), p. 131-140

<sup>46</sup> BAMBA D., *et al*, Synthesis and characterization of TiO<sub>2</sub>/Carbonanmaterials: applications in water treatment. En: Physica status solid, vol. 252,(Oct 2015), p. 2503-2511.

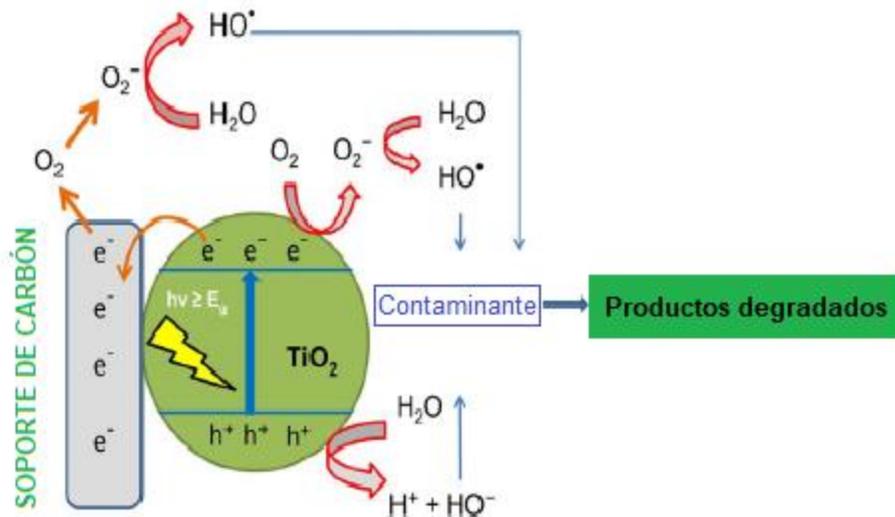
<sup>47</sup> LI PUMA Gianluca, *et al*, Preparation of titanium dioxide photocatalyst loaded onto activated carbon support using chemical vapor deposition: A review paper. En: Journal of Hazardous Materials, vol.157, (2008), p. 209-219

### 3. METODOLOGÍA

Para el desarrollo de este capítulo se seleccionaron el método sol-gel, el método hidrotermal y el método de deposición química de vapor, como métodos de comparación para los tipos de mezcla, *composites de TiO<sub>2</sub>-carbón activado* o *TiO<sub>2</sub> soportado en carbón activado*, de igual manera por revisión bibliográfica se eligieron ciertos artículos en donde por medio de los métodos mencionados anteriormente se preparan los fotocatalizadores y posteriormente se menciona el procedimiento para la remoción de un colorante el cual es empleado describir la actividad fotocatalítica de cada tipo de fotocatalizador.

#### 1.1 MECANISMO DE LA FOTOCATÁLISIS DE TiO<sub>2</sub>/CARBÓN

**Figura 3.** Esquema del mecanismo de la fotocatalisis del TiO<sub>2</sub>/carbón.



Fuente: KHALID, N.R *et al.* Carbonaceous-TiO<sub>2</sub> nanomaterials for photocatalytic degradation of pollutants: A review. En: *Ceramics International*, (2016).

El principio básico de la fotocatalisis de TiO<sub>2</sub> depende de la creación de un par electrón-hueco después de la absorción de luz con una energía igual o mayor que la energía de la banda prohibida del fotocatalizador de TiO<sub>2</sub>. Estos portadores de carga fotogenerados son responsables de la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub> para degradar los contaminantes. Sin embargo, el principal problema del TiO<sub>2</sub> es su

amplio intervalo de banda, como 3,2 y 3,0 eV. Esto lo hace activo solo bajo irradiación de luz ultravioleta y, por lo tanto, no funciona bajo luz visible<sup>48</sup>.

Es bien sabido que las propiedades de adsorción de los materiales carbonosos son extraordinarias, lo que puede aumentar notablemente la concentración de contaminantes orgánicos en la superficie del catalizador<sup>49</sup>. La mayor adsorción de moléculas de colorante en la superficie del catalizador es una contribución clave para la mejora de la actividad fotocatalítica. En segundo lugar, varios investigadores han informado que los nanomateriales carbonosos pueden mejorar la absorción de luz del TiO<sub>2</sub> en todo el rango de luz visible en comparación con el TiO<sub>2</sub> puro<sup>50</sup>. Este aumento de la absorción se atribuyó a los enlaces químicos (enlaces Ti – O – C) entre TiO<sub>2</sub> y materiales carbonosos. Más importante aún, los materiales carbonosos desempeñan el papel central de un depósito de electrones para conducir los electrones de los pares de agujeros de electrones de TiO<sub>2</sub>, aumentando así la eficiencia de separación de carga en TiO<sub>2</sub><sup>51</sup>.

## 3.2 COMPOSITE DE TiO<sub>2</sub>/CARBÓN ACTIVADO

### 3.2.1 Método de preparación hidrotérmal.

#### Un fotocatalizador compuesto de TiO<sub>2</sub> con alta actividad y fácil preparación mediante el método hidrotérmal<sup>52</sup>

---

<sup>48</sup> CARP, O. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. En: Progress in Solid State Chemistry, vol.32, (2004), p. 33–177.

<sup>49</sup> PERERA, S. D. Hydrothermal Synthesis of Graphene-TiO<sub>2</sub> Nanotube Composites with Enhanced Photocatalytic Activity. En: ACS Catalysis, vol.2, (2006), p. 949–956.

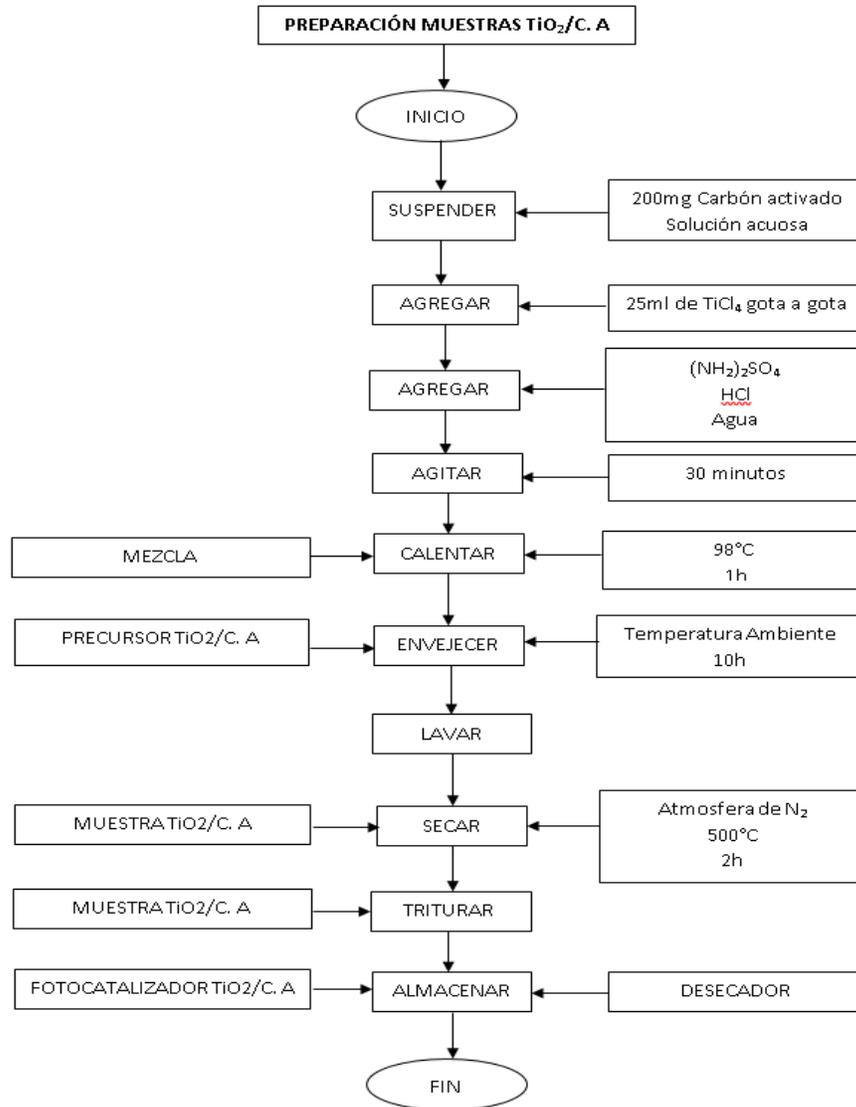
<sup>50</sup>GAO, H., *et al.* Interfacial Charge Transfer and Enhanced Photocatalytic Mechanisms for the Hybrid Graphene/Anatase TiO<sub>2</sub>(001) Nanocomposites. En: The Journal of Physical Chemistry C, vol. 117, (2013), p.16022–16027.

<sup>51</sup> PARK, H., *et al.* Photoinduced charge transfer processes in solar photocatalysis based on modified TiO<sub>2</sub>. En: Energy & Environmental Science, vol. 9 no.2, (2016), p.411–433.

<sup>52</sup> S.X. Liu, X.Y. Chen. X. Chen, A TiO<sub>2</sub>/AC composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method, Journal of Hazardous Materials 143 (2007) 257-263

a) Preparación del fotocatalizador:

**Flujograma 1.** Preparación de las muestras TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado



Fuente: elaboración propia

Las muestras sintetizadas se marcaron como TiO<sub>2</sub>/xAC, donde x es 0,2,5 y 20, que representa el porcentaje en peso del carbón activado (AC).

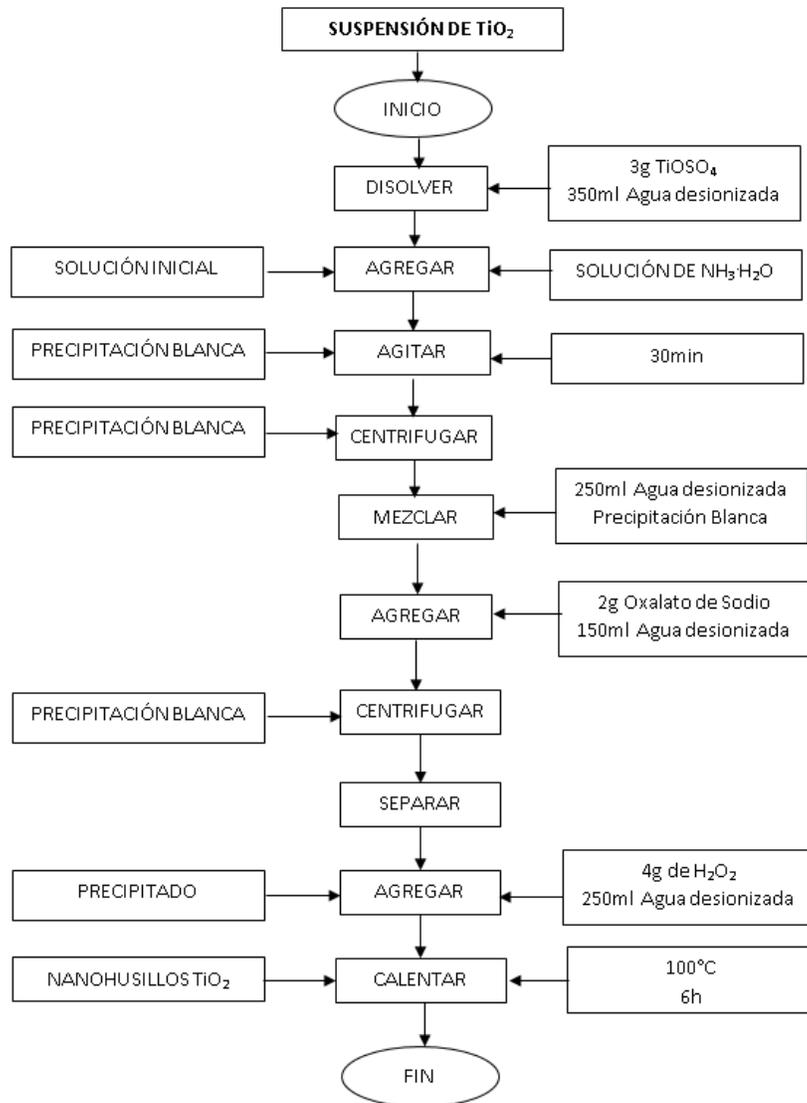
b) Procedimiento:

Se utilizó un reactor cilíndrico con una lámpara UV dentro del reactor, que a su vez está rodeado por una chaqueta de agua para evaluar la actividad fotocatalítica de las muestras TiO<sub>2</sub>/Xac sintetizadas utilizando fenol, *naranja de metilo* y Cromo como sustratos modelos, Durante los intervalos de reacción preestablecidos, se retiraron muestras de suspensión para el análisis.

**Fotocatalizadores compuestos de Nanohusillos de TiO<sub>2</sub> anatasa/ Carbón Activado (AC) con actividad mejorada en la eliminación de contaminantes orgánicos.<sup>53</sup>**

a) Preparación del fotocatalizador:

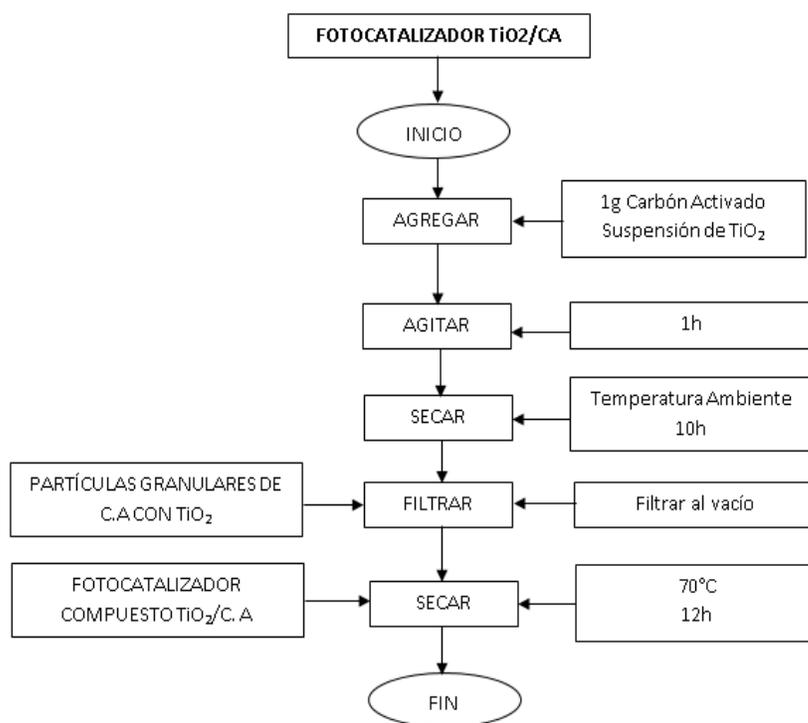
**Flujograma 2.** Preparación de la suspensión de TiO<sub>2</sub>



Fuente: elaboración propia

<sup>53</sup> ZHOU Wuyi, ZHANG Peng y LIU Weian. Anatase TiO<sub>2</sub> Nanospindle/Activated carbon (AC) composite photocatalysis with enhanced activity in removal of organic contaminant. En: International Journal of Photoenergy, 2012, p 1-7.

**Flujograma 3.** Preparación del fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado.



Fuente: elaboración propia

Los fotocatalizadores compuestos  $x\text{TiO}_2/\text{AC}$  preparados con diversos contenidos de TiO<sub>2</sub> se formaron repitiendo el procedimiento experimental anterior, donde  $x$  es 0, 0,5, 1, 1,5 y 2, que representa el porcentaje en peso de TiO<sub>2</sub>.

b) Procedimiento:

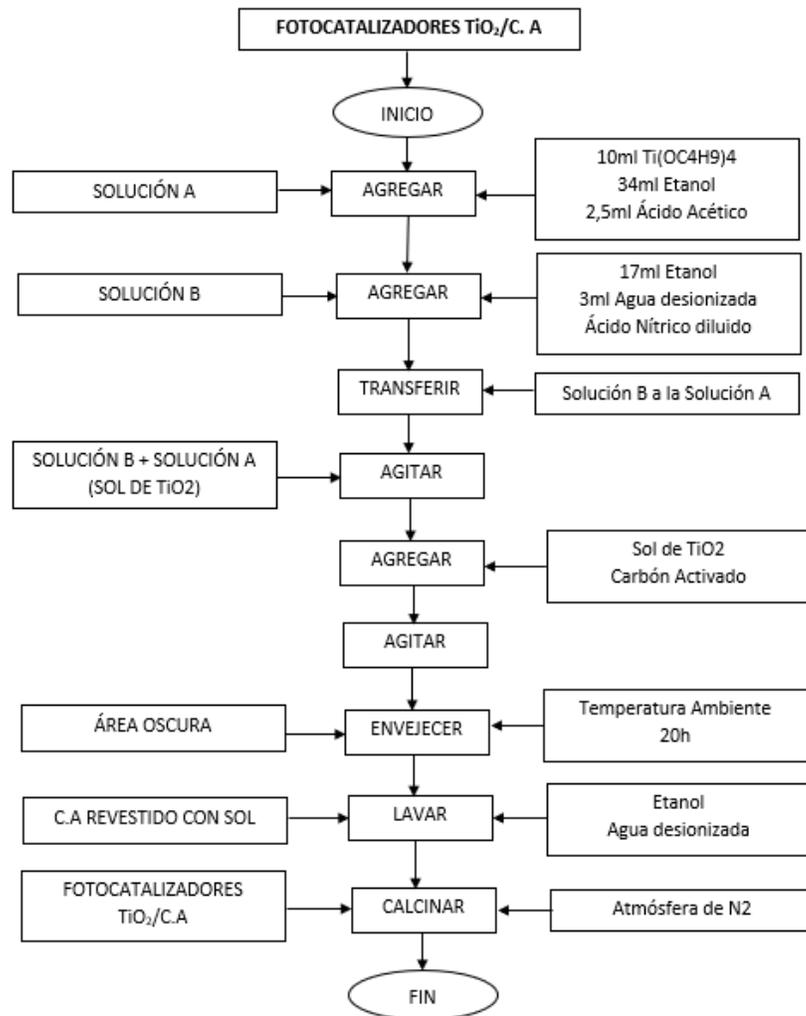
Los experimentos de degradación fotocatalítica se llevaron a cabo en un reactor tipo batch abierto al aire con una lámpara de luz visible dentro del reactor. Se eligió azul de metileno como molécula modelo para la prueba fotocatalítica. Se retiraron periódicamente 2ml de suspensión y se midió la absorbancia mediante espectroscopia.

### 3.2.2 Método de preparación Sol-Gel.

#### Preparación de composites de $\text{TiO}_2$ /Carbón Activado para la degradación fotocatalítica de RhB bajo irradiación de luz UV<sup>54</sup>

a) Preparación del fotocatalizador:

**Flujograma 4.** Preparación de los fotocatalizadores  $\text{TiO}_2$ /C. A



Fuente: elaboración propia

<sup>54</sup> BAOLIN Xing, *et al.* Preparation of  $\text{TiO}_2$ /Activated Carbon composites for photocatalytic degradation of RhB under UV light irradiation. *En: Journal Nanomaterials*, 2016.

Los compuestos de  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  se sintetizaron en 1, 2 y 3 ciclos de carga, que se denominaron  $\text{TiO}_2/\text{AC-1}$ ,  $\text{TiO}_2/\text{AC-2}$  y  $\text{TiO}_2/\text{AC-3}$ , respectivamente.

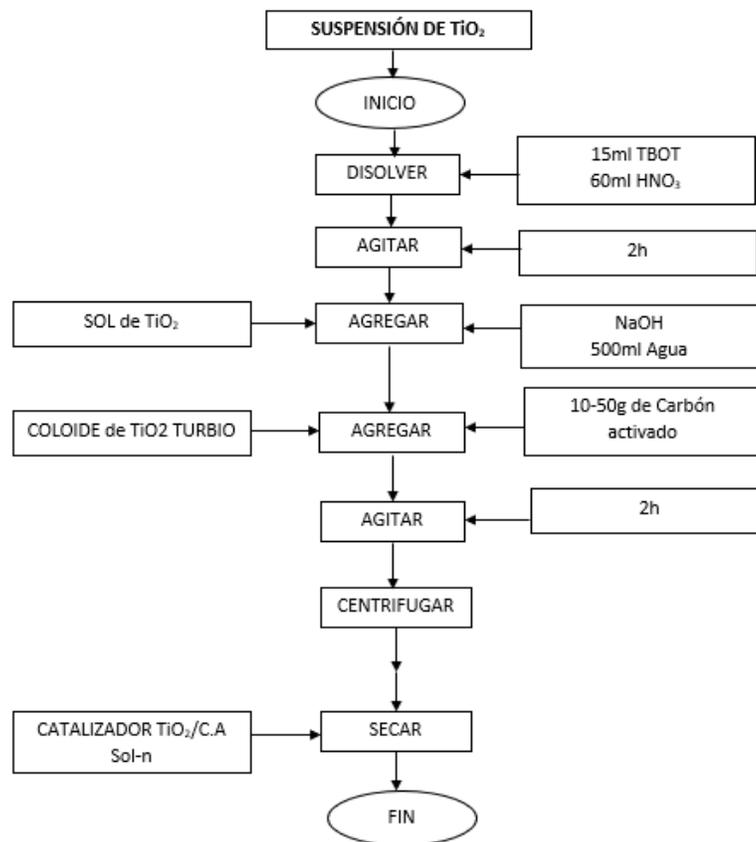
b) Procedimiento:

La actividad fotocatalítica de los composites  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  se estudió mediante la irradiación de RhB en un reactor fotocatalítico a temperatura ambiente e irradiado con luz UV. Se recogió cierta cantidad de la muestra a intervalos de 10 minutos durante el periodo de irradiación para el análisis

## Efecto de los métodos de preparación sobre la estructura y el rendimiento catalítico del fotocatalizador $\text{TiO}_2/\text{AC}^{55}$

a) Preparación del catalizador:

**Flujograma 5.** Preparación de la suspensión de  $\text{TiO}_2$



Fuente: elaboración propia

El catalizador de  $\text{TiO}_2/\text{CA}$  preparado se denominó Sol-n, donde n era la carga de  $\text{TiO}_2$ .

<sup>55</sup> ZHANG Xingwang, LEI Lecheng. Effect of preparation methods on the structure and catalytic performance of  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  photocatalysts. En: Journal of Hazardous Materials, vol. 153, (2008), p.825-833.

b) Procedimiento:

Los catalizadores se evaluaron mediante la degradación de naranja de metilo. El experimento se realizó en un reactor de vidrio cilíndrico en el que se insertó una lámpara de 300W y se hace circular aire desde el fondo. La concentración de naranja de metilo a lo largo del tiempo se determinó mediante un espectrofotómetro.

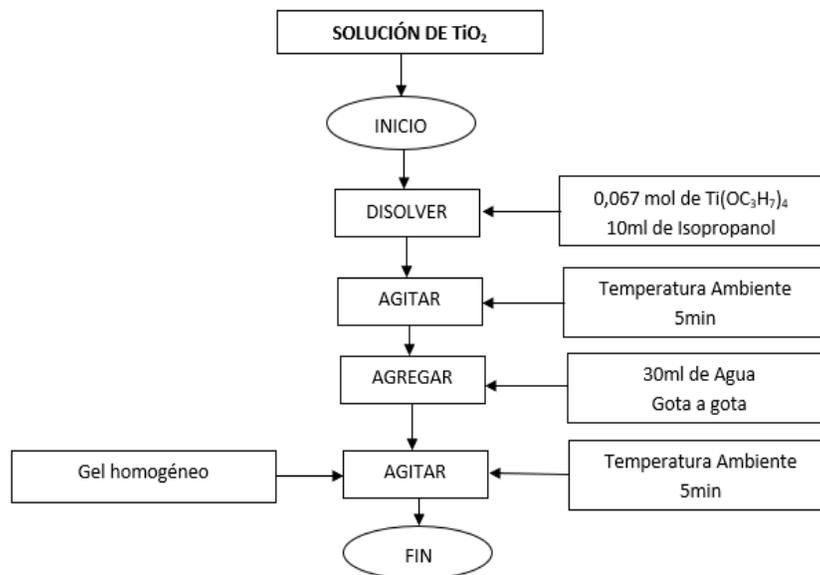
### 3.3 TiO<sub>2</sub> SOPORTADO EN CARBÓN ACTIVADO

#### 3.3.1 Método de preparación, Sol-gel.

**Elaboración de TiO<sub>2</sub> anatasa estable mediante la adición de carbon activado con alta actividad fotocatalítica bajo luz visible<sup>56</sup>**

a) Preparación del catalizador:

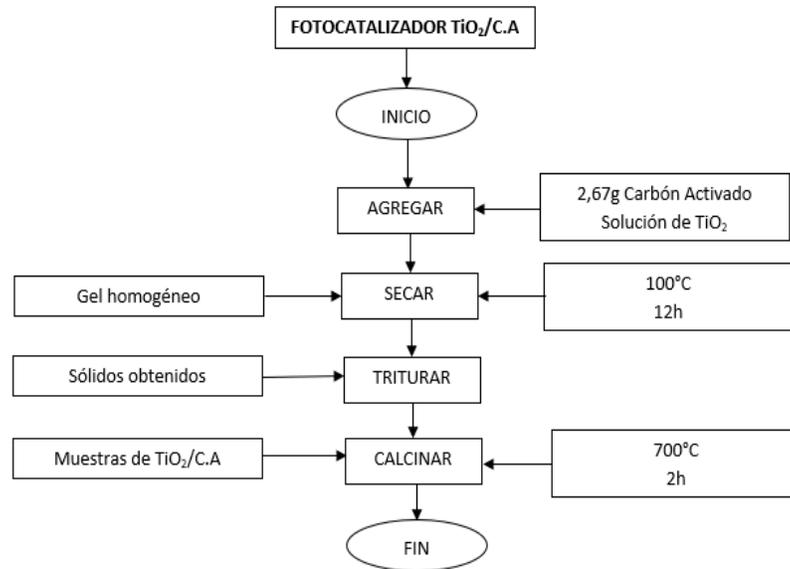
**Flujograma 6.** Preparación de la solución de TiO<sub>2</sub>



Fuente: elaboración propia

<sup>56</sup> SLIMEN Houda, HOUAS Ammar, NOGIER Jean Philippe. Elaboration of stable anatase TiO<sub>2</sub> through activated carbon addition with high photocatalytic activity under visible light. En: Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry, vol. 221, (2011), p. 13-21

### Flujograma 7. Preparación del fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/C.A



Fuente: elaboración propia

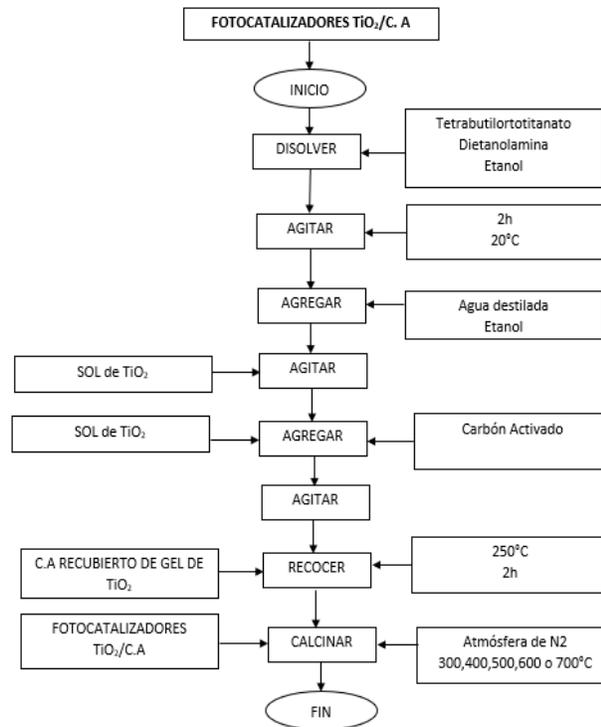
#### b) Procedimiento:

Se utilizó un reactor tipo batch abierto al aire con una fuente de luz visible dentro de él. Se escogió azul de metileno como molécula modelo para la prueba fotocatalítica. Para el experimento el reactor se cargó con azul de metileno y el fotocatalizador, se mantuvo en agitación continua, se retiraban periódicamente muestras de la suspensión que se centrifugaban para separar el catalizador de la solución y posteriormente se leía la absorbancia.

## Efectos de los soportes de carbon activado sobre la estructura y propiedades de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> preparadas mediante el método sol-gel<sup>57</sup>

a) Preparación del fotocatalizador:

**Flujograma 8.** Preparación de los fotocatalizadores de TiO<sub>2</sub>/C.A



Fuente: elaboración propia

b) Procedimiento:

La actividad fotocatalítica de los compuestos TiO<sub>2</sub> / AC y el polvo de TiO<sub>2</sub> puro se evaluó mediante degradación con azul de metileno.

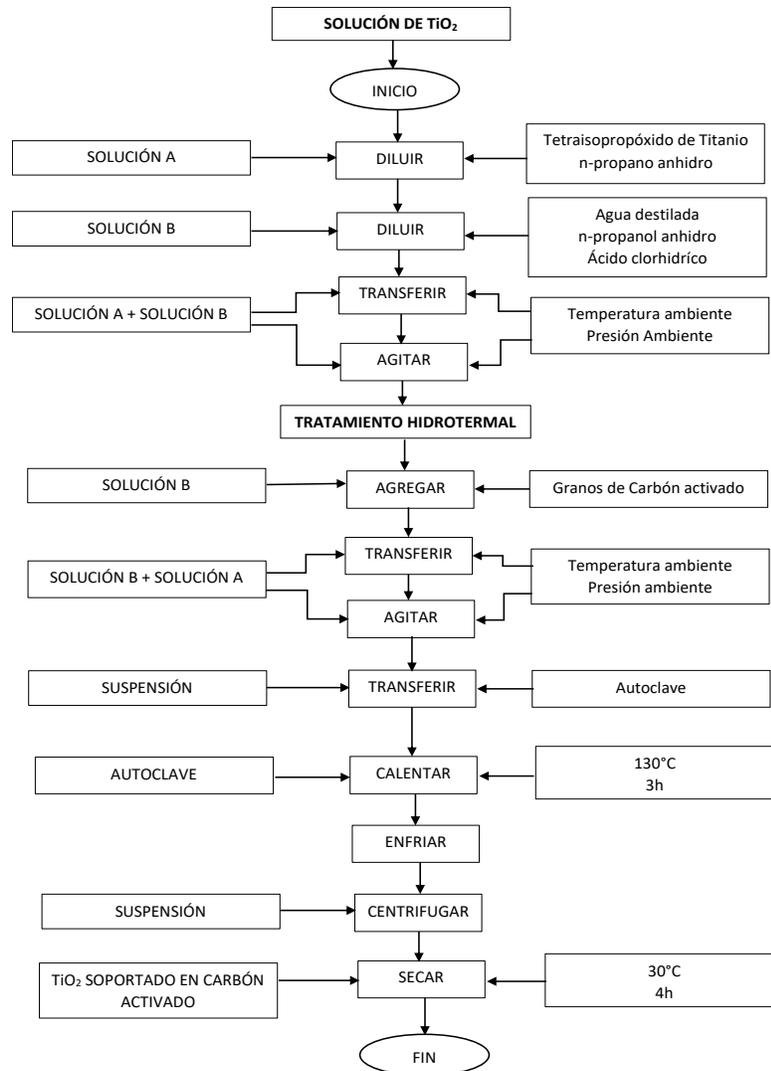
<sup>57</sup> LI Young, *et al.* The effects of activated carbon supports on the structure and properties of TiO<sub>2</sub> nanoparticles prepared by a sol-gel method. En: Applied Surface science, vol. 253, (2007), p. 9254-9258.

### 3.3.2 Método de preparación, hidrotermal.

#### Fotocatalizador TiO<sub>2</sub>-carbon activado: Preparación, caracterización y actividades fotocatalíticas<sup>58</sup>.

a) Preparación del fotocatalizador:

**Flujograma 9.** Preparación del fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/C.A



Fuente: elaboración propia

<sup>58</sup> ASILTURK Meltem, SENER Sadiye. TiO<sub>2</sub>-activated carbon photocatalysts: Preparation, characterization and photocatalytic activities. En: Chemical engineering Journal, vol.180, (2012), p. 354-363

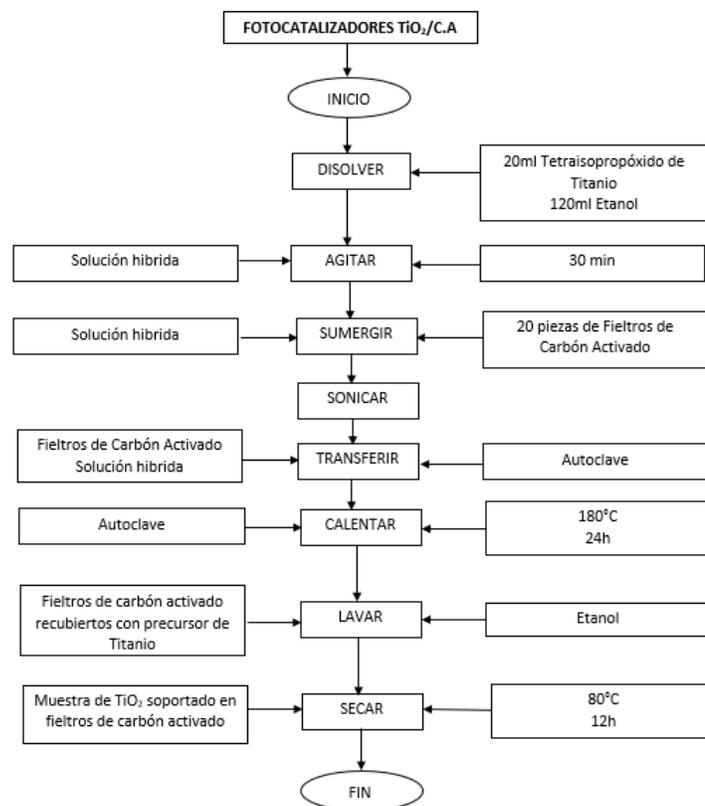
b) Procedimiento:

Las actividades fotocatalíticas de los fotocatalizadores se estudiaron mediante experimentos de degradación utilizando el colorante RhB en condiciones de radiación UV. Se empleó una caja oscura, usando una lámpara de luz UV y se tomó una cantidad fija de suspensión de RhB a intervalos regulares durante el periodo de irradiación y se centrifugó para eliminar el catalizador.

### Fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/ Fibras de carbon activado: Efecto de los procedimientos de recubrimiento sobre la microestructura, la propiedad de adhesión y la capacidad fotocatalítica<sup>59</sup>

a) Preparación del fotocatalizador:

**Flujograma 10.** Preparación del fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/C.A



Fuente: elaboración propia

<sup>59</sup> SHI Jian-Wen, CUI Hao-Jie. TiO<sub>2</sub>/activated carbon fibers photocatalysts: Effect of coating procedures on the microstructure, adhesion property and photocatalytic ability . En: Journal of colloid and interface science, vol. 388, (2012), p. 201-208

b) Procedimiento:

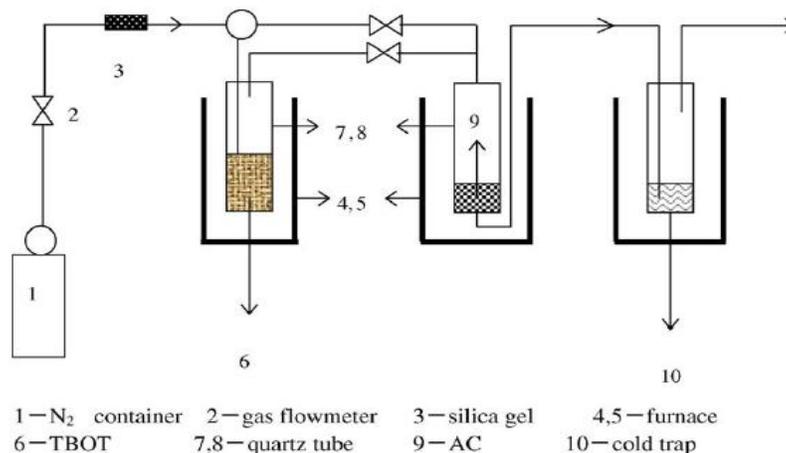
Se utilizó un recipiente cilíndrico de vidrio para cargar la solución de reacción y dentro de ella una lámpara de 500 W, una pieza de fieltro de  $\text{TiO}_2/\text{ACF}$  sintetizado se puso en una solución de metileno. En el intervalo de tiempo dado, se tomaron muestras y se midió la concentración residual de azul de metileno con un espectrofotómetro.

### 3.3.3 Método de preparación, deposición química de vapor.

#### Mejora en la concentración de fotocatalizador $\text{TiO}_2$ en la superficie externa del carbon activado por MOCVD<sup>60</sup>

a) Preparación del fotocatalizador:

**Figura 4.** Esquema del sistema de deposición química metalorgánica de vapor (MOCVD)



Fuente: ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lecheng. Enhancing the concentration of  $\text{TiO}_2$  photocatalyst on the external Surface of cativated carbón by MOCVD. En: Materials Research Bulletin, vol. 40, (2005), p. 1899-1904.

<sup>60</sup> ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lecheng. Enhancing the concentration of  $\text{TiO}_2$  photocatalyst on the external Surface of cativated carbón by MOCVD. En: Materials Research Bulletin, vol. 40, (2005), p. 1899-1904.

El carbón activado utilizado se trató primero con  $\text{HNO}_3$  (6 mol / L, marcado como AC-N),  $\text{H}_2\text{O}_2$  (15 mol / L, marcado como AC-H) y  $\text{N}_2 + \text{O}_2$  (v / v = 95: 5, marcado como AC -O), y luego se lavó con agua destilada repetidamente. Tetrabutyltitanato (TBOT), que se utilizó como precursor de  $\text{TiO}_2$ . El aparato MOCVD se muestra en la Fig.5.

b) Procedimiento:

La actividad fotocatalítica de los catalizadores se evaluó mediante la fotodegradación del naranja de metilo. El experimento se llevó a cabo en un reactor cilíndrico de cuarzo que contenía una lámpara UV, se hizo circular aire desde el fondo del reactor a través de la solución. La concentración del naranja de metilo durante la reacción se determinó mediante un espectrofotómetro.

### ***Deposición de fotocatalizadores de $\text{TiO}_2$ por MOCVD en carbon activado<sup>61</sup>***

a) Preparación del fotocatalizador:

El AC triturado en partículas pequeñas (malla 50-80) se hirvió en 1, 3, 6, 9, 12 y 15 mol / L de  $\text{HNO}_3$  a 373 K durante 60 min, y luego se lavó con agua destilada cinco veces. El AC oxidado se diseñó AC-n, donde n era la concentración de  $\text{HNO}_3$ . El aparato de MOCVD se muestra en la Fig. 5. Se puso una cantidad fija (5,0 g) de AC en el reactor de cuarzo y se deshidrató en una corriente de nitrógeno seco a 573 K durante 3 h. Luego, la temperatura del reactor se ajustó a 873 K, que se midió mediante el termopar insertado en el horno (la zona de reacción). Una vez estabilizada la temperatura del reactor, se inició la deposición de  $\text{TiO}_2$  cambiando TBOT con un caudal de  $\text{N}_2$  de 400 ml / min. La tubería de gas se calentó para evitar la condensación del precursor. El TBOT se transportó al reactor, luego se descompuso y se formaron partículas de  $\text{TiO}_2$ . Después de 6 a 24 h, se detuvo la deposición. Luego, el reactor se purgó con  $\text{N}_2$  durante 3 h.

b) Procedimiento:

En un reactor cilíndrico de vidrio con una lámpara de luz UV, se midió por espectrofotometría la degradación del colorante naranja de metilo en los intervalos de tiempo pre-establecidos.

---

<sup>61</sup> ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lechenng.  $\text{TiO}_2$  photocatalyst deposition by MOCVD on activated carbon. En: Carbon, vol. 44. (2006), p.325-333.

## 4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presenta el análisis y la discusión de los resultados que se obtuvieron para cada uno de los artículos estudiados en la sección anterior.

### 4.1 COMPOSITE DE TiO<sub>2</sub>/CARBÓN ACTIVADO

**4.1.1 Método de preparación Hidrotermal.** Para el artículo; Un fotocatalizador compuesto de TiO<sub>2</sub> con alta actividad y fácil preparación mediante el método hidrotermal, se evaluó la remoción del colorante Naranja de metilo, usando fotocatalizadores TiO<sub>2</sub>/xAC en los que se variaba el porcentaje en peso de carbón activado y su vez estos fotocatalizadores se comparaban con el TiO<sub>2</sub> preparado inicialmente a partir del precursor TiCl<sub>4</sub> y el TiO<sub>2</sub> Degussa P25.

En la Fig.5 se puede observar que la tasa de degradación fotocatalítica de la muestra TiO<sub>2</sub>/5AC fue superior a la del TiO<sub>2</sub> y el P-25 TiO<sub>2</sub> desde los primeros minutos, también se puede observar que la muestra TiO<sub>2</sub>/5AC se demora casi la mitad del tiempo en degradar el naranja de metilo y como se evidencia en la Tabla 1, la muestra TiO<sub>2</sub>/5AC remueve el 100% del naranja de metilo, mientras que el TiO<sub>2</sub> y el P-25 no remueven el colorante en su totalidad dando porcentajes de remoción del 52.8% y 57,2% respectivamente.

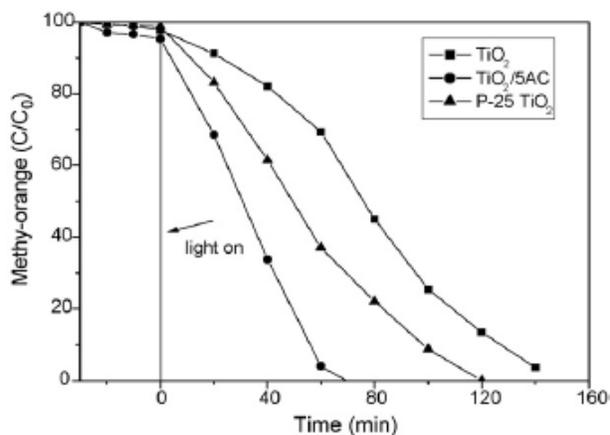
**Tabla 1.** Características del TiO<sub>2</sub> y el TiO<sub>2</sub>/xAC

AC content (wt.%)	Phenol			MO			Cr(VI)		
	<i>k</i> (min <sup>-1</sup> )	Removal (%)	<i>R</i>	<i>k</i> (min <sup>-1</sup> )	Removal (%)	<i>R</i>	<i>k</i> (min <sup>-1</sup> )	Removal (%)	<i>R</i>
0	0.02412	76.3	0.953	0.00599	52.8	0.977	0.02169	74.5	0.9221
2	0.02485	88.7	0.955	–	–	–	–	–	–
5	0.04806	99.5	0.953	0.04981	100	0.902	0.05073	100	0.9268
20	0.01937	84.5	0.957	–	–	–	–	–	–
100	0.00139	38.9	0.932	–	–	–	–	–	–
P-25	0.03273	96.2	0.952	0.00714	57.2	0.985	0.02370	91.4	0.9678

*k* is the reaction constant and removal was calculated for 100 min.

Fuente: S.X. Liu, X.Y. Chen. X. Chen, A TiO<sub>2</sub>/AC composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method, Journal of Hazardous Materials 143 (2007) 257-263

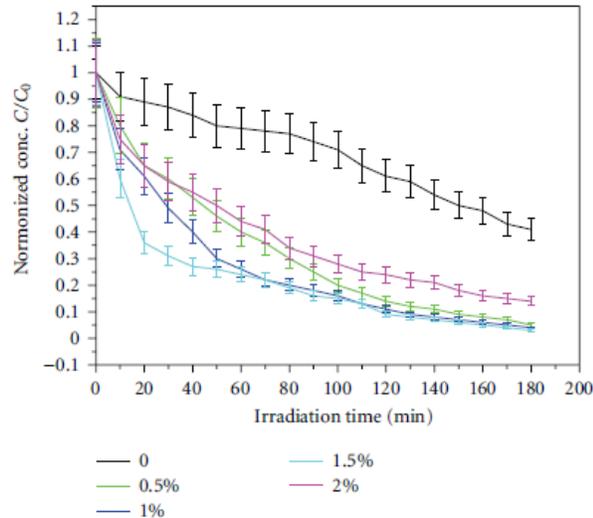
**Figura 5.** Cinética de la degradación del Naranja de metilo sobre  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ .



Fuente: S.X. Liu, X.Y. Chen. X. Chen, A  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method, *Journal of Hazardous Materials* 143 (2007) 257-263

En el artículo; Fotocatalizadores compuestos de Nanohusillos de  $\text{TiO}_2$  anatasa/ Carbón Activado (AC) con actividad mejorada en la eliminación de contaminantes orgánicos se utilizó el azul de metileno como sustrato orgánico modelo en el sistema de reacción  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  bajo radiación de luz visible. Los resultados del experimento de degradación se muestran en la Fig. 6 donde se puede observar que la muestra 1.5- $\text{TiO}_2/\text{AC}$  fue la que tuvo el mayor porcentaje de remoción de azul de metileno de casi el 100%, mientras que las otras muestras cargadas con  $\text{TiO}_2$  lograron porcentajes de remoción de entre el 85% y el 98% valores altos comparados con la muestra que no contenía nada de  $\text{TiO}_2$

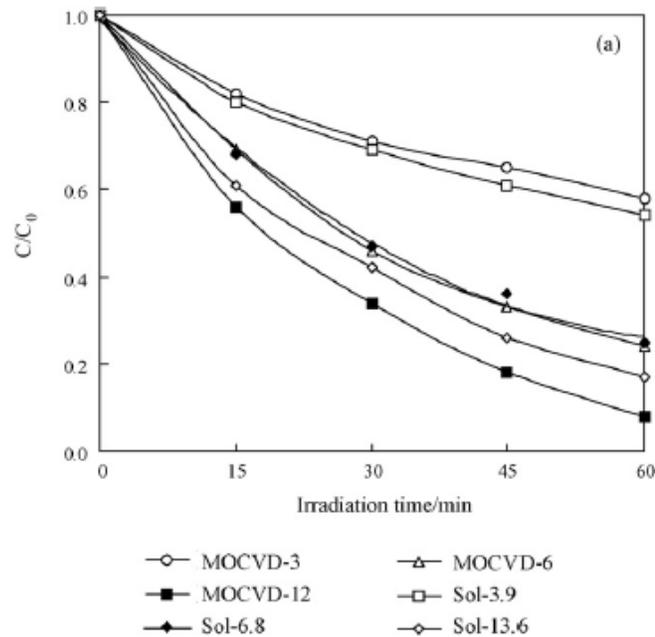
**Figura 6.** Degradación fotocatalítica del azul de metileno sobre  $\text{TiO}_2$  y  $x\text{TiO}_2/\text{AC}$



Fuente: ZHOU Wuyi, ZHANG Peng y LIU Weian. Anatase  $\text{TiO}_2$  Nanospindle/Activated carbon (AC) composite phtocatalysis with enhanced activity in removal of organic contaminant. En: International Journal of Photoenergy, 2012, p 1-7

**4.1.2 Método de preparación sol-gel.** En el artículo; Efecto de los métodos de Preparación, se examinó la degradación de la solución de naranja de metilo como se muestra en la Fig.7. Se observa que la eficiencia catalítica de los catalizadores  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  aumentaron con el aumento de la carga de  $\text{TiO}_2$  que se atribuye al aumento de sitios activos, también se muestra que los métodos de preparación tuvieron una ligera influencia en la actividad fotocatalítica de las muestras, ya que como se puede observar la eficiencia catalítica de los catalizadores de  $\text{TiO}_2 / \text{AC}$  por MOCVD fue similar a la de las muestras por sol-gel con cargas de  $\text{TiO}_2$  comparables.

**Figura 7.** Comparación del rendimiento catalítico de los catalizadores de TiO<sub>2</sub>/AC para la eliminación de Naranja de metilo por diferentes métodos.



Fuente: ZHANG Xingwang, LEI Lecheng. Effect of preparation methods on the structure and catalytic performance of TiO<sub>2</sub>/ AC photocatalysts. En: Journal of Hazardous Materials, vol. 153, (2008), p.825-833.

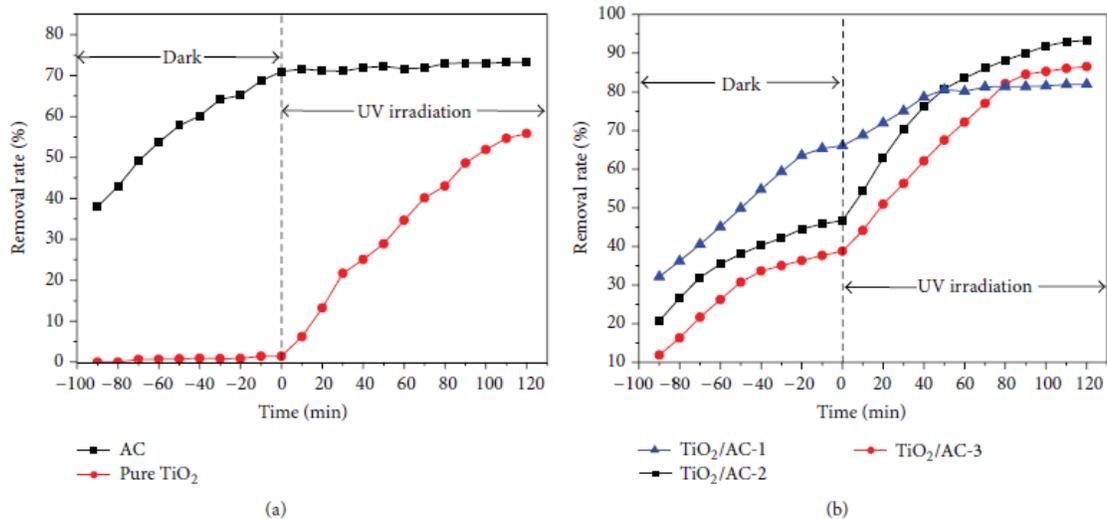
En el artículo; Preparación de composites de TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado para la degradación fotocatalítica de RhB bajo irradiación de luz UV para el TiO<sub>2</sub> puro obtenido y los compuestos de TiO<sub>2</sub>/AC se estimó la actividad fotocatalítica midiendo la tasa de descomposición del RhB en solución acuosa en presencia de luz UV. Los resultados se muestran en la Fig.8.

Para el carbón activado original (Fig.8.a). la eliminación de RhB aumenta gradualmente con el aumento del tiempo de adsorción y se elimina aproximadamente el 71% del RhB inicia, mientras que el TiO<sub>2</sub> en ausencia de luz no muestra actividad y cuando es irradiado con luz UV alcanza el 55,8% de remoción.

Para los compuestos de TiO<sub>2</sub>/AC (Fig.8.b) el proceso de remoción de RhB en solución acuosa se divide en dos etapas: 90min en la oscuridad, que se atribuye al efecto de adsorción de TiO<sub>2</sub>/Compuestos AC y otros 120min en la irradiación de luz UV. Como se muestra en la figura 9, la tasa de eliminación inicial de los compuestos

de  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  fue similar a la del carbón activado original pero después de 90min en la oscuridad los compuestos aún pueden eliminar el RhB por el efecto de la degradación fotocatalítica de la luz UV, como resultado se obtienen porcentajes finales de RhB eliminados por  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ -1,  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ -2  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ -3 alcanzan el 82%, 93,2% y el 86,3% respectivamente.

**Figura 8.** Tasa de eliminaciones de RhB de  $\text{TiO}_2$  puro, AC y fotocatalizadores compuestos: (a)  $\text{TiO}_2$  puro y AC, (b) Fotocatalizadores compuestos  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ .

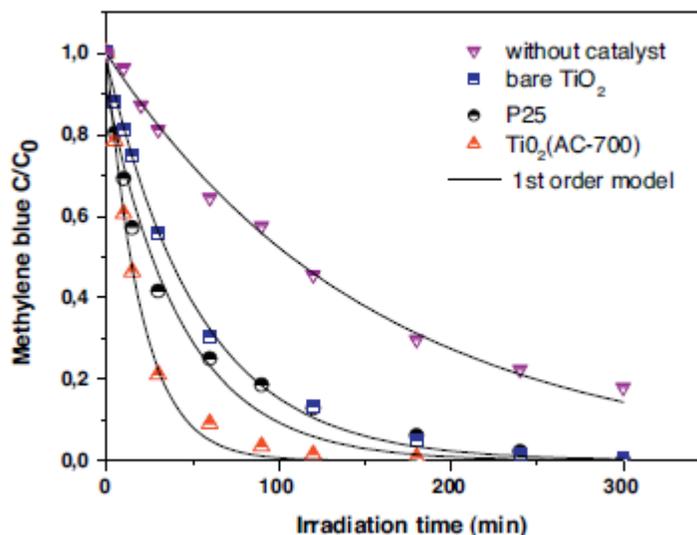


Fuente: BAOLIN Xing, *et al.* Preparation of  $\text{TiO}_2/\text{Activated Carbon}$  composites for photocatalytic degradation of RhB under UV light irradiation. En: Journal Nanomaterials, 2016.

## 4.2 $\text{TiO}_2$ SOPORTADO EN CARBÓN ACTIVADO

**4.2.1 Método de preparación Sol-gel.** En el artículo Elaboración de Anatasa estable mediante la adición de carbon activado con alta actividad fotocatalítica bajo luz visible se evaluó la actividad fotocatalítica del  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ -700 calcinado a  $700^\circ\text{C}$  y el  $\text{TiO}_2$  puro por medio de la degradación del colorante orgánico estándar, azul de metileno, bajo radiación de luz visible. En la Fig.9 se muestra la solución de azul de metileno completamente decolorada dentro de los 100 minutos de irradiación con la muestra de  $\text{TiO}_2/\text{AC}$ -700, mientras que el  $\text{TiO}_2$  solo y el P25 logran altos porcentajes de degradación, pero se demoran casi tres veces más del tiempo que la muestra con carbón activado.

**Figura 9.** Degradación fotocatalítica del azul de metileno en suspensión acuosa en función del tiempo de irradiación de luz vis.

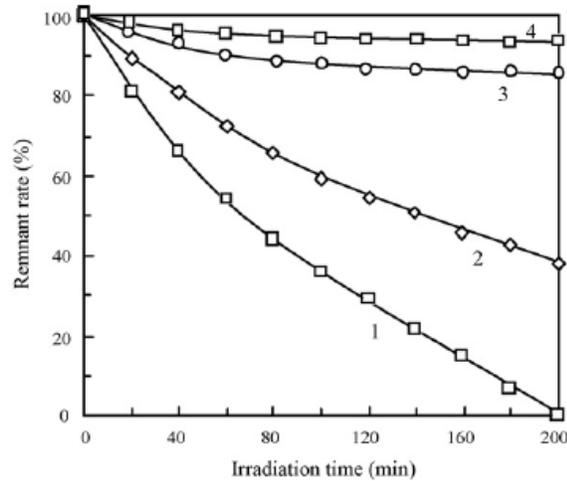


Fuente: SLIMEN Houda, HOUAS Ammar, NOGIER Jean Philippe.  
Elaboration of stable anatase TiO<sub>2</sub> through activated carbon addition with high photocatalytic activity under visible light. En: Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry, vol. 221, (2011), p. 13-21

En el artículo *Efecto de los soportes de carbon activado sobre la estructura y propiedades de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> preparadas mediante el método sol-gel* la actividad fotocatalítica de los compuestos TiO<sub>2</sub>/AC y polvo de TiO<sub>2</sub> puro se evaluaron mediante la degradación del azul de metileno. En la Fig.10 se presentan todos los resultados de la eliminación de azul de metileno por los fotocatalizadores bajo luz UV.

Se encontró que solo el 3% de azul de metileno en solución se absorbía en TiO<sub>2</sub> puro en la oscuridad después de 200 min (curva 4), mientras que la cantidad de azul de metileno removida por el TiO<sub>2</sub> /CA fue del 17% (curva3). El polvo de TiO<sub>2</sub> puro tiene una baja tasa de descomposición de azul de metileno bajo irradiación UV, que es aproximadamente del 61% en 200 min(curva2), sin embargo, TiO<sub>2</sub> / AC logró casi el 100% de eliminación del azul de metileno (curva 4).

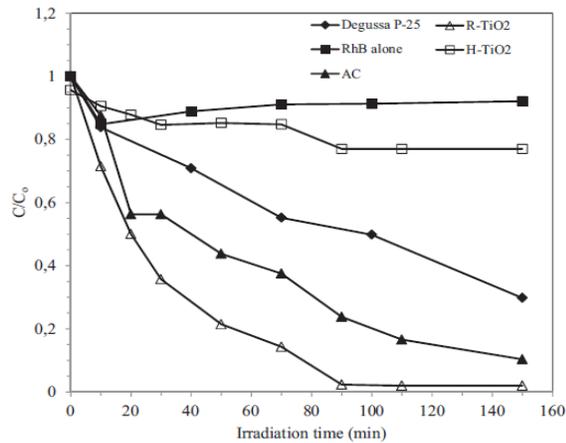
**Figura 10.** Degradaciones fotocatalíticas para el azul de metileno por, 1.  $\text{TiO}_2/\text{AC}$  (0,5g); 2. Polvo de  $\text{TiO}_2$  (0,5g); 3. Igual que la curva 1 pero sin UV; 4. Igual que la curva 2 pero sin UV.



Fuente: LI Young, *et al.* The effects of activated carbon supports on the structure and properties of  $\text{TiO}_2$  nanoparticles prepared by a sol-gel method. En: Applied Surface science, vol. 253, (2007), p. 9254-9258.

**4.2.2 Método de preparación hidrotérmal.** En el artículo Fotocatalizador  $\text{TiO}_2$ -carbono activado: Preparación, caracterización y actividades fotocatalíticas se llevaron a cabo tres experimentos para determinar los porcentajes de remoción de RhB cuando, a) Una muestra de RhB se irradió con luz UV en ausencia de catalizador durante 150min (fotólisis), b) la muestra de RhB se dejó en contacto durante 150min con carbón activado en la oscuridad y c) la mezcla del inciso b, se irradió bajo luz UV durante 150min. Los porcentajes de remoción de RhB como se observa en la Fig.11 son 7,9%, 42,9% y 83,4% para los experimentos de fotólisis, adsorción y degradación respectivamente.

**Figura 11.** Eliminación de RhB por Degussa P-25, H-TiO<sub>2</sub>, R-TiO<sub>2</sub>, y por fotólisis.

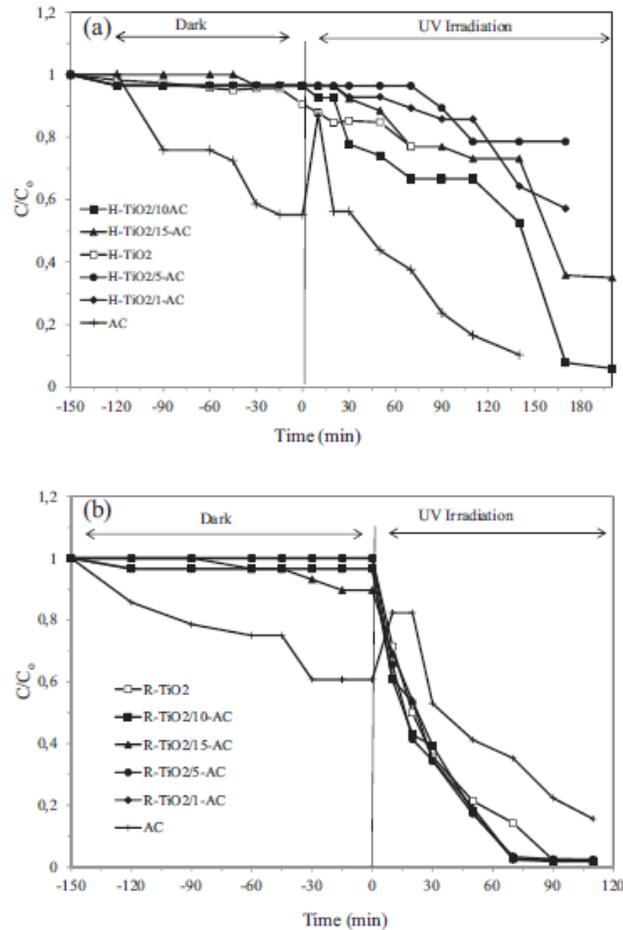


Fuente: ASILTURK Meltem, SENER Sadiye. TiO<sub>2</sub>-activated carbon photocatalysts: Preparation, characterization and photocatalytic activities. En: Chemical engineering Journal, vol.180, (2012), p. 354-363

Los datos de adsorción y degradación de RhB bajo luz UV se muestran en la Fig.12 (a y b). Los catalizadores de la serie H adsorben entre un 3,5% y un 4,5% del RhB inicial hasta alcanzar el equilibrio, mientras que para los catalizadores de la serie R el intervalo de adsorción es de 3,4% a un 10,4%. Los porcentajes de eliminación de RhB al final de 140 min de irradiación UV, varían de 21,5% a 35,7% para los catalizadores de la serie H, excepto para H-TiO<sub>2</sub> / 10-AC, para el cual el porcentaje de eliminación es 92,2%.

Las relaciones de degradación de los catalizadores de la serie H fueron considerablemente más bajas que los de los catalizadores de la serie R (excepto para H-TiO<sub>2</sub> / 10-AC). El método de reflujo demostró ser muy conveniente para la síntesis de los catalizadores a emplear en la degradación de RhB

**Figura 12.** Curvas de degradación fotocatalítica de RhB para fotocatalizadores de la serie (a) H y la serie (b) R.

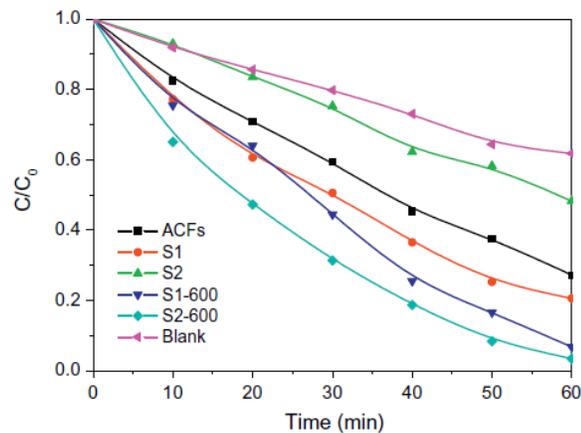


Fuente: ASILTURK Meltem, SENER Sadiye.  $\text{TiO}_2$ -activated carbon photocatalysts: Preparation, characterization and photocatalytic activities. En: Chemical engineering Journal, vol.180, (2012), p. 354-363

En el artículo *Fotocatalizador  $\text{TiO}_2$ / Fibras de carbon activado: Efecto de los procedimientos de recubrimiento sobre la microestructura, la propiedad de adhesión y la capacidad fotocatalítica* se utiliza el azul de metileno bajo radiación UV para describir la actividad fotocatalítica de cada muestra, los resultados se muestran en la Fig.13 en la cual se observa que el azul de metileno se decolora lentamente bajo irradiación UV en ausencia de catalizador debido a fotólisis (blank), La tasa de decoloración de azul de metileno se aceleró aún más cuando se usó S1-600 o S2-600 como catalizador, pero la muestra S2-600 que fue la preparada por el método

hidrotermal y calcinada a 600°C fue la que mostró mayor actividad fotocatalítica, degradó el 99% de la solución de azul de metileno en 60 min.

**Figura 13.** Decoloración fotocatalítica de la solución de azul de metileno usando las muestras de catalizadores bajo radiación UV.



Fuente: SHI Jian-Wen, CUI Hao-Jie. TiO<sub>2</sub>/activated carbon fibers photocatalysts: Effect of coating procedures on the microstructure, adhesion property and photocatalytic ability. En: Journal of colloid and interface science, vol. 388, (2012), p. 201-208

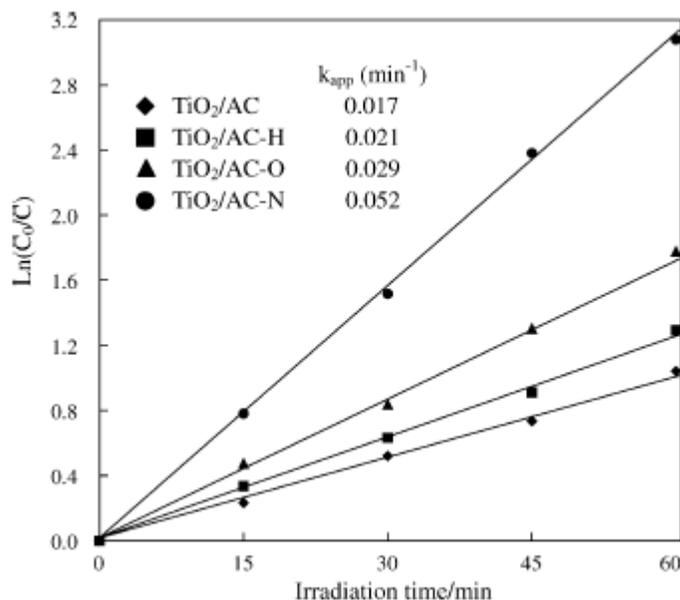
**4.2.3 Método de preparación deposición química de vapor.** En el artículo; Mejora en la concentración de fotocatalizador TiO<sub>2</sub> en la superficie externa del carbon activado por MOCVD la actividad fotocatalítica se evaluó mediante la fotodegradación de naranja de metilo (MO), en la Fig. 14 se muestra el efecto de las modificaciones de los soportes de carbón activado sobre la actividad fotocatalítica, mostrando que el fotocatalizador tratado con HNO<sub>3</sub> (TiO<sub>2</sub>/AC-N) es que presenta mejor actividad fotocatalítica proporcionando un porcentaje de remoción de aproximadamente 98%, la comparación de los diversos sistemas da el siguiente orden decreciente del rendimiento catalítico:



Este orden es aparentemente consistente con el de la concentración superficial externa de TiO<sub>2</sub> que se puede evidenciar en la tabla 2, que indica que al aumentar

las concentraciones de TiO<sub>2</sub> en la superficie externa de los soportes de carbón activado, el rendimiento catalítico también aumenta.

**Figura 14.** Efecto de las modificaciones de los soportes de AC sobre la actividad fotocatalítica de los catalizadores de TiO<sub>2</sub> soportados en AC.



Fuente: ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lecheng. Enhancing the concentration of TiO<sub>2</sub> photocatalyst on the external Surface of cativated carbón by MOCVD. En: Materials Research Bulletin, vol. 40, (2005), p. 1899-1904

**Tabla 2.** Efecto de las modificaciones en las concentraciones de TiO<sub>2</sub> en la superficie de carbón activado.

Sample	TiO <sub>2</sub> /AC	TiO <sub>2</sub> /AC-H	TiO <sub>2</sub> /AC-O	TiO <sub>2</sub> /AC-N
TiO <sub>2</sub> (wt %) <sup>a</sup>	16.2	22.1	31.5	48.6
TiO <sub>2</sub> (wt %) <sup>b</sup>	16.4	24.6	36.7	58.7

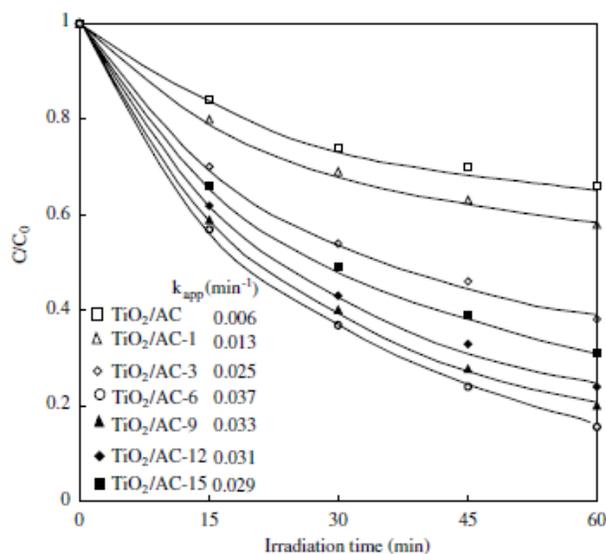
<sup>a</sup> Determined by EDAX.

<sup>b</sup> Determined by XPS.

Fuente: ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lecheng. Enhancing the concentration of TiO<sub>2</sub> photocatalyst on the external Surface of cativated carbón by MOCVD. En: Materials Research Bulletin, vol. 40, (2005), p. 1899-1904

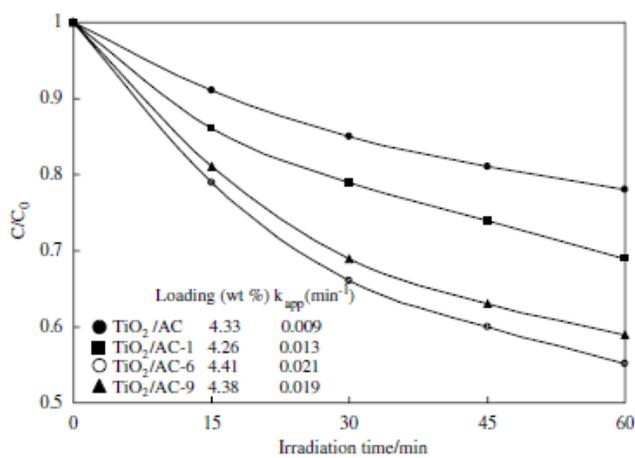
En el artículo Deposición de fotocatalizadores de TiO<sub>2</sub> por MOCVD en carbon activado la eficiencia fotocatalítica de los fotocatalizadores TiO<sub>2</sub>/AC-n se determinó por medio de la remoción del contaminante naranja de metilo. En la Fig.16 se describe el efecto de la concentración de HNO<sub>3</sub> sobre la eficiencia catalítica de TiO<sub>2</sub>/AC-n, el cual conduce a un aumento en ella. En la Fig.17 se observa que la modificación de AC por HNO<sub>3</sub> conduce a un aumento en la eficiencia catalítica de los catalizadores de TiO<sub>2</sub>/AC-n. Cuando la concentración de HNO<sub>3</sub> está en la región de 0 a 6 mol / L, las constantes de velocidad aparentes aumentan al aumentar la concentración de HNO<sub>3</sub>; sin embargo, cuando la concentración de HNO<sub>3</sub> es superior a 6 mol / L, las constantes de velocidad aparentes disminuyen con el aumento de la concentración de HNO<sub>3</sub>. La tendencia cambiante de esto es consistente con la de la carga de TiO<sub>2</sub>.

**Figura 15.** Comparación de la eficiencia del catalizador TiO<sub>2</sub>/AC.n



Fuente: ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lechenng. TiO<sub>2</sub> photocatalyst deposition by MOCVD on activated carbon. En: Carbon, vol. 44. (2006), p.325-333.

**Figura 16.** Efecto de la modificación de AC con HNO<sub>3</sub> en la actividad fotocatalítica de TiO<sub>2</sub>.



Fuente: ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lechenng. TiO<sub>2</sub> photocatalyst deposition by MOCVD on activated carbon. En: Carbon, vol. 44. (2006), p.325-333.

Se pudo observar que los fotocatalizadores de TiO<sub>2</sub>/Carbón activado preparados por los métodos sol-gel, hidrotérmico y deposición química de vapor, mejoran la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub>, ya que las muestras que contenían carbón activado dieron un alto valor de remoción del colorante comparado con el porcentaje de remoción del TiO<sub>2</sub> Degussa P25 o el TiO<sub>2</sub> preparado a través de un precursor.

El método de preparación del fotocatalizador tiene una gran influencia en la actividad fotocatalítica, porque durante la preparación se pueden especificar procedimientos detallados que pueden llegar a ser necesarios para lograr darle al fotocatalizador ciertas propiedades.

El método sol-gel es uno de los métodos más usados que ofrece una metodología para dirigir y controlar la síntesis de materiales con propiedades físicas y químicas específicas en aplicaciones particulares. Entre sus ventajas se destacan, fuente de alta pureza, control composicional y microestructural del material y la mezcla, ruta de síntesis de materiales reproducible y controlable; sin embargo, sus desventajas radican en el alto costo de los alcóxidos, el tiempo de procesamiento prolongado debido al número de etapas y el manejo de productos químicos tóxicos<sup>62</sup>

<sup>62</sup> CARBALLO SUARÉZ, Luis. Introducción a la catálisis heterogénea. Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Ingeniería Química. Bogotá, 2002.p.171-211

Preparar fotocatalizadores compuestos por el método hidrotermal es un proceso sencillo y de bajo costo ya que permite la eliminación de algunos pasos en comparación al método sol-gel y da como resultado fotocatalizadores altamente activos y con ventajas de fácil separación y baja desactivación. Dado que las propiedades físicas del fotocatalizador desempeñan un papel importante en la fotodegradación, este método permite controlar la temperatura y presión de operación, la morfología y la estabilidad térmica de las muestras<sup>63</sup>.

La deposición química de vapor elimina varios pasos como el secado, la calcinación y la reducción, que pueden afectar el rendimiento del fotocatalizador, es un buen método para anclar el TiO<sub>2</sub> en grandes superficies, en un periodo de tiempo corto y puede producir materiales sólidos de alta pureza y calidad. Sin embargo, hay pocos estudios que usan este método para revestir TiO<sub>2</sub> en la superficie de una partícula en el rango de cientos de micrometros, dado que, es más difícil obtener por este método un buen recubrimiento en partículas pequeñas dado que el precursor tiene que dispersarse a través de los espacios entre partículas y difundirse en la estructura de los poros internos.

Cada uno de los métodos de preparación estudiados posee ventajas y desventajas, sin embargo los porcentajes de remoción de colorante reportados para las muestras de fotocatalizador TiO<sub>2</sub>/carbón activado preparado por los distintos métodos son altos y varían poco el uno del otro, es por ello que al momento de seleccionar el mejor método de preparación para el fotocatalizador se debe estudiar el soporte, el contaminante a remover, las variables que se quieran manipular y el diseño del fotorreactor.

---

<sup>63</sup> WEN Jian, *et al.* TiO<sub>2</sub>/activated carbón fibers photocatalyst: Effects of coating procedures on the microstructure, adhesion property and photocatalytic ability. En: Journal of colloid and interface Science. Vol 388, (2012), p.201-208

## 5. CONCLUSIONES

- Los porcentajes de remoción de las mezclas TiO<sub>2</sub>/Carbón Activado en presencia de una fuente de luz están entre el 100% y el 97% para los colorantes empleados en cada artículo de revisión. En el caso del TiO<sub>2</sub> y el carbón activado los porcentajes de remoción en presencia de una fuente de luz están entre el 55% y el 71%, esto muestra que la mezcla de estos dos componentes tiene un efecto de mejora.
- Mezclar TiO<sub>2</sub> con carbón activado favorece los procesos de degradación de los colorantes porque aumenta el área superficial del fotocatalizador y permite que exista una mejor interacción entre el contaminante y el TiO<sub>2</sub> y desplaza la actividad fotocatalítica del semiconductor a la región de luz visible del espectro electromagnético.
- El carbón activado tiene una destacada actividad eléctrica, óptica, térmica y química y por lo tanto este material mejora el rendimiento fotocatalítico del semiconductor TiO<sub>2</sub>.
- La proporción de TiO<sub>2</sub> y Carbón activado que conforman el fotocatalizador es un tema que debe ser estudiado con mucho cuidado y que varía según cada caso de preparación. Un exceso de TiO<sub>2</sub> cubriría los poros del carbón activado y un exceso de carbón activado no lograría actividad fotocatalítica.

## 6. RECOMENDACIONES

- Determinar cuáles son las variables de mayor importancia para tener en cuenta al momento de preparar un fotocatalizador de  $\text{TiO}_2$ /Carbón activado.
- Estudiar cual es la mejor relación de  $\text{TiO}_2$  y Carbón activado que debe contener el fotocatalizador para evitar excesos que puedan afectar la actividad fotocatalítica.
- Evaluar el efecto de los métodos de preparación de las mezclas  $\text{TiO}_2$ /Carbón activado en la remoción de un mismo colorante.
- Repetir las degradaciones con las muestras  $\text{TiO}_2$ /Carbón Activado y estimar el ciclo de vida de cada muestra.
- Comparar la actividad fotocatalítica de dos mezclas con materiales carbonosos, como por ejemplo  $\text{TiO}_2$ /Carbón Activado y  $\text{TiO}_2$ /Grafeno.

## BIBLIOGRAFÍA

ASILTURK Meltem, SENER Sadiye. TiO<sub>2</sub>-activated carbon photocatalysts: Preparation, characterization and photocatalytic activities. En: Chemical engineering Journal, vol.180, (2012), p. 354-363.

BAMBA D., *et al*, Synthesis and characterization of TiO<sub>2</sub>/Cnanomaterials: applications in water treatment. En: Physica status solid, vol. 252,(Oct 2015), p. 2503-2511.

BANDALA E.R.,ESTRADA C, Comparison of solar collection geometries for application to photocatalytic degradation of organic contaminants. En: Journal of solar energy engineering, 2007, vol. 129, no 1., p. 22-26.

BAOLIN Xing, *et al*. Preparation of TiO<sub>2</sub>/Activated Carbon composites for photocatalytic degradation of RhB under UV light irradiation. En: Journal Nanomaterials, 2016.

BENITO Carlos, *et al*. Manual del carbón activo. Universidad de Sevilla, 2000, p. 1-89.

CARP, O. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. En: Progress in Solid State Chemistry, vol.32, (2004), p. 33–177.

CASTAÑEDA JIMENEZ, Amparo Carolina. Procesos de oxidación avanzada aplicados en el tratamiento de aguas de la industria del petróleo. Proyecto de grado para optar por el título de Especialista en Recursos Hidráulicos y Medio Ambiente. Bogotá D.C. Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito,2014. p 14.

CARBALLO SUARÉZ, Luis. Introducción a la catálisis heterogénea. Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Ingeniería Química. Bogotá, 2002.p.171-211

CATALDO, Salvatore, *et al*. Combination of advanced processes and active carbons adsorption for the treatment of simulated saline wastewater. En: Separation and purification technology., vol.171,p.101-111.

CHEN X, MAO S. S. Titanium dioxide nanomaterials: synthesis, properties, modifications, and applications. En: Chemical Reviews, vol.107, no 7, p. 2891-2959.

DIAZ David, PERDOMO Karen. Evaluación de la actividad fotocatalítica del TiO<sub>2</sub> soportado en carbón activado para la degradación de azul de metileno. Fundación Universidad de América.2018

DIJKSTRA M.F.J, *et al*, Comparison of the efficiency of immobilized and suspended systems in photocatalytic degradation. En: *Catalysis Today*, vol. 66, (2001), p. 487-494.

DOMENECH Xavier, JARDIM Wilson, L. Marta, *et al*. Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. En: *Eliminación de Contaminantes por Fotocatálisis Heterogénea*. 2001, p.3-2.

ETACHERI, Vinodkumar, *et al*. Visible-light activation of TiO<sub>2</sub> photocatalysts: Advances in theory and experiments. En *Journal of photochemistry and photobiology: photochemistry reviews*. 2015.vol, 25, p. 1-29

FORERO, Jorge E.; ORTIZ, Olga p.; RIOS Fabian. Aplicación de procesos de oxidación avanzada como tratamiento de fenol en aguas residuales industriales de refinería. En: *CT&F Ciencia, Tecnología y Futuro*. vol. 3 no. 10,2005. p.99.  
FUJISHIMA, A., HONDA K. Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. En: *Nature*, vol.238, (July 1972), p.37-38

GAO, H., *et al*. Interfacial Charge Transfer and Enhanced Photocatalytic Mechanisms for the Hybrid Graphene/Anatase TiO<sub>2</sub>(001) Nanocomposites. En: *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 117, (2013), p.16022–16027.

GARCÉS Luis, *et al*. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales, En: *Revista Lasallista de investigación*. vol 1. no. 1, 2004. p.83-92.

GIL PAVAS, Edison. Fotocatálisis: Una alternativa viable para la eliminación de compuestos orgánicos. En: *Revista Universidad de EAFIT*. Medellín. no.127 (jul-sep 2002); p. 59-64.

HERRMANN, J.M. destrucción de contaminantes orgánicos por fotocatalisis heterogénea. En: *Solar Safe Water*. p.156}

IBHADONO OMO Alex y FOTZPATRICK Paul, Heterogeneous photocatalysis: Recent Advances and Applications. En: *Catalysts*, 2013; 189-218.

IBRAHIM Umar, ABDULLAH HALIM Abdul, Heterogeneous photocatalytic degradation of organic contaminants over titanium dioxide: A review of fundamentals, progress, and problems. En: *Journal of photochemistry and photobiology* 2008; 1-12.

INAGAKI, M. Carbon-coated anatase: the role of the carbon layer for photocatalytic performance. En: *Carbon*, vol.43, (2005), p. 1652–1659.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Compendio de normas para trabajos escritos. NTC-1486-6166. Bogotá D.C. El instituto, 2018 ISBN 9789588585673 153 p.

JANJIRA Sivapatarnkuna, KHANITTA Hathaisamitb, SAYAN Pudwata. High photocatalytic activity of F-TiO<sub>2</sub> on activated carbon, En: Materials today, 2016; 125-126.

KHALID N.R *et al.*, Carbonaceous-TiO<sub>2</sub> nanomaterials for photocatalytic degradation of pollutants: A review. En: Ceramics International, 2017

LI Min *et al.* Synergetic effect between adsorption and photodegradation on nanostructured TiO<sub>2</sub>/activated carbon fiber felt porous composites for toluene removal. En: Journal of hazardous materials 2017; 88-98.

LEDERHOS Cecilia, FIGOLI Nora, L ´ARGENTIÉRE Pabla C. Carbón como soporte de un catalizador selectivo en la hidrogenación de 1-heptino. En: INCAPE, Instituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica. Santiago del Estero, 2007, p 1-7.

LEARY Rowan, WESTWOOD Aidan. Carbonaceous nanomaterials for the enhancement of TiO<sub>2</sub> photocatalysis. En: CARBON, vol. 49, (2011), p. 741-772.

LI PUMA Gianluca, *et al*, Preparation of titanium dioxide photocatalyst loaded onto activated carbon support using chemical vapor deposition: A review paper. En: Journal of Hazardous Materials, vol.157, (2008), p. 209-219

LI Young, *et al.* Photocatalytic degradation of methyl orange by TiO<sub>2</sub>-coated activated carbon and kinetic study. En: Water Research, vol.40, no.6, (2006), p.1119–1126.

LI Young, *et al.* The effects of activated carbon supports on the structure and properties of TiO<sub>2</sub> nanoparticles prepared by a sol-gel method. En: Applied Surface science, vol. 253, (2007), p. 9254-9258.

LIU, S. X., CHEN, X.Y. y CHEN, X. A TiO<sub>2</sub>/AC composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method. En: Journal of Hazardous Materials, vol 143, no.1, 2007, p. 257-263.

MAGDALENA LÁZARO Vicente, *et al*, Procesos de obtención de nanomateriales, En: Nanotecnología aplicada a la cerámica, no. 1., p, 28-34.

MARTINS, A. C., *et al.* Sol-gel synthesis of new TiO<sub>2</sub> /activated carbon photocatalyst and its application for degradation of tetracycline. En: Ceramics International, vol. 43, no. 5, (2017), p. 4411–4418.

MARTINEZ María Cristina, *et al.* Preparación y caracterización de carbón activo a partir de lignina para su aplicación en procesos de descontaminación de aguas. Universidad Autónoma de Madrid, 2012, p. 7.

MURIILLO Herman. Obtención de un composito de dióxido de titanio y carbon activado aplicado a la oxidación fotocatalítica del ión cianuro. Escuela Politécnica Nacional. Facultad de Ingeniería Química y Agroindustrial. 2015. p. 45

OUZZINE, M, *et al.* Spherical activated carbon as an enhanced support for TiO<sub>2</sub>/AC photocatalysts. En : Carbon, vol. 67,2013, p. 104

PARK, H., *et al.* Photoinduced charge transfer processes in solar photocatalysis based on modified TiO<sub>2</sub>. En: Energy & Environmental Science, vol. 9 no.2, (2016), p.411–433.

PEÑA Lizeth. Evaluación del efecto del tamaño de grano de la ilmenita sobre la actividad fotocatalítica en mezclas de ilmenita/carbón activado sobre la remoción de azul de metileno. Fundación Universidad de América. 2019

PERERA, S. D. Hydrothermal Synthesis of Graphene-TiO<sub>2</sub> Nanotube Composites with Enhanced Photocatalytic Activity. En: ACS Catalysis, vol.2, (2006), p. 949–956.

POZZO Roberto, BALTANÁS Miguel y CASSANO Alberto, Supported Titanium Oxide as Photocatalyst in water decontamination: State of the art. En: Catalysis Today, vol. 39, (Nov 1997), p. 219-233

RODRIGUEZ Alicia, RAMOS Luis, heterogeneous catalysis: preparation of solid catalysts (part i). Facultad de Química, Universidad de Camaguey, Cuba, vol. 31, no.2, (may 2011).

RODRIGUEZ Francisco, The role carbon materials in heterogeneous catalysis, Universidad de Alicante

SHAN, A. Y., GHAZI, T. I. M. y RASHID, S. A. (2010). Immobilisation of titanium dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A review, En: Applied Catalysis A: General, 389(1),p 1-8

S.X. Liu, X.Y. Chen. X. Chen, A TiO<sub>2</sub>/AC composite photocatalyst with high activity and easy separation prepared by a hydrothermal method, Journal of Hazardous Materials 143 (2007) 257-263

SHI Jian-Wen, CUI Hao-Jie. TiO<sub>2</sub>/activated carbón fibers photocatalysts: Effect of coating procedures on the microstructure, adhesion property and photocatalytic ability . En: Journal of colloid and interface science, vol. 388, (2012), p. 201-208

SLIMEN Houda, HOUAS Ammar, NOGIER Jean Philippe. Elaboration of stable anatase TiO<sub>2</sub> through activated carbon addition with high photocatalytic activity under visible light. En: Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry, vol. 221, (2011), p. 13-21

VELASCO Leticia, ANIA Conchi. Materiales de carbono en fotocatalisis. Instituto Nacional del Carbón. España. 2011, p. 2-6

WEN Jian, *et al.* TiO<sub>2</sub>/activated carbon fibers photocatalyst: Effects of coating procedures on the microstructure, adhesion property and photocatalytic ability. En: Journal of colloid and interface Science. Vol 388, (2012), p.201-208

YING SHAN Ang, MOHD GHAZI Tinia Idaty y ABDUL RASHID Suraya, Immobilisation of Titanium Dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A Review. En: Applied Catalysis A: General, vol. 389, (Dic 2010), p.1-8

YUAN, R., GUAN, R., y ZHENG, J. Effect of the pore size of TiO<sub>2</sub>-loaded activated carbon fiber on its photocatalytic activity. En: Scripta Materialia, vol.521, (2005), p. 1329–1334.

ZHANG Xingwang, LEI Lecheng. Effect of preparation methods on the structure and catalytic performance of TiO<sub>2</sub> / AC photocatalysts. En: Journal of Hazardous Materials, vol. 153, (2008), p.825-833.

ZHAN, X *et al.* Synthesis of TiO<sub>2</sub> supported on activated carbon by MOCVD: operation parameters study. En: Journal of Zhejiang University-Science A. vol.5, no.12, (2004), p. 1548–1553.

ZHANG Xingwang, ZHOU Minghua y LEI Lecheng. Enhancing the concentration of TiO<sub>2</sub> photocatalyst on the external Surface of activated carbon by MOCVD. En: Materials Research Bulletin, vol. 40, (2005), p. 1899-1904.

<sup>1</sup> ZHOU Wuyi, ZHANG Peng y LIU Weian. Anatase TiO<sub>2</sub> Nanospindle/Activated carbon (AC) composite photocatalysis with enhanced activity in removal of organic contaminant. En: International Journal of Photoenergy, 2012, p 1-7.

