

UNIVERSIDAD NACIONAL JORGE BASADRE GROHMANN

Facultad de Ciencias

Escuela Profesional de Física Aplicada

**EVALUACIÓN DE COMPUESTOS DE $\text{BiFeO}_3 - \text{ZnO}$ EN LA
FOTOCATÁLISIS DE RODAMINA B**

TESIS

Presentada por:

Bach. Moises Fernando Cancho Ochoa

Para Optar por el Título Profesional de:

LICENCIADO EN FÍSICA

TACNA – PERÚ

2024



Acta de Sustentación de Tesis N° 430

En la Ciudad de Tacna, en el auditorium de la Facultad de Ciencias de la Universidad "Jorge Basadre Grohmann", siendo las 11:30h del día 12 de diciembre del 2024, estando presente el jurado calificador nombrado por Resolución de Facultad N° 11144-2024-FACI-UN/JBG conformado por los siguientes docentes:

Dr. Rafael Nery Linares Abanto PRESIDENTE

Dr. Eduardo Rodríguez Delgado SECRETARIO

Dr. Efrasio Mamani Flores VOCAL

Acto seguido, se dió lectura a la resolución correspondiente y a los artículos del reglamento de grado y título, para llevar a cabo la presente sustentación. A continuación el señor presidente del jurado calificador hizo el señalamiento Moisés Fernando Caucha Ochoa e expone el trabajo de tesis, titulado "Evaluación de compuestos de $\text{BiFeO}_3\text{-ZnO}$ en la fotocatalisis de Rodamina B" para optar el título profesional de Licenciado en Física Aplicada.

Siendo las 12:36h, el trabajo concluye con su exposición, luego se procede a la formulación de las preguntas por parte del jurado calificador, terminando este proceso a las 13:15h luego se invita a que los miembros del jurado emitan su calificación de acuerdo a reglamento: El promedio de la calificación dio el siguiente resultado; Aprobado por unanimidad con el calificativo de 17, de acuerdo al reglamento de grado y título de la Facultad de Ciencias. Siendo las 13:19h se dió por concluido el acto de sustentación del trabajo de Tesis, firmando los señores miembros del jurado calificador su señal de conformidad.

Dr. Rafael Nery Linares Abanto
PRESIDENTE

Dr. Eduardo Rodríguez Delgado
SECRETARIO

Dr. Efrasio Mamani Flores
VOCAL



Fé de erratas del octo de restitución de tesis
N° 430.

Dice: "para optar el título profesional de Licenciado
en Física Aplicada"

Debe decir: "para optar el título profesional de Licen-
ciado en Física"

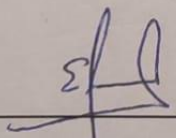
Dr. Eduardo Rodríguez Delgado
Secretario

CERTIFICADO DE SIMILITUD

Yo, Dr. Efracio Mamani Flores, en mi condición de asesor acreditado por la Resolución de Facultad N° 10686-2023-FACI-UN/JBG de la tesis titulado: "Evaluación de compuestos de $\text{BiFeO}_3 - \text{ZnO}$ en la fotocatalisis de Rodamina B", presentado por el Bachiller Moises Fernando Cancho Ochoa para optar por el título de Licenciado en Física. Habiendo cumplido con lo establecido en el reglamento de originalidad y de similitud de trabajos de investigación y producción intelectual, considerando que, según la revisión, evaluación y análisis realizado a través del software de similitud textual Turnitin, cuenta con el nivel de similitud permitido cuyo porcentaje es de 3%. Por lo que CERTIFICO LA SIMILITUD de la tesis, de acuerdo al nivel PERMITIDO, para continuar con los trámites correspondientes y para su publicación en el repositorio institucional.

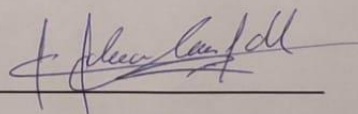
Se emite el presente certificado con fines de continuar con los trámites respectivos para la obtención del Título Profesional de Licenciado en Física.

Tacna, 20 de diciembre del 2024



Dr. Efracio Mamani Flores

ASESOR



Bach. Moises Cancho Ochoa

TESISTA

AGRADECIMIENTOS

A mi asesor, Dr. Efracio Mamani Flores, por ser guía durante todo este tiempo, brindar sus conocimientos y su constante disposición para conmigo y con el desarrollo de esta tesis.

A mi co – asesor Dr. Jesus Chacaltana García, por ser guía, incluso, en las épocas en que esta tesis no existía y por su aporte en el aspecto metodológico.

A los miembros del Proyecto Ferroeléctrico de la UNJBG del Dr. Jose Antonio Tiburcio Moreno, en especial al Dr. Elisban Sacari, por su apoyo constante, su comprensión, su tiempo y su paciencia.

A los miembros del Proyecto Desarrollo de Nuevos Materiales Termoelectricos para Conversión De Energía: Un Enfoque Teórico y Experimental del Dr. Efracio Mamani Flores.

DEDICATORIA

A mi mamá por todo su amor y constante apoyo durante mi vida, por estar siempre presente para mí y educarme de la mejor manera, por brindarme las facilidades que requería todo el tiempo sin dudarle y por ser guía en mi vida desde mi niñez hasta la actualidad.

A mi hermana Aileen por ayudarme durante los procesos complicados y mantener la energía, la felicidad y el brillo que necesitaba en muchas ocasiones.

A mamá Yolanda por todo su cariño, consideración y apoyo en todos mis proyectos personales y, sobretodo, con este trabajo de investigación.

A mi tío Anibal y papá Moises, cuyas luces siempre iluminarán mi camino, sus consejos me ayudaron en mis tomas de decisiones, su amor me acompaña y sus recuerdos me motivan a continuar cada paso dado.

A mi papá John por su apoyo incondicional, por demostrarme su cariño a través de sus acciones y su acompañamiento en los momentos más importantes, por darme el lugar de hijo y enseñarme que siempre podré contar con su presencia en cada etapa de mi vida, siendo una de las personas que siempre apoyó y deseó mi crecimiento.

A mamá Fresia por el apoyo constante durante mis estudios, por las palabras brindadas y por el cariño que demuestra en todas las ocasiones.

A mi padre Walter por el apoyo en este trabajo y las palabras brindadas para mejorar.

Y a mi prometida Yoseline Rodriguez, quien fue y continúa siendo mi mejor amiga y mi fuente de inspiración durante todos estos años, depositando su confianza en mí y creyendo firmemente en mis ideales. Que con su amor y dedicación pude dar este gran paso profesional y hacer realidad uno de nuestros sueños propuestos, siendo su presencia mi más grande tesoro, mi felicidad y la mejor decisión en mi vida.

ÍNDICE

DEDICATORIA.....	6
ÍNDICE	7
ÍNDICE DE FIGURAS.....	11
ÍNDICE DE TABLAS.....	14
GLOSARIO DE ABREVIATURAS	15
RESUMEN.....	16
ABSTRACT	17
PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	18
Antecedentes del Problema.....	18
Planteamiento del Problema	19
Pregunta General.....	20
Preguntas Específicas.....	20
Justificación de la Investigación	20
Objetivos de la Investigación.....	21
Objetivo General.....	21
Objetivos Específicos.....	21
Formulación de la Hipótesis	21
Hipótesis General.....	21
Variables	22
Variable Independiente	22

Variable Dependiente.....	22
Operacionalización de las Variables	22
Delimitación de la Investigación	22
FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA.....	24
Antecedentes	24
Base Teórica.....	26
Fotocatálisis	26
Especies de Oxígeno Reactivas	28
Aplicaciones de la Fotocatálisis.....	29
Ferrita de Bismuto.....	31
Óxido de Zinc	32
Colorantes	33
Espectroscopía UV-Vis.....	34
Espectroscopía FTIR.....	34
Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....	37
Análisis Termogravimétrico (TGA)	37
Microscopía Electrónica de Barrido	39
Difracción de Rayos X.....	41
METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	45
Clasificación de la Investigación	45
Ubicación de la Investigación.....	45

Periodo de la Investigación.....	45
Metodología Experimental.....	46
Síntesis de los Compuestos.....	46
Obtención de Muestras	49
Caracterización de las Muestras.....	50
Procedimiento Experimental.....	51
Procesamiento de Resultados.....	52
RESULTADOS Y DISCUSIONES	55
Propiedades Estructurales - Morfológicos	55
Difracción de Rayos X.....	55
Microscopía Electrónica de Barrido	59
Absorbancia y Propiedades Electrónicas	61
Espectroscopía UV – Vis	61
Espectroscopía FTIR.....	63
Propiedades Térmicas	64
Análisis Térmicos	64
Estabilidad Térmica de los Compuestos	65
Aplicación en Fotocatálisis de Rodamina B	66
Procedimiento Experimental de Fotodegradación	66
Muestra M1	66
Muestra M2.....	68

Muestra M3	69
Muestra M4	71
Muestra M5	72
Factores que Influyen en la Actividad Fotocatalítica	74
Comparación con Otros Fotocatalizadores Reportados	74
Posibles Mecanismos de Degradación de Compuestos	75
CONCLUSIONES.....	76
BIBLIOGRAFÍA.....	77
ANEXOS.....	88

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1: Mecanismo de Fotocatálisis	26
Fig. 2: Estructura de la Ferrita de Bismuto (BiFeO_3)	31
Fig. 3: Estructura de Óxido de Zinc (ZnO).....	32
Fig. 4: Espectro UV–Vis de Diferentes Concentraciones de <i>Rose Bengal</i>	35
Fig. 5: Esquema Básico de un Espectrómetro FTIR.....	36
Fig. 6: Patrón de Análisis DSC	38
Fig. 7: Interacción del Haz de Electrones con la Muestra	40
Fig. 8: Difracción de Rayos X en un Cristal	42
Fig. 9: Patrón de Difracción del Silicio	43
Fig. 10: Ruta de Síntesis de BiFeO_3	47
Fig. 11: Ruta de Síntesis de ZnO	48
Fig. 12: Esquema de Caracterización de las Muestras.....	51
Fig. 13: Esquema del Sistema de Fotocatálisis	52
Fig. 14: Difracción de Rayos X de los Compuestos de BiFeO_3 y ZnO	58
Fig. 15: Microscopía Electrónica de Barrido de los Compuestos de BiFeO_3 y ZnO	59
Fig. 16: Absorción UV – Vis de los Compuestos de BiFeO_3 y Óxido de Zinc	61
Fig. 17: Absorción UV – Vis y Gráfico Tauc de los Compuestos de BiFeO_3 y ZnO	62
Fig. 18: Espectroscopía FTIR de los Compuestos de BiFeO_3 y ZnO ($1200\text{--}400\text{ cm}^{-1}$)	63
Fig. 19: Espectroscopía FTIR de los Compuestos de BiFeO_3 y ZnO ($4000\text{--}12000\text{ cm}^{-1}$)	64

Fig. 20: Análisis Térmicos de los Compuestos de BiFeO ₃ y ZnO.....	65
Fig. 21: Curvas de Absorción de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M1.....	67
Fig. 22: Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M1.....	67
Fig. 23: Curvas de Absorción de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M2.....	68
Fig. 24: Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M2.....	69
Fig. 25: Curvas de Absorción de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M3.....	70
Fig. 26: Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M3.....	70
Fig. 27: Curvas de Absorción de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M4.....	71
Fig. 28: Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M4.....	72
Fig. 29: Curvas de Absorción de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M5.....	73
Fig. 30: Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M5.....	73
A – 1: Pesado del Nitrato de Hierro.....	88
A – 2: Disolución del Nitrato de Hierro y del Nitrato de Bismuto.....	88
A – 3: Calcinado del Gel Precursor de la Ferrita de bismuto.....	89
A – 4: Etapa Previa al Lavado de la Ferrita de Bismuto con Ácido Acético.....	89
A – 5: Preparación de la Solución de Ácido Acético para el Lavado.....	90

A – 6: Configuración de Materiales y Compuestos para el Lavado	90
A – 7: Lavado de la Ferrita de Bismuto	91
A – 8: Secado de la Ferrita de Bismuto Después del Lavado	91
A – 9: Extracción de la Ferrita de Bismuto.....	92
A – 10: Preparación de la Solución de Hidróxido de Potasio.....	92
A – 11: Adición de la Solución de Acetato de Zinc a la Solución de KOH	93
A – 12: Secado del Óxido de Zinc	93
A – 13: Triturado del Óxido de Zinc	94
A – 14: Composición de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc	94
A – 15: Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc	95
A – 16: Pesado del Colorante Rodamina B	95
A – 17: Preparación de la Solución de Rodamina B.....	96
A – 18: Solución de Rodamina B con Concentración 5mg/L.....	96
A – 19: Proceso de Fotocatálisis	97
A – 20 Extracción de la Solución de Contaminante – Fotocatalizador	97
A – 21: Diferentes Muestras de la Solución de Contaminante – Fotocatalizador	98

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1: Colores Absorbidos y Observados según la Longitud de Onda	33
Tabla 2: Parámetros Estructurales de las Muestras Matrices M1 y M5	57

GLOSARIO DE ABREVIATURAS

Å:	Ángstrom
a, b, c:	Parámetros de la Red Cristalina
BiFeO ₃ :	Ferrita de Bismuto
CB:	Conduction Band (Banda de Conducción)
eV:	Electronvoltio
FTIR:	Fourier Transform Infrared (Transformada Inversa de Fourier Infrarroja)
h:	Constante de Planck ($6,626 \times 10^{-34}$ J.s)
M1:	Muestra 1 (100% de Ferrita de Bismuto).
M2:	Muestra 2 (75% de Ferrita de Bismuto y 25% de Óxido de Zinc).
M3:	Muestra 3 (50% de Ferrita de Bismuto y 50% de Óxido de Zinc).
M4:	Muestra 4 (75% de Ferrita de Bismuto y 25% de Óxido de Zinc).
M5:	Muestra 5 (25% de Ferrita de Bismuto y 75% de Óxido de Zinc).
MCD:	Modelo Cinético de Degradación de Pseudo – Primer Orden.
nm:	Nanómetros
PMDS:	Polidimetilsiloxano
TiO ₂ :	Dióxido de Titanio
UV – Vis:	Ultravioleta – Visible
VB:	Valence Band (Banda de Valencia)
ZnO:	Óxido de Zinc

RESUMEN

En esta tesis, se estudió la absorbancia, así como también propiedades morfológicas y estructurales de compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc mediante técnicas de espectroscopía UV-Vis, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X. Se determinaron los anchos de banda de los compuestos, los cuales se encuentran en el rango de 2,023 eV a 3,132 eV, correspondiente al espectro UV cercano, lo que sugiere su potencial para la fotocatalisis bajo irradiación solar. Se evaluó la actividad fotocatalítica de cada compuesto, siendo el óxido de zinc (M5) el más eficiente, con una tasa de $0,0227 \text{ min}^{-1}$, mientras que los demás compuestos exhibían una menor actividad fotocatalítica. Se concluye que el óxido de zinc es el compuesto más eficiente para la fotocatalisis en comparación con la ferrita de bismuto y los compuestos obtenidos a partir de su combinación.

ABSTRACT

In this thesis, the absorbance, as well as the morphological and structural properties of bismuth ferrite and zinc oxide compounds, were studied using UV-Vis spectroscopy, scanning electron microscopy, and X-ray diffraction techniques. The band gaps of the compounds were determined, ranging from 2.023 eV to 3.132 eV, corresponding to the near-UV spectrum, which suggests their potential for photocatalysis under solar irradiation. The photocatalytic degradation efficiency was evaluated, with zinc oxide (M5) being the most efficient, exhibiting a rate of 0.0227 min^{-1} , while the other compounds showed lower efficiencies. It is concluded that zinc oxide is the most efficient compound for photocatalysis compared to bismuth ferrite and the compounds obtained from their combination.

CAPÍTULO I

PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

Antecedentes del Problema

La industria textil es uno de los mayores contribuyentes a la economía mundial, generando alrededor de 1 billón de dólares, representa un 7% de las exportaciones a nivel mundial y da empleo a 35 millones de personas (Desore y Sapna, 2017). Sin embargo, mientras los beneficios económicos son elevados, también lo es el impacto medioambiental mediante las diversas fuentes de contaminación en las que se ve involucrada. Dentro de estas fuentes de contaminación encontramos: la contaminación por quema de carbón, el exceso de consumo de energía eléctrica, el abundante uso de agua, la producción de toneladas de microfibras liberadas al mar, el desecho de colorantes sobrantes entre otros. (NRDC, s.f.; News European Parliament, 2022)

Los colorantes son utilizados en diversas industrias. En la industria textil, se utilizan para dar color a las prendas. Se reportó que un 12% de los colorantes usados en la industria se pierden durante los procesos asociados y que un 20% de los colorantes producidos a nivel mundial son descargados sin previo tratamiento (Narayan et al., 2018). Estos colorantes representan otra fuente de contaminación, por lo tanto, retirarlos del ecosistema o tratarlos antes de su descarte son un problema que se debe afrontar.

Todos los colorantes contaminantes poseen unos niveles altos de toxicidad, son carcinogénicos y con propiedades mutagénicas (Afkhami y Moosavi, 2010). También

provocan otros problemas derivados, por ejemplo, se reportó que los colorantes vertidos en el océano impiden el paso de la luz, provocando una disminución de la actividad fotosintética de las plantas submarinas (Hassan y Carr, 2018). También se demostró que la presencia de estos compuestos en las cadenas de alimentación produce una biomagnificación, la cual se define como la acumulación de compuestos químicos para los especímenes que se encuentran por encima de la cadena trófica (Sandhya, 2010; Fath, 2019).

En la actualidad, existen diversos métodos para la degradación de colorantes. Existen métodos biológicos, que involucran la acción de microorganismos y enzimas bajo condiciones anaeróbicas y aeróbicas (Gao et al., 2018); métodos químicos, mediante la ozonización, la cavitación y la fotocatalisis (Donkadokula et al., 2020); y métodos físicos, mediante la adsorción, intercambio iónico y la filtración (Al-Sakkaf y Nasreen, 2020).

La fotocatalisis es un proceso por el cual se produce el fenómeno de catálisis a través de la acción de un fotocatalizador que interactúa con la luz, generalmente, UV o luz visible. Este método es utilizado para la degradación de compuestos, tales como pesticidas, compuestos farmacéuticos, aceite y textiles (Koe et al., 2019). Este proceso es llamativo por ser de bajo costo y alta eficiencia, produciendo una menor cantidad de sustancias contaminantes (Kumar et al., 2014). La aplicación de fotocatalisis usando compuestos de ferrita de bismuto (BiFeO_3) y óxido de zinc (ZnO) en la degradación del colorante rodamina B es el objeto de estudio de la presente tesis.

Planteamiento del Problema

La contaminación es un problema de actualidad que representa un gran reto para los investigadores, siendo el agua uno de los recursos más afectados. Las aguas desechadas por las industrias, fábricas, laboratorios, entre otros, representan un problema serio para el medio ambiente. Estas contienen colorantes tóxicos para los microorganismos, la vida acuática y los

seres humanos (Borker y Salker, 2006). La fotocatalisis es un procedimiento realizado por materiales semiconductores y es comúnmente utilizado para la degradación de materiales contaminantes. En esta investigación, se utilizará un compuesto de ferrita de bismuto y óxido de zinc en diferentes concentraciones, lo cual permitirá conocer su desempeño en la degradación del colorante rodamina B.

Pregunta General

¿Qué proporción de ferrita de bismuto y óxido de zinc poseerá la mayor eficiencia de degradación fotocatalítica del colorante rodamina B?

Preguntas Específicas

- ¿Es posible sintetizar compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc ($\text{BiFeO}_3 - \text{ZnO}$) en distintas concentraciones?
- ¿Qué características estructurales, vibracionales y calorimétricas poseerán los compuestos de $\text{BiFeO}_3 - \text{ZnO}$?
- ¿Qué eficiencia poseerán los compuestos de ferrita de bismuto (BiFeO_3) y óxido de zinc (ZnO) en la degradación fotocatalítica del colorante rodamina B?

Justificación de la Investigación

Los colorantes son utilizados en diferentes industrias, tales como la industria del papel y de los plásticos, del cuero, farmacéutica, alimentos, cosméticos, textil, entre otros con la finalidad de colorear sus productos, por lo que, se produce una gran cantidad de agua con contenido de colorantes (Afkhami y Moosavi, 2010), produciendo un impacto negativo en el medio ambiente y representando un problema para la salud (Ismail et al., 2019).

Degradar estos componentes supone una problemática que se debe afrontar para la seguridad y preservación del ecosistema. En la presente investigación, se explora la capacidad

que poseen compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc en la fotocatalisis del colorante rodamina B, para su aplicación en la región de Tacna – Perú.

Objetivos de la Investigación

Objetivo General

Determinar la proporción de ferrita de bismuto y óxido de zinc con mayor eficiencia en la fotocatalisis de rodamina B.

Objetivos Específicos

- Sintetizar compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc ($\text{BiFeO}_3 - \text{ZnO}$) en distintas concentraciones.
- Caracterizar los compuestos obtenidos mediante las técnicas de Difracción de rayos X, Espectrometría UV-Vis, Microscopía Electrónica de Barrido, Análisis Térmicos y Espectroscopía FTIR.
- Evaluar la eficiencia de degradación fotocatalítica de cada uno de los compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc ($\text{BiFeO}_3 - \text{ZnO}$) aplicados al colorante rodamina B.

Formulación de la Hipótesis

Hipótesis General

Wang (2011) y Haibo (2014) estimaron la actividad fotocatalítica de la ferrita de bismuto y el óxido de zinc en soluciones de rodamina B, obteniendo $k = 0,0025\text{min}^{-1}$ y $k = 0,0261\text{min}^{-1}$, respectivamente. Estos resultados sugieren que el óxido de zinc posee mayor capacidad de fotodegradación que la ferrita de bismuto. (Wang et al., 2011; Haibo et al., 2013)

Por consiguiente, estos estudios nos permiten formular la siguiente hipótesis general:

La actividad fotocatalítica (k) en la descomposición de la rodamina B, por las muestras de material compuesto en diversas concentraciones de ferrita de bismuto (BiFeO_3) y óxido de

zinc (ZnO) depende de la concentración que posea cada una de ellas en las muestras; siendo que la muestra compuesta exclusivamente por óxido de zinc (ZnO) será quien posea una mayor actividad fotocatalítica.

Variables

Variable Independiente

- Porcentaje compuesto de BiFeO₃ y ZnO.

Variable Dependiente

- Actividad fotocatalítica.

Operacionalización de las Variables

Tipo de Variable	Variable	Definición	Indicadores	Índices
Independiente	Porcentaje compuesto de BiFeO ₃ y ZnO.	Porcentaje de las moléculas de BiFeO ₃ y ZnO de la muestra.	Porcentual	x% (BiFeO ₃) (100 - x)% (ZnO)
Dependiente	Parámetro de red	Distancias correspondientes a la celda unitaria, las cuáles la definen geoméricamente.	Difracción de rayos - X	Å
	Tamaño de partícula	Tamaño de los cúmulos de nanopartículas.	Microscopía electrónica de barrido.	Nm
	Ancho de banda	Diferencia energética entre la banda de valencia y la banda de conducción.	Espectroscopía UV - Vis	eV
	Actividad fotocatalítica.	Es la proporción de concentración que se reduce por cada unidad de tiempo.	Absorbancia de la muestra.	min ⁻¹

Delimitación de la Investigación

Se trabajó con cinco muestras de compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc, en las siguientes proporciones: 100% - 0% (M1), 75% - 25% (M2), 50% - 50% (M3), 25% - 75% (M4) y 0% - 100% (M5), respectivamente.

Si bien es cierto lo ideal es trabajar con una mayor cantidad de muestras que abarquen mayores combinaciones de proporciones o concentraciones; sin embargo, debido a que este es un estudio con ciertas limitaciones de tiempo y económicas. Cada muestra adicional requiere de materiales precursores adicionales, los cuáles se deben usar con responsabilidad y mesura. Además, el proceso de fotocatalisis requiere de varias horas consecutivas en las que se debía estar atento y obtener las muestras cada treinta minutos.

Al usar cinco compuestos, se obtiene una diversidad de resultados adecuada sin la necesidad de complicar el análisis, además, los porcentajes elegidos permiten evaluar la dominancia de un material sobre otro y su efecto sobre las propiedades del compuesto. El colorante utilizado para el análisis será la rodamina B, el cual será diluido hasta alcanzar una solución con una densidad de 5mg/l.

La actividad fotocatalítica se midió en base al modelo cinético de pseudo – primer orden, en el cual se asume que la degradación depende únicamente del tiempo, ignorando otros factores de degradación como reacciones químicas entre los compuestos presentes en la solución, partículas de alta energía o cambios en la temperatura.

CAPÍTULO II

FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

Antecedentes

En 2011, Ida Nuramdhani realizó un estudio sobre la degradación de colorantes de origen industrial. Como agente fotocatalizador usó TiO_2 , cuyas propiedades de interés fueron estudiadas modificando las variables de concentración de catalizador, uso de oxidantes y diferentes valores de pH, así como también estudió la posibilidad de usar modificaciones de TiO_2 , tales como el Au/TiO_2 (nanopartículas de oro depositadas en la superficie del TiO_2) y el $\text{Au/TiO}_2/\text{SiO}_2$ (nanopartículas de oro depositadas en la superficie de TiO_2 sobre una base de SiO_2). Como agentes colorantes se usaron: RB19, AR42, DY211, MB, BB41 y BY67. Los agentes (colorante y catalizador) se combinaron en un recipiente de reacción de tubo de cuarzo. Se concluyó que el agente fotocatalizador TiO_2 produce una reacción eficiente, en la que se lograron remover los agentes colorantes. Esta eficiencia era altamente afectada por las condiciones en las que se da el proceso, en donde el pH jugó un rol muy importante. Este estudio abre la posibilidad de estudiar diferentes agentes fotocatalizadores, incluyendo la posibilidad de modificar dichos agentes para estudiar la eficiencia en el proceso en diferentes escenarios. (Nuramdhani, 2011)

En 2011, Wang analizó la actividad fotocatalítica de nanopartículas de ferrita de bismuto en su aplicación a una solución de rodamina B en distintos niveles de pH. En este trabajo, se concluyó que, a menor pH, mayor es la actividad fotocatalítica, debido a que favorece la adsorción de las partículas del colorante al fotocatalizador al aumentar su

dispersión. En un medio neutro, la actividad fotocatalítica medida de $0,0025 \text{ min}^{-1}$. (Wang et al., 2011)

En 2013, Haibo realizó experimentos de fotocátalisis con óxido de zinc dopado con carbono. Este material posee una mayor actividad fotocatalítica que el óxido de zinc por sí solo, el cual es explicado por el desplazamiento de la franja de absorción hacia el rojo, haciendo más eficiente el proceso de fotocátalisis. A pesar de realizar un estudio con óxido de zinc dopado, se midió la actividad fotocatalítica de óxido de zinc sin dopar, siendo este de $0,0261 \text{ min}^{-1}$. (Haibo et al., 2013)

En 2020, Lee investigó la capacidad que tiene una esponja elaborada con dióxido de titanio (TiO_2), polidimetilsiloxano (PDMS) y oro (Au); el cual poseía poros inmóviles, fijados por la estructura de la esponja; para degradar el colorante rodamina B. El objetivo fue estudiar la posibilidad de generar compuestos que mejoren las capacidades fotocatalíticas, así como también caracterizar las propiedades que posee el compuesto, lo que da información sobre su estructura. Se concluyó que la mejora de la eficiencia fotocatalítica fue remarcable. (Lee et al., 2020)

En 2019, Syed Irfan elaboró un artículo de revisión en el que se analizaba a profundidad las propiedades fotocatalíticas de la Ferrita de Bismuto (BiFeO_3). En este trabajo, se menciona las ventajas que podría tener la Ferrita de Bismuto con respecto a otros fotocatalizadores más utilizados, como el Dióxido de Titanio (TiO_2). Dentro de estas ventajas encontramos: un mayor ancho de banda en la región visible de la luz y la estructura perovskita que favorece la eficiencia en la fotocátalisis y el aprovechamiento de las propiedades que conforman su estructura. (Irfan et al., 2019)

En 2017, Chen estudió las propiedades fotocatalíticas del Óxido de Zinc (ZnO) con el colorante Anaranjado de Metilo. Se sintetizó el Óxido de Zinc mediante distintas técnicas,

dentro de las que tenemos: síntesis hidrotermal, precipitación homogénea y el método sol-gel. Se obtuvo que las reacciones de fotocatalisis son proporcionales a la cantidad de Óxido de Zinc añadida a la muestra de agua contaminada. (Chen et al., 2017)

Base Teórica

Fotocatálisis

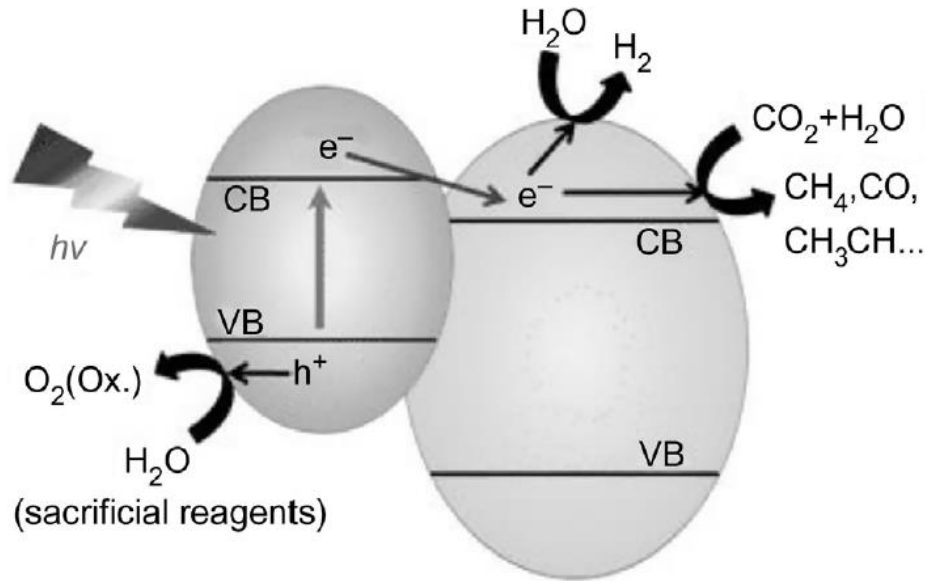
El término fotocatalisis, hace referencia al fenómeno de la catálisis producida por fotones, es decir, aceleran una reacción química en presencia de radiación electromagnética. Los fotocatalizadores son, básicamente, materiales semiconductores, puesto que la reacción deseada requiere de la presencia de pares electrón – hueco, que realicen los procesos de oxidación y reducción necesarios para la fotocatalisis. (Ameta et al., 2018)

Mecanismo Físico

La fotocatalisis realizada mediante un semiconductor se da cuando una radiación electromagnética con la energía suficiente, logra mover un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción (Figura 1). En este proceso, se genera un hueco en el lugar ocupado por el electrón, el cual poseerá carga positiva. El electrón actuará como reductor, mientras que el hueco actuará como oxidante. Mediante los procesos de oxidación y reducción, se logrará la degradación de los contaminantes. (Ameta et al., 2018)

Figura 1

Mecanismo de Fotocatálisis



Nota. La radiación electromagnética interactúa con el electrón, llevándolo de la banda de valencia (VB, por sus siglas en inglés) a la banda de conducción (CB, por sus siglas en inglés), donde podrá actuar como agente reductor. Adaptado de *Photocatalysis*, por Ameta et al., 2018.

Modelo Cinético de Degradación de Pseudo – Primer Orden (MCD)

Es un modelo utilizado en investigaciones sobre la eficiencia de degradación fotocatalítica de un material. Para ello, se asume que la concentración del contaminante varía únicamente con respecto al tiempo, de esta manera, se puede expresar el ritmo de degradación mediante (Tran et al., 2023)

$$r_p = \frac{dC_p}{dt} = k \cdot C_p, \quad (1)$$

donde r_p es la velocidad de degradación del contaminante, C_p es la concentración del contaminante, t es el tiempo y k es la constante de velocidad de degradación de pseudo primer orden (actividad fotocatalítica).

La resolución de la ecuación diferencial (1) resulta en el modelo cinético de degradación de pseudo – primer orden (MCD) expresado por

$$C_P = C_{P,0} \cdot \exp(-k \cdot t), \quad (2)$$

donde $C_{P,0}$ es la concentración inicial del contaminante.

Esta ecuación puede ser reescrita, resultando

$$\ln\left(\frac{C_P}{C_{P,0}}\right) = -k \cdot t. \quad (3)$$

Usando la ecuación (3) puede calcularse la actividad fotocatalítica que posee un semiconductor.

Especies de Oxígeno Reactivas

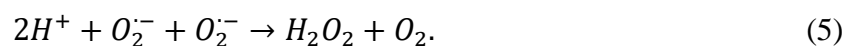
Existen diversas especies reactivas que se producen gracias a los pares electrón – hueco formados en los semiconductores durante el proceso de fotocátalisis. Entre ellas encontramos (Ameta, 2017):

- Superóxido
- Peróxido de hidrógeno
- Iones tales como el Ión Hipoclorito
- Radicales como el Radical Hidroxilo

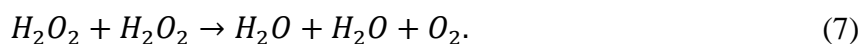
Todas estas moléculas cumplen una función reactiva. El superóxido se forma a partir de la reducción de la molécula de oxígeno



siendo, este, un precursor de otras especies reactivas de hidrógeno tales como el peróxido de hidrógeno:



El peróxido de hidrógeno puede formar radicales hidroxilo o agua y oxígeno mediante



El radical hidroxilo es uno de los agentes reactivos más potentes, por detrás del flúor. Al ser reactivo, su función es la de realizar reacciones químicas, dentro de las cuáles tenemos: adición, extracción de hidrógeno, transferencia de electrones o interaccionando con otros radicales, resultando en



Aplicaciones de la Fotocatálisis

Las aplicaciones de la fotocatálisis son variadas, que van desde el tratamiento del agua, hasta la eliminación de células cancerosas:

Tratamiento del Agua

La fotocatálisis ha demostrado ser efectiva en la purificación de agua, debido a que es capaz de degradar compuestos orgánicos, bacterias y microorganismos (Ahmed y Haider, 2018).

Esta reacción es capaz de degradar colorantes como el rojo de metilo, rojo Congo, rodamina B y azul de metileno. (Solomon et al., 2012; Byrappa, Subramani et al., 2006; Houas et al., 2001) También se ha demostrado su capacidad para desinfectar agua de microorganismos como *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* o *Staphylococcus aureus* (Khalil et al., 2011; Gupta et al., 2013).

Remoción de Trazas Metálicas y Otros Contaminantes

La técnica de fotocatálisis ha sido utilizada como método de tratamiento de agua con la finalidad de extraer metales pesados. Aunque ha demostrado ser capaz de realizar esta operación, su eficiencia es baja. Entre los metales pesados cuyo tratamiento fue analizado se

encuentran cromo, arsénico, mercurio, cadmio, plomo, cobre, zinc entre otros. (Gao y Meng, 2021)

Descomposición del Agua

La descomposición del agua es una reacción química que produce oxígeno e hidrógeno a través de



El hidrógeno producido puede ser utilizado con fines energéticos, producción de metano (mediante reacciones con carbono) y para ser almacenado (Dues et al., 2019).

La fotocatalisis es un proceso ideal que permite esta reacción, debido a que permite que la luz proveniente del sol genere el potencial energético necesario para que se dé. Para ello, el fotocatalizador debe poseer un potencial que coincida con la energía requerida para que se de la reacción, un ancho de banda que permita la recolección de fotones visibles y estabilidad contra la fotocorrosión (Maeda y Domen, 2010).

Funciones de Autolimpieza

Las superficies autolimpiantes (*self-cleaning surfaces*) son superficies que tienen la capacidad de remover suciedad o bacterias. Este efecto puede alcanzarse a través de los fenómenos de la superhidrofilia, superhidrofobia y fotocatalisis (Biolin Scientific, 2018).

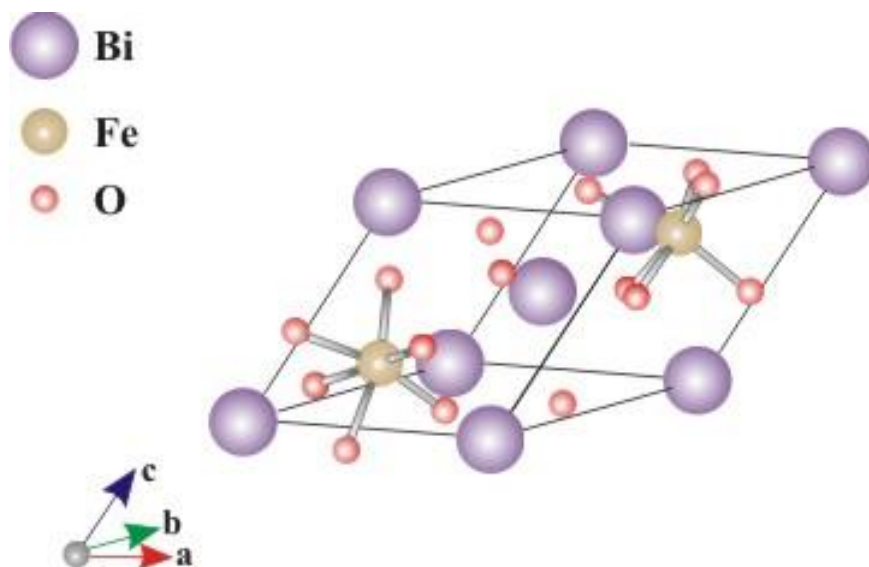
La fotocatalisis permite que una superficie sea autolimpiante a través de la descomposición de las partículas que se depositan sobre ella. La descomposición se logra gracias a la formación de radicales hidroxilo y superóxidos. Los residuos generados son desechados de manera más sencilla a través de la hidrofilia, efecto que se produce gracias a la producción de dichos radicales (Banerjee et al., 2015).

Ferrita de Bismuto

La Ferrita de Bismuto, cuya fórmula es BiFeO_3 , es un compuesto con apariencia de sólido cristalino, que posee una estructura de perovskita (Perovskite-Info, s.f.). Se denominan perovskitas a los minerales que posean una estructura ABX_3 ; donde la posición A está ocupada por el átomo de Bismuto Bi, la posición B está ocupada por el átomo de Hierro Fe y la posición X está ocupada por el átomo de Oxígeno O (American Elements, s.f.), tal como se observa en la Figura 2.

Figura 2

Estructura de la Ferrita de Bismuto (BiFeO_3)



Nota. Adaptado de *Bismuth Ferrite* [Ilustración], por Reade International Corporation, 2022, Reade (<https://www.reade.com/products/bismuth-ferrite-bife03>). CC BY 2.0

La Ferrita de Bismuto presenta un orden ferroeléctrico y ferromagnético, siendo el único material magnetoeléctrico multiferroico (Srivastav y Gajbhiye, 2012). Estas propiedades son producidas gracias a los átomos que ocupan los lugares A y B, es decir, el bismuto y el hierro respectivamente. El bismuto se encarga de aportar la polarización y el hierro se encarga de aportar la magnetización presente en este material (Catalan y Scott, 2009). Posee un ancho

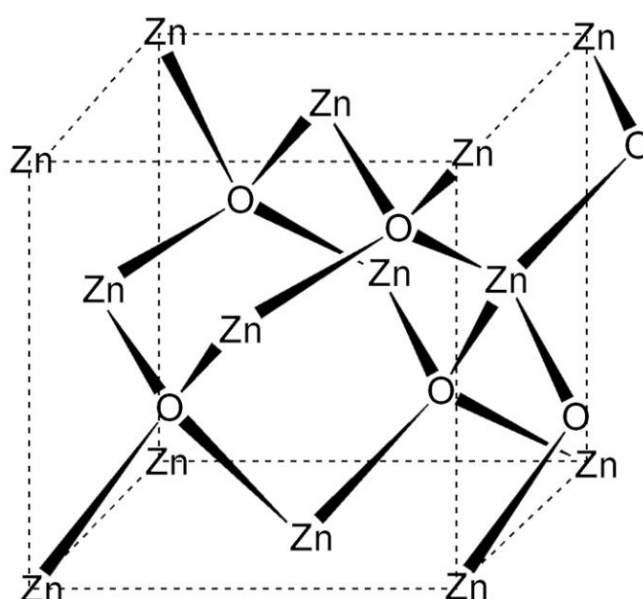
de banda bajo, entre 2,1 y 2,7 eV, lo que lo vuelve un fuerte candidato para sus pruebas en experimentos de fotocatalisis, al poder realizar este fenómeno en la región visible de la luz (Gao et al., 2015; UW Departments Web Server, s.f.).

Óxido de Zinc

El Óxido de Zinc es un compuesto con la fórmula ZnO, cuya apariencia es de color blanco. Su uso se extiende a los cosméticos y productos médicos, debido a sus propiedades antibacterianas y desodorantes (Comité Científico, 2012). La estructura molecular del ZnO se puede observar en la Figura 3.

Figura 3

Estructura del Óxido de Zinc (ZnO)



Nota. Adaptado de *Zinc Oxide* [Ilustración], por Chemistry for Life, 2014, ACS (<https://www.acs.org/content/acs/en/molecule-of-the-week/archive/z/zinc-oxide.html>). CC BY 2.0

El Óxido de Zinc es un compuesto con propiedades catalíticas, eléctricas, optoelectrónicas y fotoquímicas. Posee un área superficial grande y una alta actividad catalítica

(Kumar et al., 2013). También posee una alta estabilidad química, alto coeficiente de acoplamiento electroquímico, alta fotoestabilidad y un amplio rango de absorción de radiación. Su ancho de banda, de 3,37 eV, le permite absorber en el ultravioleta, permitiéndole tener aplicaciones en láseres ultravioleta, generadores de potencia, celdas solares, capacitores, fotocátalisis entre otros (Parihar et al., 2019).

Colorantes

Se define como aquellos compuestos que dotan de color a una superficie o sustrato tales como textiles, plásticos, polímeros, entre otros (Choi, 2014). El color producido por los colorantes se distingue del color producido por otros materiales debido a que:

1. Absorben parte de la luz presente en el espectro visible.
2. Posee, al menos, un cromóforo (grupos responsables de la absorción del color).
3. Posee un sistema conjugado de estructuras que alternan entre enlaces dobles o simples.
4. Presenta una resonancia electrónica.

Los colorantes también poseen grupos auxocromos, los cuáles no son responsables del color por sí mismos, pero pueden alterar el color final. Son utilizados para producir la solubilidad del colorante (WHO, 2010). Los colorantes se clasifican, según su origen, en naturales (u orgánicos) y sintéticos (Aryal, 2022).

Tabla 1

Colores Absorbidos y Observados Según la Longitud de Onda Absorbida

Longitud de Onda Absorbida (nm)	Color Absorbido	Color Observado
400 – 435	Violeta	Amarillo verdoso
435 – 480	Azul	Amarillo
480 – 490	Verde azulado	Naranja
490 – 500	Azul verdoso	Rojo
500 – 560	Verde	Púrpura
560 – 580	Amarillo verdoso	Violeta
580 – 595	Amarillo	Azul
595 – 605	Naranja	Verde azulado
605 – 700	Rojo	Azul verdoso

Fuente: Organización Mundial de la Salud (2010)

Espectroscopía UV-Vis

La espectroscopía UV-Vis es una técnica de espectroscopía que consiste en la excitación de los electrones más alejados del núcleo atómico, realizando mediciones de transmitancia, reflectancia y fotoluminiscencia (Picollo et al., 2018). Se utilizan espectros que abarcan desde los 190 nm hasta los 1100 nm, que incluyen: los espectros UV, luz visible e infrarrojos cercanos. Este método de espectrometría es utilizado para conocer la concentración de compuestos químicos presentes en una muestra, los cuáles se identifican mediante el patrón de absorción generado por la muestra (Edinburgh Instruments, s.f.).

Al interactuar la radiación UV-Vis con la materia se pueden producir diversos efectos: transmisión, reflexión, absorción, fotoluminiscencia y difusión por efecto Raman. La radiación incidente que posea una energía que coincide con la diferencia entre dos niveles energéticos electrónicos será absorbida. Este efecto, puede entenderse a través del modelo de Bohr

$$\Delta E = E_2 - E_1 = h\nu, \quad (10)$$

$$h\nu = \frac{hc}{\lambda} = hc\tilde{\nu}. \quad (11)$$

Por lo tanto, una radiación monocromática de longitud de onda λ' resonará con el material, alterando la densidad electrónica de este. La variable $\tilde{\nu}$ es conocida como “número de onda”, la cual posee dimensión L^{-1} , además, a menudo se utiliza la unidad cm^{-1} en lugar de m^{-1} , la cual es utilizada en espectroscopía puesto que está directamente relacionada con la energía de la radiación electromagnética incidente. En la Figura 4 se puede observar un gráfico típico de absorción mediante la técnica de la Espectroscopía UV – Vis.

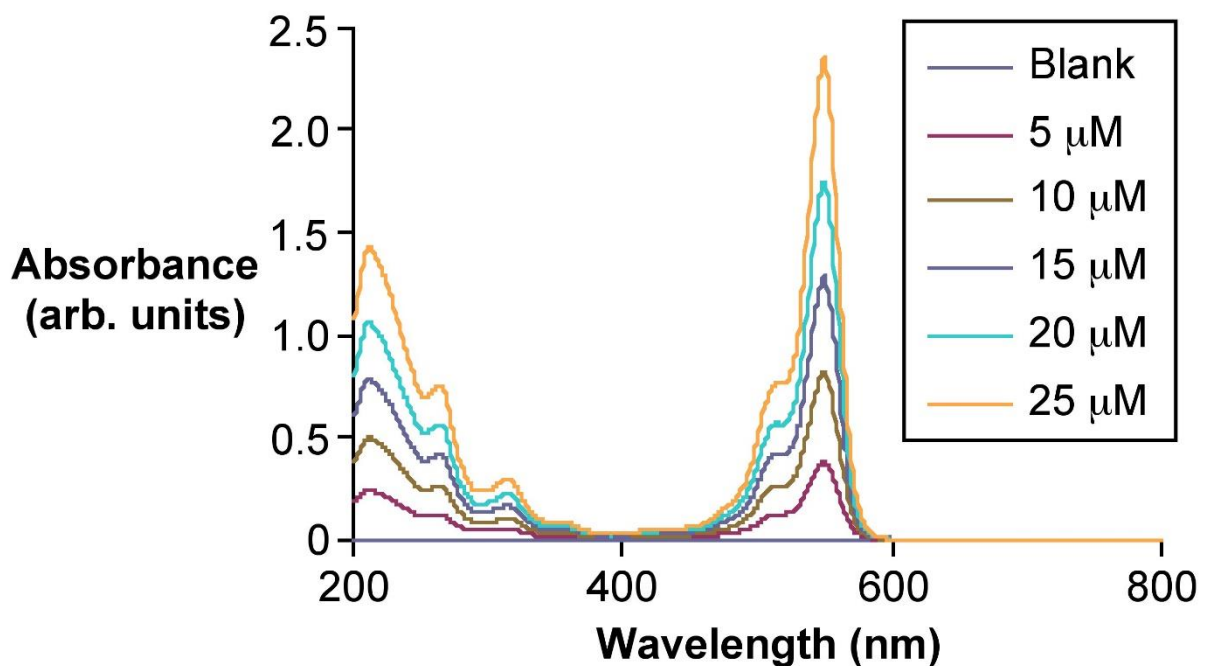
Espectroscopía FTIR

Es una técnica que consiste en el análisis de la interacción que se produce entre radiación en la franja infrarroja (IR) con una muestra. La muestra efectuará la absorción de esta

radiación, información que puede ser utilizada para su identificación y el análisis de su concentración (Berthomieu y Hienerwadel, 2009; Maria, 2012). El espectro utilizado se encuentra ubicado en la región media infrarroja, es decir, entre 2,5 y 15 μm , dando información sobre los enlaces moleculares de la sustancia analizada, los cuáles presentan absorción en esta franja del espectro electromagnético (Mohamed et al., 2017).

Figura 4

Espectro UV-Vis de diferentes concentraciones de *Rose Bengal*



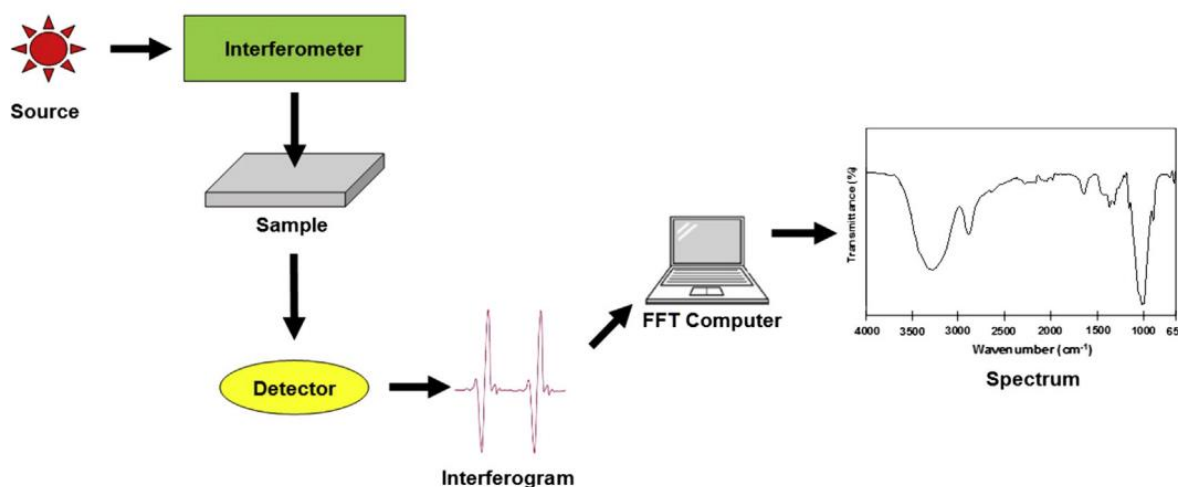
Nota. Adaptado de *UV-Vis Spectroscopy*, por LibreTexts Chemistry, 2022. ([https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Physical_Methods_in_Chemistry_and_Nano_Science_\(Barron\)/04%3A_Chemical_Speciation/4.04%3A_UV-Visible_Spectroscopy](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Analytical_Chemistry/Physical_Methods_in_Chemistry_and_Nano_Science_(Barron)/04%3A_Chemical_Speciation/4.04%3A_UV-Visible_Spectroscopy))

El instrumento encargado de determinar el espectro de absorción se denomina espectrofotómetro. Un esquema simplificado del Espectrómetro FTIR es mostrado en la Figura 5. El proceso empieza con la producción de un haz de radiación infrarroja, emitida bajo el principio del cuerpo negro, la cual es modificada por un interferómetro, el cual codifica la

señal, creando un interferograma, el cual es impactado sobre la muestra, donde un detector genera otro interferograma, proveniente de la señal que sale de la muestra. Por último, un programa analiza las diferencias entre la señal entrante y la señal saliente, dando como resultado un espectro de absorción (Mohamed et al., 2017).

Figura 5

Esquema Básico de un Espectrómetro FTIR



Nota. Adaptado de *Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy*, por Mohamed et al., 2017.

El principio sobre el cual se basa la aplicación de la espectroscopía FTIR es la absorción de frecuencias específicas por parte de las moléculas. Dichas frecuencias están relacionadas con su estructura y con la fuerza de sus enlaces moleculares. La interacción de estas frecuencias con las moléculas provoca cambios en el dipolo permanente de la molécula, haciéndola vibrar, y cuando alguna frecuencia posee la misma energía que un modo vibracional del enlace, se produce la absorción (Ferrer, s.f.).

Dentro de las aplicaciones de la espectroscopía FTIR encontramos (Ferrer, s.f.):

- Análisis de alimentos

- Análisis ambientales
- Análisis de semiconductores
- Análisis geológicos.

La espectroscopía FTIR se difiere del análisis de la difracción de rayos X en su campo de análisis. Los rayos X brindan información acerca de la estructura tridimensional de la muestra, mientras que la espectroscopía FTIR se enfoca en los cambios estructurales a nivel molecular, las interacciones con enlaces de hidrógeno, transferencia de protones, etc. (Berthomieu y Hienerwadel, 2009)

Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Es una técnica que analiza los cambios energéticos que existen en una muestra cuando es calentada, enfriada o mantenida en una temperatura fija. La variación se hace en función de la temperatura, lo cual permite conocer qué transiciones energéticas existen en la muestra y a qué temperaturas se dan.

Las aplicaciones del DSC se encuentran, principalmente, en los procesos térmicos. Permite caracterizar el proceso de derretimiento de un material, el proceso de transición a vidrio, el proceso de cristalización, la entalpía de un material, la energía libre de Gibbs, el calor específico, así como otros procesos y parámetros relacionados (Gabbott, 2008).

En la Figura 6 se puede apreciar un gráfico típico obtenido por la técnica de Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). En ella se pueden apreciar las transiciones energéticas que se realizan cuando el material bajo estudio experimenta cambios de fase o en su estructura molecular.

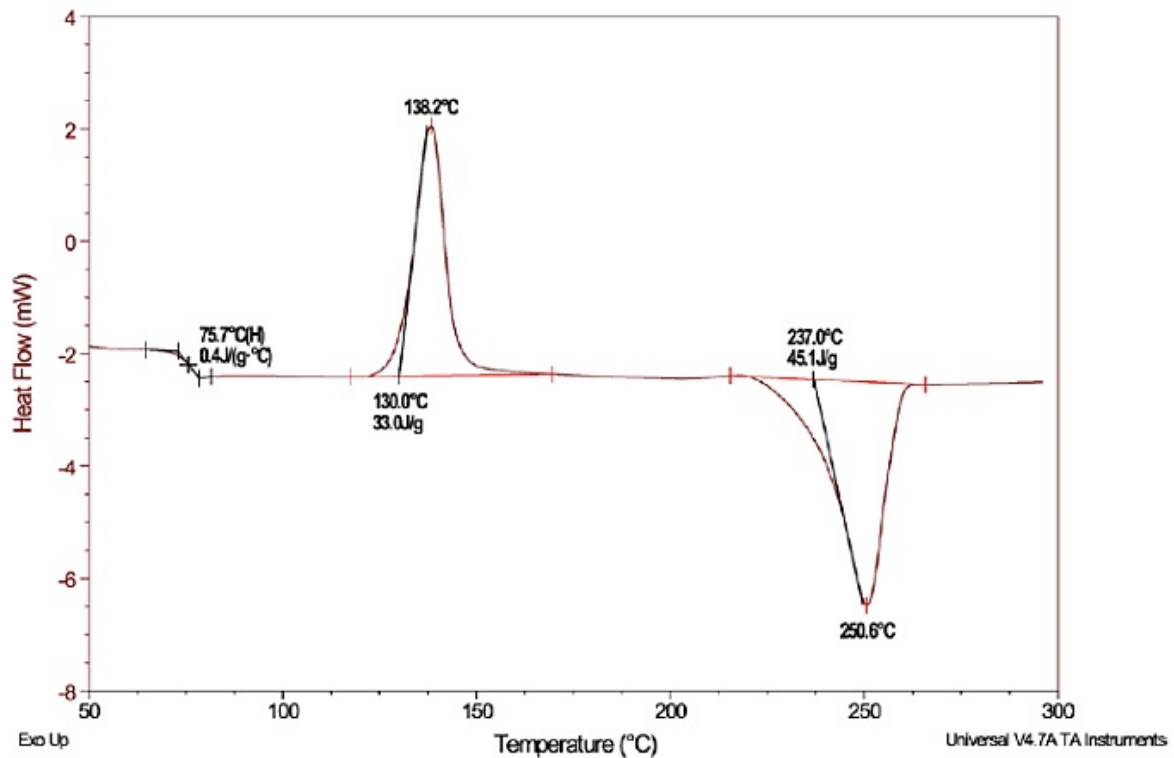
Análisis Termogravimétrico (TGA)

Es una técnica que analiza la variación de la masa de un material en función de la temperatura y del tiempo. Al aumentar la temperatura, la masa de la sustancia disminuye,

debido a la pérdida de agua, solvente, descarboxilación, oxidación, descomposición, etc. Es una técnica de caracterización utilizada para detectar propiedades como la higroscopía, reacción con moléculas del aire y la identificación de materiales (PerkinElmer, s.f.).

Figura 6

Patrón de Análisis DSC



Nota. En un análisis DSC, la variable medida será el flujo de energía, usualmente en las unidades mW, la cual está en función de la temperatura. Adaptado de *DSC Scan of Polyethylene Terephthalate: Heat Flow versus Temperature*, por EAG Laboratories. (<https://www.eag.com/app-note/characterization-of-polymers-using-differential-scanning-calorimetry-dsc/>)

La muestra usualmente es calentada a un ritmo constante, llamado también como medida dinámica, o también se puede mantener a una temperatura constante, llamada también como medida isotérmica. En ambos casos, el resultado de la aplicación del proceso será la

denominada como curva TGA, en la cual se muestra la masa instantánea de la muestra o (el porcentaje de masa) en función de la temperatura y/o del tiempo.

La pérdida (o a veces ganancia) de masa se debe a:

- Evaporación de sustancias volátiles
- Oxidación de metales con la exposición a la atmósfera
- Descomposición oxidativa de sustancias orgánicas
- Pirólisis o carbonización
- Descarboxilación o condensación
- Pérdida o ganancia de agua en un entorno de humedad controlada (Bottom, 2008).

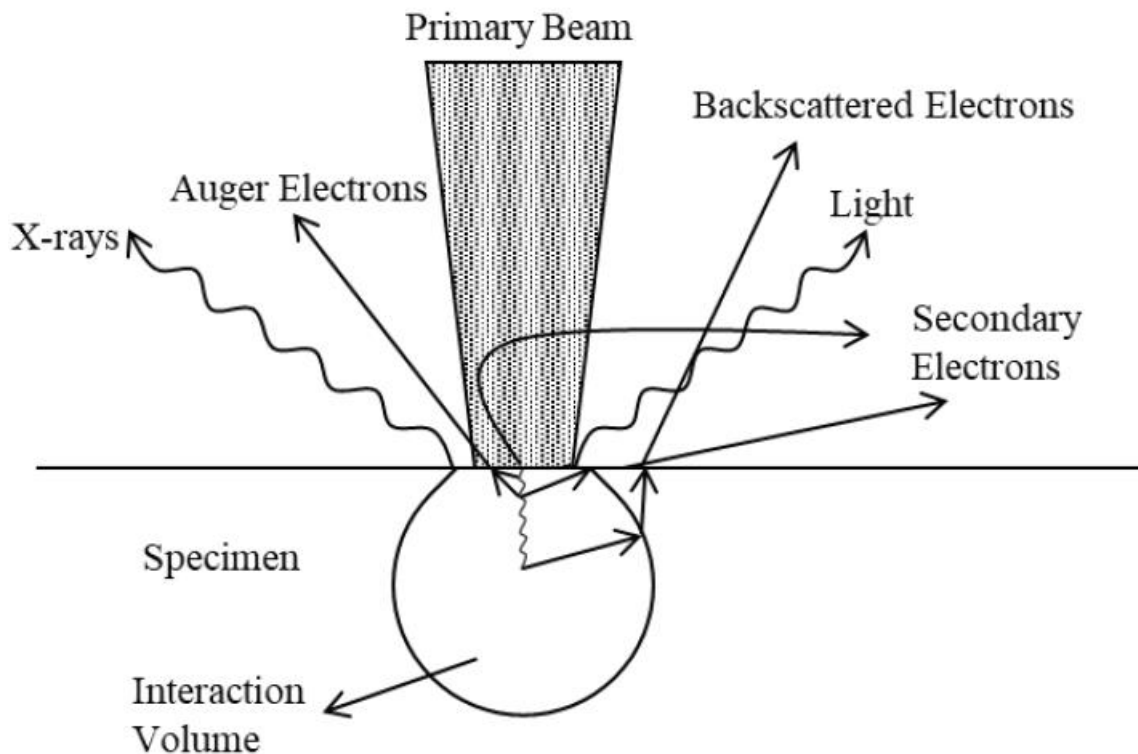
Microscopía Electrónica de Barrido

La microscopía electrónica de barrido es una técnica de obtención de imágenes mediante el empleo de electrones en lugar de radiación electromagnética (luz). Esta técnica proporciona información sobre la morfología externa, composición química y estructura cristalina de una muestra. La capacidad de aumento puede llegar hasta los 100000X, resolviendo tamaños de objetos con una longitud de 50 a 100 nm (Swapp, 2017).

Los electrones son acelerados y dirigidos hacia una muestra, formando un haz con energías que van desde 1 hasta 30 keV. Este haz puede ser manipulado mediante campos eléctricos, para poder impactar en la zona de interés de la muestra. Una vez que este haz impacta la muestra, los electrones interactúan con ella en una región denominado como volumen de interacción (Figura 7), donde se generan electrones y fotones, los cuáles pueden ser analizados por detectores. Los electrones que proveen la imagen topográfica son los denominados electrones secundarios, de los que se obtiene las imágenes características de los microscopios electrónicos de barrido, mientras que, los electrones retrodispersados proveen información acerca de la composición química de la muestra (Khursheed, 2021).

Figura 7

Interacción del Haz de Electrones con la Muestra



Nota. El haz de electrones interactúa con la muestra, generando diversas señales, las cuáles pueden ser recogidas por detectores específicos. Adaptado de *Secondary Electron Energy Spectroscopy in the Scanning Electron Microscope*, por Anjam Khrusheed, 2021.

Dentro de las ventajas que posee el microscopio electrónico de barrido con respecto al microscopio óptico, encontramos un mayor poder de resolución, puesto que, al tener la capacidad de interactuar con estructuras del orden de las decenas de nanómetros, supera a la capacidad de resolución de los microscopios ópticos, los cuáles no pueden ir menos de los 200nm por las limitaciones físicas de la radiación electromagnética visible. También contamos con mayor información, puesto que los electrones, al interactuar con la superficie, generan diversas señales, dentro de las que encontramos los electrones primarios, electrones secundarios, rayos X, luz visible y electrones retrodispersados, cada uno ofreciendo distinta información acerca de la muestra (ThermoFisher Scientific, s.f.).

Difracción de Rayos X

La difracción de Rayos X es un fenómeno en el que, al irradiar una muestra con Rayos X, se produce una reacción de los átomos expuestos, reirradiando la energía absorbida en todas las direcciones (Greenberg, 2019). La diferencia entre la difracción y la reflexión se encuentra en que la difracción se produce porque el haz de luz posee una longitud de onda comparable con la distancia de separación entre los planos cristalinos, mientras que la reflexión se produce por la interacción de una luz sobre una superficie.

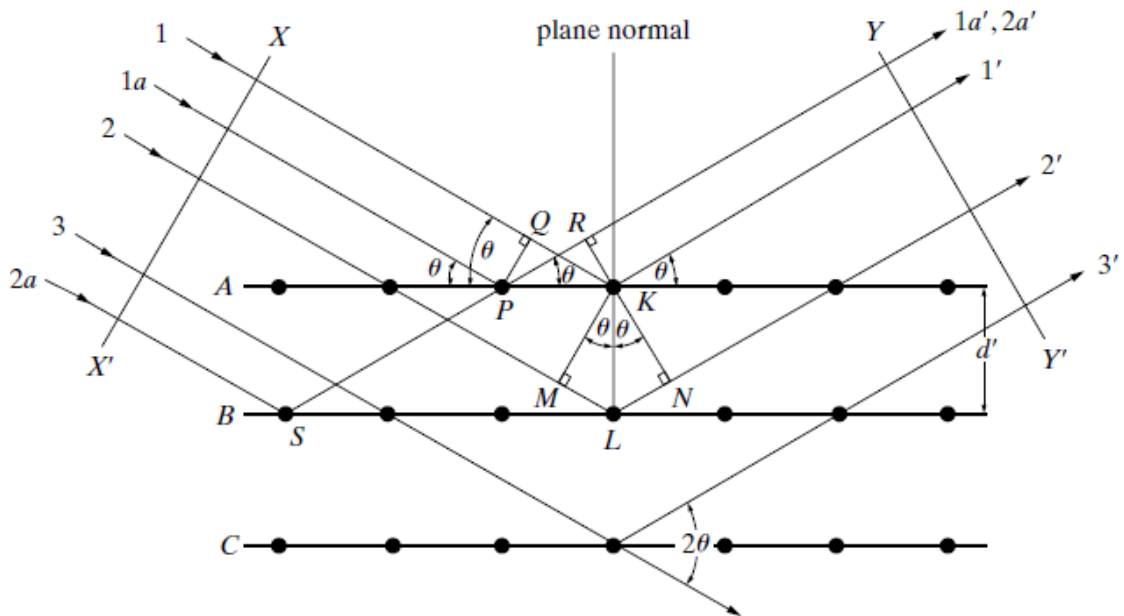
Esta técnica emplea el análisis de la interferencia constructiva entre un haz de luz monocromático, que se encuentra en el espectro de los rayos X, difractada por una muestra cristalina (véase Figura 8). El resultado obtenido es un patrón de interferencias constructivas que ayudan a identificar la composición de la muestra a través de la comparación con patrones estándar (Science Education Resource Center at Carleton College, s.f.).

Los Rayos X difractados con un ángulo de 2θ formarán un patrón de interferencia constructiva, en el que podrá notarse un pico de intensidad en el detector. Estos solo se formarán en ángulos de incidencia θ específicos (es por ello que no se presentan picos para todos los valores de θ). Los picos de intensidad coincidirán con la presencia de un plano de la red cristalina de la muestra, los cuáles servirán como identificador de la muestra analizada, puesto que cada material poseerá diversas combinaciones de planos de red cristalinos (LibreTexts Chemistry, s.f.).

En la Figura 9 se pueden observar los patrones de difracción del Carburo de Silicio con estructura cúbica. Los picos son generados por la interacción constructiva entre los haces de Rayos – X y los planos cristalinos de su estructura.

Figura 8

Difracción de Rayos X en un cristal



Nota. Los Rayos X incidentes son difractados por la red cristalina en todas las direcciones. Aquellos rayos que presentan una interferencia constructiva son los utilizados para realizar las mediciones de la red cristalina. Adaptado de *Elements of X-Ray Diffraction*, por Cullity & Stock, 2014.

Método Rietveld

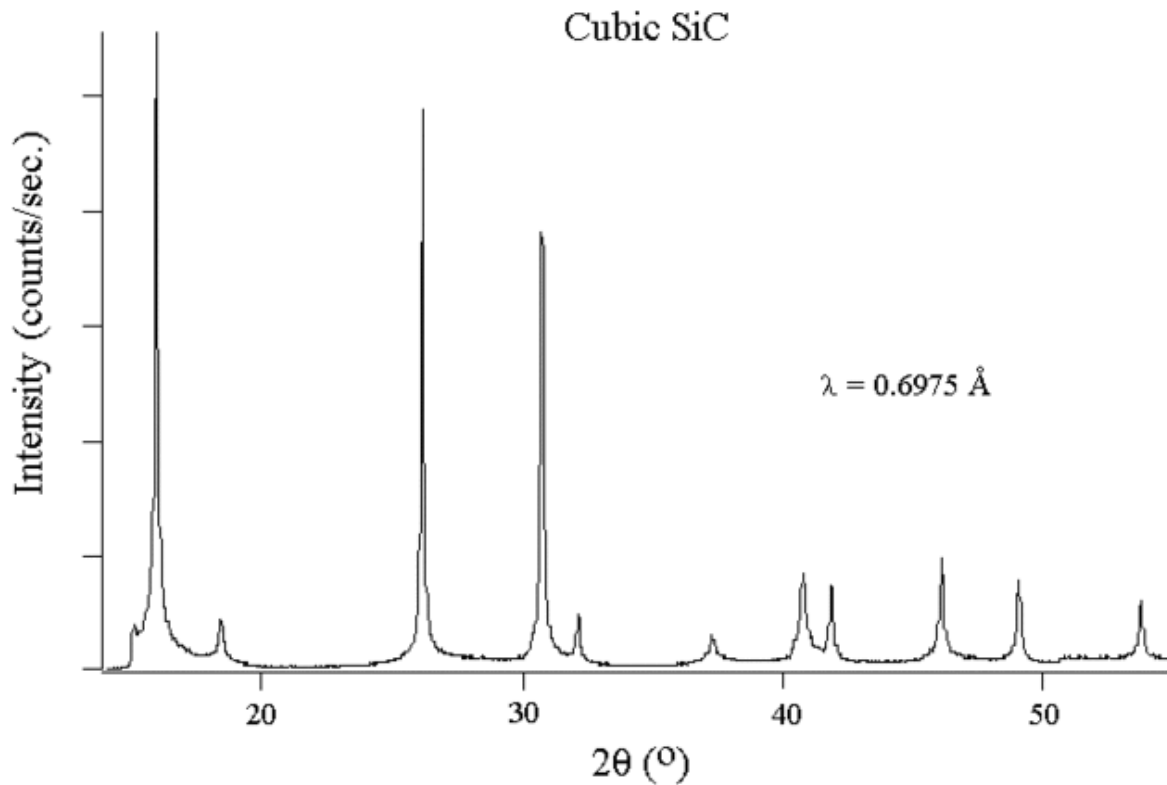
Es una técnica de refinamiento que, a través de los datos obtenidos por la difracción de rayos – X, permiten conocer los parámetros estructurales de la muestra. (Rietveld, 2014) Consiste en minimizar la diferencia entre un patrón de difracción experimental y un patrón de difracción previamente calculado a través de un modelo estructural aproximado. Este ajuste se realiza a través de la variación de parámetros que interfieren con la intensidad de los picos de difracción. La función a minimizar es

$$S_y = \sum_i w_i |y_i(o) - y_i(c)|^2 \quad (12)$$

donde $y_i(o)$ es la intensidad observada, $y_i(c)$ es la intensidad calculada y w es el peso asignado a cada punto. (García, 2007)

Figura 9

Patrón de Difracción del Carburo de Silicio



Nota. Adaptado de *Silicon Carbide Diffraction Pattern*, por SERC, 2010 (<https://serc.carleton.edu/details/images/20376.html>).

Criterios de Ajuste para el Refinamiento Rietveld

Son parámetros que indican el estado del refinamiento y ayudan a decidir continuar con la refinación o reiniciarla, dado a que se ha caído en un falso mínimo. Además, ayudan a determinar el fin del refinamiento. (García, 2007) Los patrones de refinamiento son:

- Residuo del patrón: Es un criterio de referencia, puesto que calcula la diferencia entre los picos observados y calculados, pero no cuenta con el factor de ponderación. Se calcula usando la expresión

$$R_p = \sqrt{\frac{\sum_i |y_i(o) - y_i(c)|^2}{\sum_i (y_i(o))}} \quad (13)$$

- Residuo del patrón ponderado: Es el criterio que muestra el progreso del refinamiento, ya que cuenta con la función S_y en el numerador, interrelacionando ambas cantidades.

Se calcula usando la expresión

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum_i w_i |y_i(o) - y_i(c)|^2}{\sum_i w_i (y_i(o))}} \quad (14)$$

- Valor esperado: Refleja la calidad de los datos obtenidos al enfocarse en la diferencia entre los parámetros a refinar y la cantidad de datos disponibles. Se calcula usando la expresión

$$R_{exp} = \sqrt{\frac{N-P}{\sum_i w_i y_i^2(o)}} \quad (15)$$

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

Clasificación de la Investigación

La presente investigación es aplicada, experimental, exploratoria y cuantitativa.

Ubicación de la Investigación

La etapa experimental se realizó en las instalaciones del Laboratorio de Nanotecnología de la Universidad Nacional Jorge Basadre Grohmann, con coordenadas geográficas:

Coordenadas geográficas	Valor
Latitud	18°01'28"S
Longitud	70°15'05"O
Altura	538m

Periodo de la Investigación

La etapa experimental se desarrolló en el periodo: 1 de marzo del 2023 al 26 de julio del 2023.

Metodología Experimental

Síntesis de los Compuestos

Síntesis de BiFeO₃

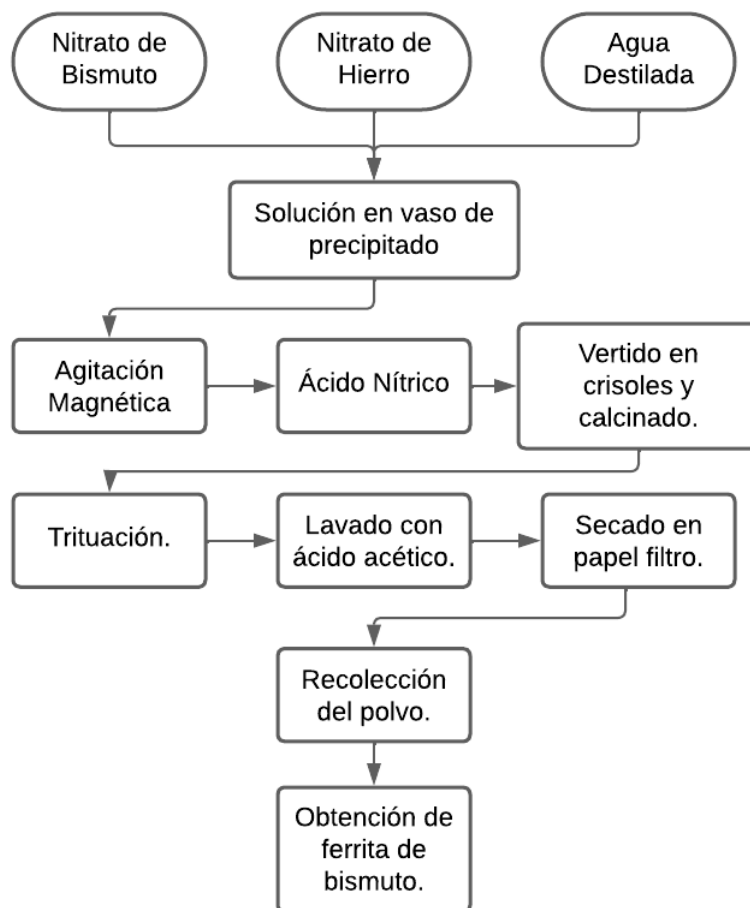
Para la síntesis de ferrita de bismuto se empleó la ruta que se muestra en la Figura 10. A continuación, se brinda, a detalle, la metodología empleada en la síntesis de la muestra de ferrita de bismuto.

- Pesar de 1,462 g Nitrato de Bismuto y 2,0197 g Nitrato de Hierro.
- Realizar el proceso anterior 3 veces.
- Diluir en tres vasos de precipitado, con un contenido de 25 ml de agua destilada, y proceder con el proceso de agitación del contenido antes pesado por un lapso de 30 minutos. Posteriormente, se adiciona 20ml de ácido nítrico. Este proceso se realizará en un agitador magnético a una frecuencia de 600 RPM a 80°C durante 20 horas.
- Trasladar la solución de los tres vasos de precipitado a tres crisoles, los cuales, posteriormente, se trasladarán a un horno, donde se realizará un tratamiento térmico con una curva de calentamiento de 5°C por minuto hasta llegar la temperatura de 600 °C, donde se mantendrán por un tiempo de 120 minutos. Una vez finalizado el tiempo, el horno se apagará inmediatamente, donde se mantendrán los crisoles hasta su retiro cuando estos se enfríen.
- Moler el contenido de los crisoles y almacenar el polvo obtenido.
- Realizar lavados continuos del polvo con una solución de 100 ml ácido acético al 10% (v/v), proceso que consiste en ubicar una porción de la muestra en un papel filtro N°40, ubicándolo en un embudo y vertiendo la solución de ácido acético, recuperando la solución y volviendo a verter. Este proceso se repite 15 veces.

- Secar los papeles filtro con su contenido. Se ubicarán los papeles filtro en placas Petri en un secador, a una temperatura de 60°C por 24 horas.

Figura 10

Ruta de Síntesis de BiFeO₃



Nota. Elaboración propia.

- Finalmente, la muestra se retira de los papeles filtro, donde se molerá y se reservará.

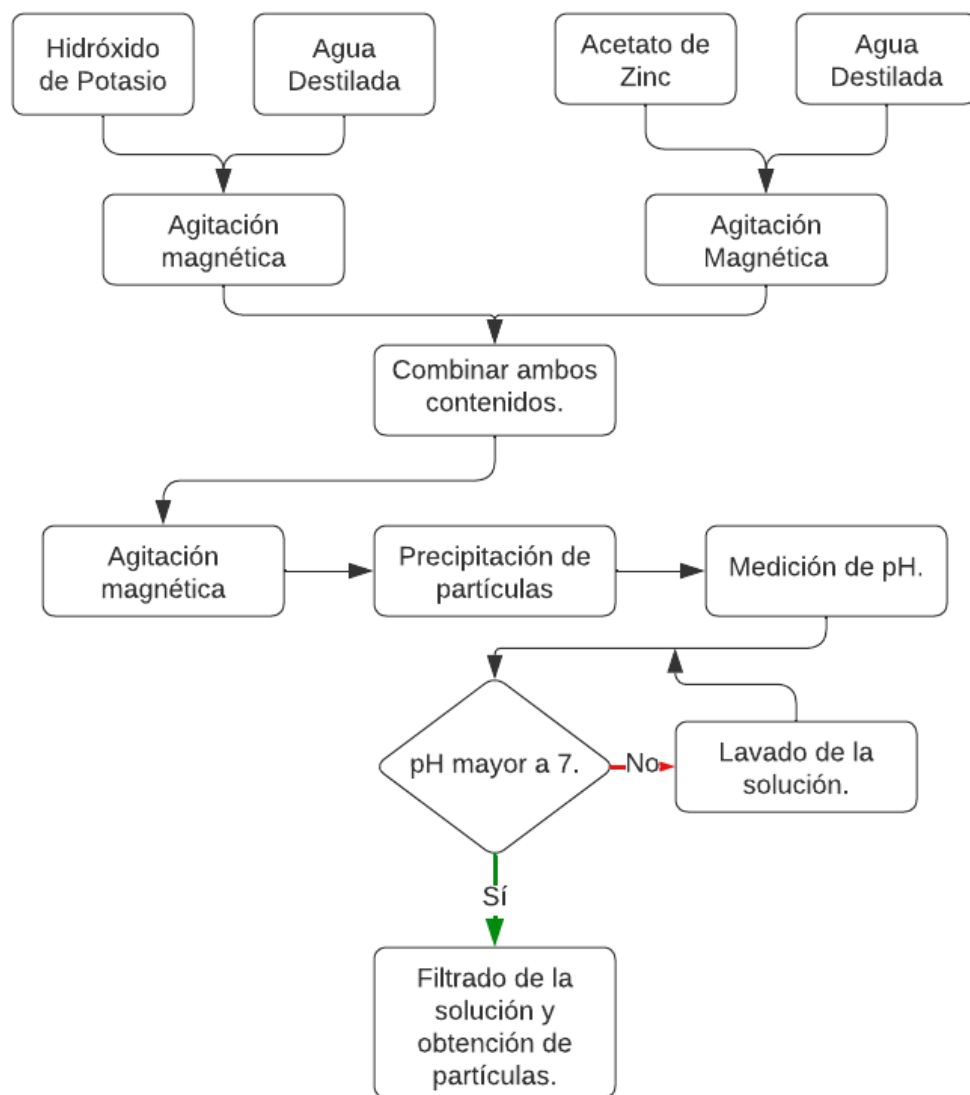
Síntesis de ZnO

Para la síntesis de óxido de zinc se empleó la ruta que se muestra en la Figura 11. A continuación, se brinda, a detalle, la metodología empleada en la síntesis de la muestra de óxido de zinc.

- Pesar 8,7796 g de acetato de zinc en dos ocasiones y vertir cada contenido en dos vasos de precipitado con un volumen de 500 ml de agua destilada.

Figura 11

Ruta de Síntesis de ZnO



Nota. Elaboración propia.

- Pesar 8,9811 g de hidróxido de potasio y verter en un vaso de precipitado con un volumen de 1l de agua destilada.
- Diluir el contenido de cada vaso de precipitado por medio de un agitador magnético, con una frecuencia de 500 RPM por un lapso de 1h.

- Dividir el vaso de precipitado que contiene el hidróxido de potasio en dos vasos de 500 ml e introducir, a través de un gotero, todo el contenido de estos en cada vaso de precipitado que contenga acetato de zinc.
- Una vez finalizado el proceso de vertido, continuar con el proceso de agitación magnética por un lapso de 120 minutos.
- Finalizado el proceso de agitado, dejar que se precipiten las partículas suspendidas en el contenido de los vasos de precipitado.
- Medir el pH del contenido de ambos vasos de precipitado. Si el pH del contenido no es neutro, se realizarán lavados de la solución. Los lavados consisten en la espera para que se dé la sedimentación de las partículas suspendidas, luego se desecha el agua contenida en el recipiente y, finalmente, se vierte agua purificada en el vaso de precipitado. Este proceso se repite hasta obtener un pH de 7.
- Una vez alcanzado el pH requerido, extraer el contenido de los vasos de precipitado. Este proceso se realizó luego de la sedimentación de las partículas suspendidas, para luego retirar el exceso de agua y filtrar el líquido a través de papeles filtro.
- Llevar el papel filtro a secado a una temperatura de 40 °C por 120 minutos. Una vez finalizado el proceso, se espera el enfriamiento de los papeles filtro y se extrae su contenido, para luego molerlo durante 15 minutos.
- Llevar al horno con una curva de calentamiento de 5 °C por minuto hasta llevar a una temperatura de 400 °C, donde deberá permanecer por 120 minutos.
- Moler para finalizar el procedimiento.

Obtención de Muestras

Las muestras fueron obtenidas mediante la mezcla de los compuestos según el porcentaje determinado para cada una de ellas (% m/m). Este proceso se realiza en el mortero.

Las muestras tendrán el código “Mx”, donde “x” es un número del 1 al 5 y la proporción de compuestos es el siguiente:

M1: Ferrita de Bismuto 100%.

M2: Compuesto de Ferrita de Bismuto 75% y Óxido de Zinc 25%.

M3: Compuesto de Ferrita de Bismuto 50% y Óxido de Zinc 50%.

M4: Compuesto de Ferrita de Bismuto 25% y Óxido de Zinc 75%.

M5: Óxido de Zinc 100%.

Caracterización de las Muestras

En este trabajo, se realizó una exhaustiva caracterización de las propiedades estructurales, morfológicas y electrónicas de los materiales sintetizados mediante la implementación de técnicas analíticas como difracción de rayos X (DRX, por sus siglas en inglés), microscopía electrónica de barrido (MEB, por sus siglas en inglés) y espectroscopía UV – Vis, cuyo esquema se muestra en la Figura 12. Se determinó la estructura cristalina y la morfología. Los resultados obtenidos a partir de estas caracterizaciones proporcionaron un entendimiento completo de las propiedades de óxido de zinc y ferrita de bismuto sintetizados.

Los patrones de difracción de Rayos – X (DRX) revelaron la formación de fases cristalinas esperadas de BiFeO_3 y ZnO en las muestras correspondientes. Las micrografías obtenidas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) mostraron la morfología y el tamaño de las partículas de los compuestos sintetizados. El análisis por Espectroscopía UV – Visible permitió estudiar la absorbancia de las muestras, mientras que la Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) proporcionó información sobre los modos vibracionales y los enlaces químicos presentes en los compuestos. Además, se realizaron Análisis

Termogravimétricos (TGA) y Calorimétricos (DSC) para evaluar la estabilidad térmica y los cambios de fase de las muestras a diferentes temperaturas.

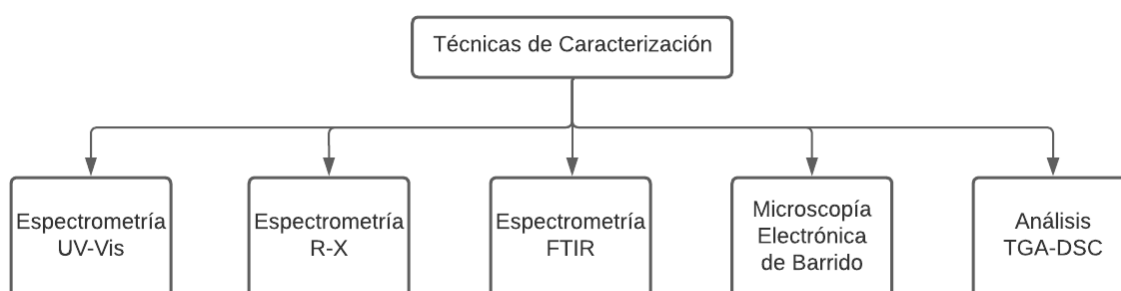
Procedimiento Experimental

Preparación de Solución

- Se pesará 5 mg de Rhodamina B y se disolverá en 1l de agua dentro de un vaso de precipitado. La disolución se realizará en el agitador magnético por 5 min con una frecuencia de 600RPM.
- Se retirarán 200 ml del contenido del vaso de precipitado.
- Se depositará 200 mg de muestra dentro del vaso de precipitado.

Figura 12

Esquema de Caracterización de las Muestras



Nota. Elaboración propia.

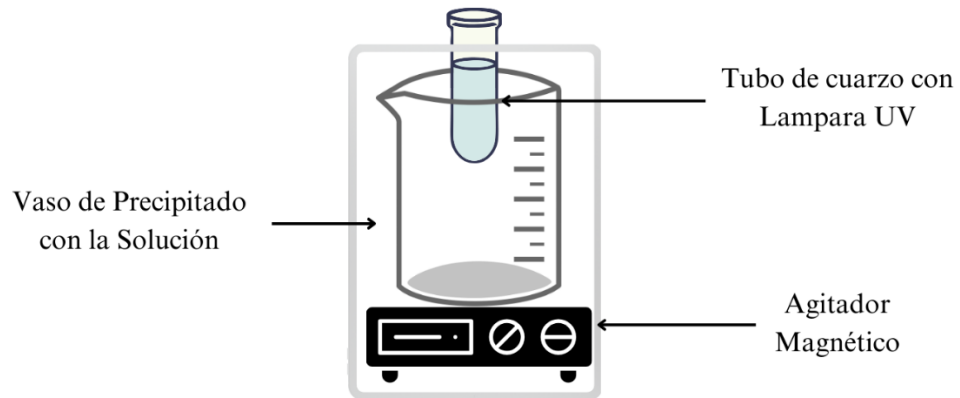
Procedimiento de Fotocatálisis

- Se colocará la lámpara UV dentro de un tubo de cuarzo de alta pureza dentro del vaso de precipitado, tal como se muestra en la Figura 13. Este proceso se debe realizar de tal manera que el tubo de cuarzo quede suspendido.
- La disposición del vaso de precipitado y del tubo de cuarzo se coloca en un agitador magnético. Todo el sistema debe permanecer en completa oscuridad. Se extraerá

una muestra de 2 ml de la solución antes de comenzar el experimento, la cual será depositada en un tubo de microcentrífuga.

Figura 13

Esquema del Sistema de Fotocatálisis



Nota. Elaboración propia.

- Se encenderá el agitador magnético a una frecuencia de 600 RPM. Inicialmente, la lámpara UV no estará encendida por los primeros 30 minutos.
- Finalizado este lapso, se tomará una muestra de la solución, se encenderá la lámpara UV y se tomarán muestras cada 30 minutos.
- El proceso debe realizarse hasta conseguir que la solución carezca de colorante. Cuando se llegue a este punto, el proceso se considerará concluido.

Procesamiento de Resultados

- Las muestras son trasladadas a una ultracentrífugadora, donde se separará la fase suspendida de la fase acuosa.
- La fase acuosa es trasladada a otro tubo de microcentrífuga, descartando las partículas que se encuentran depositadas en el fondo.

- Las muestras son analizadas en el espectrómetro UV-Vis, donde se determinará la absorción de la fase acuosa.
- La evaluación de este parámetro se realizó mediante el Modelo Cinético de Degradación de Pseudo – Primer Orden (MCD), el cual asume que la velocidad de reacción es proporcional (únicamente) a la concentración de la sustancia. En los análisis realizados, la velocidad de degradación dependerá de la concentración de Rodamina B presente en la solución, el cual se calculará mediante la Espectrometría UV – Vis de la muestra.
- Las unidades utilizadas para la concentración de Rodamina B fueron normalizadas en cada caso, asumiendo como “1” a la concentración inicial y como fracciones de este valor a las concentraciones posteriores. Por otra parte, la velocidad de degradación tiene por unidad “min⁻¹”, puesto que son fracciones de la concentración actual de Rodamina B las cuáles se degradan por cada unidad de tiempo.
- La ecuación que modela la cinética de degradación de Rodamina B es

$$C = C_0 \cdot \exp(-k \cdot t), \quad (16)$$

donde, C es la concentración final de Rodamina B, C₀ es la concentración de Rodamina B inicial, k es el factor de degradación (magnitud de interés en este trabajo de investigación) y t es el tiempo transcurrido. Al hallar el factor k, podemos concluir la eficiencia de degradación de las muestras y obtener conclusiones que satisfagan los objetivos planteados.

- El procedimiento para el cálculo de la eficiencia de degradación es detallado a continuación:
 1. Extraer el pico de absorción de cada muestra obtenida para cada solución.

2. Asumir este valor como proporcional a la concentración de colorante para cada muestra.
3. Normalizar la concentración de colorante en cada muestra, para ello, se calculó la proporción que existe entre la concentración de colorante en cada muestra con respecto a la concentración de colorante inicial (de la primera muestra).
4. Calcular el logaritmo de las proporciones.
5. Realizar un ajuste lineal de los datos obtenidos.
6. Analizar la pendiente de la recta, la cual es tomada como el factor de degradación de colorante de las muestras.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIONES

En la primera etapa de este capítulo, se presentan los resultados de la caracterización de las muestras, etiquetados como M1 (100% BiFeO₃), M2 (75% BiFeO₃ - 25% ZnO), M3 (50% BiFeO₃-50% ZnO), M4 (25% BiFeO₃-75% ZnO) y M5(100% ZnO), utilizando diversas técnicas analíticas.

Después de la caracterización exhaustiva de las muestras, se procedió a evaluar su actividad fotocatalítica para la degradación de rodamina B. Los resultados obtenidos a partir de las curvas de absorbancia de la solución contaminante – fotocatalizador mostraron que la muestra M5 (100% ZnO) exhibió la mayor tasa de degradación, seguida por las muestras M2, M3 y M4, mientras que la muestra M1 (100% BiFeO₃) presentó la menor actividad fotocatalítica.

Propiedades Estructurales - Morfológicos

Difracción de Rayos X

La caracterización de las muestras a través de rayos X fue usada para identificar fases cristalinas y para calcular un estimado del tamaño del cristalito.

El patrón de difracción de rayos X para la muestra M1, como se muestra en la Figura 14(a), reveló la presencia de picos de difracción en los ángulos (2θ) de: 22,688°, 32,011°, 32,326°, 39,183°, 39, 726°, 45,985°, 51,516°, 56,558°, 57,178°, 66,523° y 67,283°, los cuales corresponden, respectivamente, a los planos cristalinos (012), (104), (110), (006), (202), (024),

(122), (018), (300), (208) y (220). Los planos cristalinos (104) y (110) generados en los ángulos (2θ) $32,011^\circ$ y $32,326^\circ$ son característicos de la fase romboédrica de la ferrita de bismuto (Dhanya et al., 2016).

El patrón de difracción de rayos X para la muestra M5, como se muestra en la Figura 14(c), reveló la presencia de picos de difracción en los ángulos (2θ) de: $32,065^\circ$, $34,695^\circ$, $36,542^\circ$, $47,843^\circ$, $56,917^\circ$, $63,089^\circ$, $66,707^\circ$, $68,196^\circ$, $69,359^\circ$, $72,847^\circ$ y $77,182^\circ$, los cuales corresponden, respectivamente, a los planos cristalinos (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004) y (202) de la estructura hexagonal de Óxido de Zinc.

Las muestras M2, M3 y M4 poseen características derivadas de sus compuestos primordiales (M1 y M5). Esto se atribuye a la técnica de síntesis mediante composición, ya que, a nivel molecular, no ha habido cambios en la estructura de la ferrita de bismuto y el óxido de zinc, estando estos mismos en las proporciones indicadas anteriormente en cada una de las muestras.

Como ejemplo, podemos observar que, el pico de difracción ubicado en el ángulo 2θ de $22,688^\circ$, característico de la ferrita de bismuto, va desapareciendo a medida que va disminuyendo su concentración en el material. Caso contrario, el pico de difracción en el ángulo 2θ de $36,542^\circ$, característico del óxido de zinc, va haciéndose más notorio a medida que va aumentando su concentración en la muestra.

El análisis de difracción de rayos X reveló que el BiFeO_3 sintetizado cristalizó en una estructura romboédrica, la cual es característica de este material. Todos los átomos ocuparon las posiciones correspondientes dentro de la red cristalina, lo que indica una distribución atómica ordenada y sin defectos significativos. Los parámetros de red obtenidos, $a = b = 5,586 \text{ \AA}$ y $c = 13,889 \text{ \AA}$, coinciden con los valores reportados para la fase romboédrica de BiFeO_3 , confirmando la correcta formación de esta estructura. Los detalles se pueden ver en la Tabla 2.

Además, los factores obtenidos a partir del refinamiento Rietveld, el cual es un método analítico que ajusta un modelo estructural a los datos experimentales de difracción, presentaron valores favorables. El factor R_{exp} , que representa la calidad estadística de los datos de difracción, fue de 2,669%. Estos valores bajos de los factores R_{exp} , R_{wp} y R_p sufieren un excelente ajuste entre el modelo estructural propuesto y los datos experimentales de difracción, respaldando la confiabilidad de los resultados obtenidos.

De manera similar, el óxido de zinc sintetizado cristalizó en una estructura hexagonal, la cual es la estructura típica de este material. Al igual que en el caso de la ferrita de bismuto, todos los átomos ocuparon sus posiciones correspondientes en la red cristalina, indicando una distribución atómica ordenada y sin defectos significativos. Los parámetros de red refinados, $a = b = 3,253 \text{ \AA}$ y $c = 5,212 \text{ \AA}$ concuerdan con los valores reportados para la fase hexagonal del ZnO, confirmando la correcta formación de esta estructura. Asimismo, los factores obtenidos a partir del refinamiento Rietveld presentaron valores muy favorables. El factor R_{exp} fue de 1,812% el factor R_{wp} fue de 3,031% y el factor R_p fue de 2,308%. Estos valores bajos de los factores R_{exp} , R_{wp} y R_p demuestran un excelente ajuste entre el modelo estructural propuesto y los datos experimentales de difracción, respaldando la alta confiabilidad de los resultados obtenidos, los detalles se pueden ver en la Tabla 2.

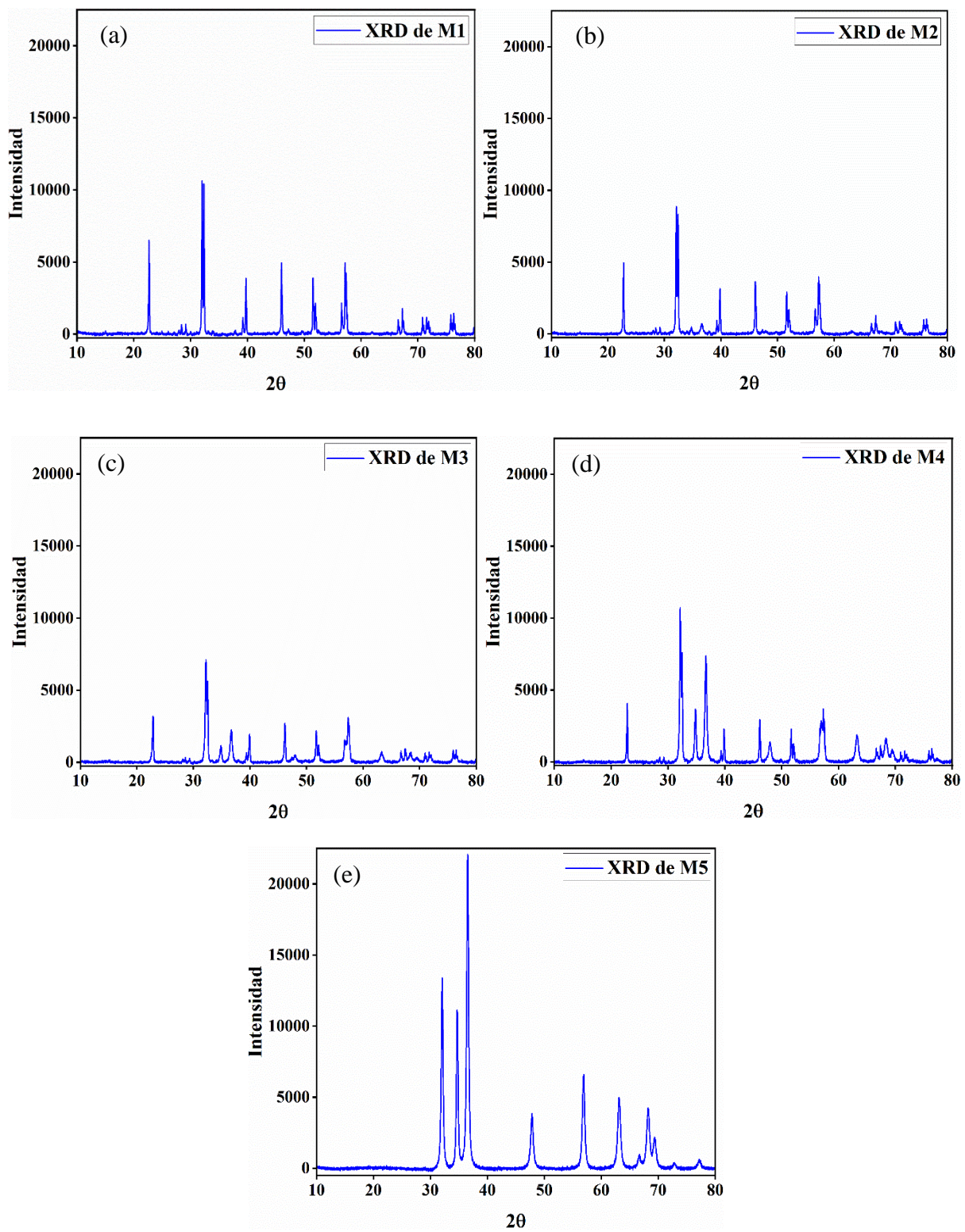
Tabla 2
Parámetros Estructurales de las Muestras Matrices M1 y M5

Parámetros Estructurales	Muestras	
	M1 BiFeO3	M5 ZnO
Estructura Cristalina	R3c	P63mc
a=b(Å)	5,586	3,253
c (Å)	13,889	5,212
R_{exp} (%)	2,669	1,882
R_{wp} (%)	4,061	3,031
R_p (%)	3,343	2,308

Fuente: Elaboración propia.

Figura 14

Difracción de Rayos X de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc



Nota: El patrón de interferencia de Rayos – X corresponde a: (a) M1 (BFO puro), (b) M2, (c) M3, (d) M4 y (e) M5 (ZnO puro).

Los resultados de la caracterización estructural mostraron que las fases obtenidas fueron las adecuadas. Los resultados de la difracción de rayos X demostraron que los compuestos poseen los picos característicos de los compuestos sintetizados, mientras que la microscopía electrónica de barrido encontró el tamaño de las partículas formadas, las cuales se encuentran en el rango de aceptabilidad para ambos compuestos.

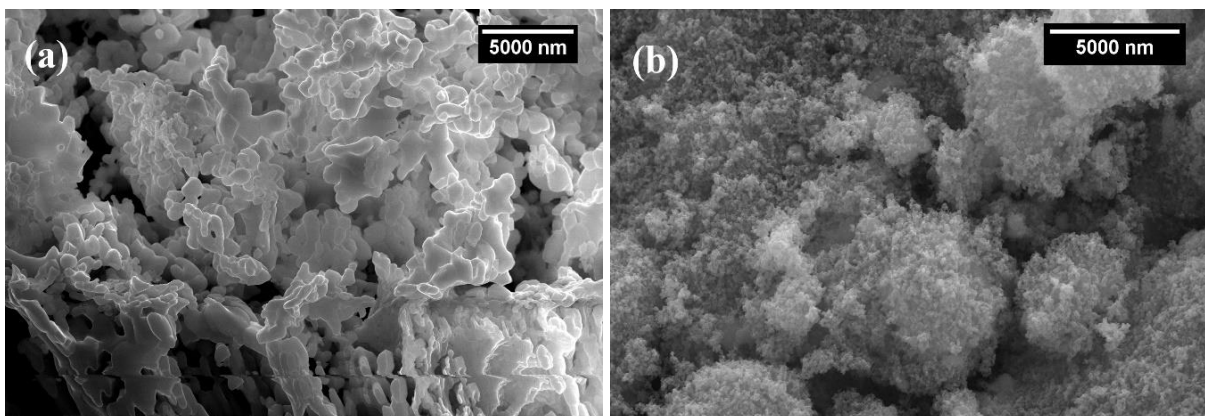
Microscopía Electrónica de Barrido

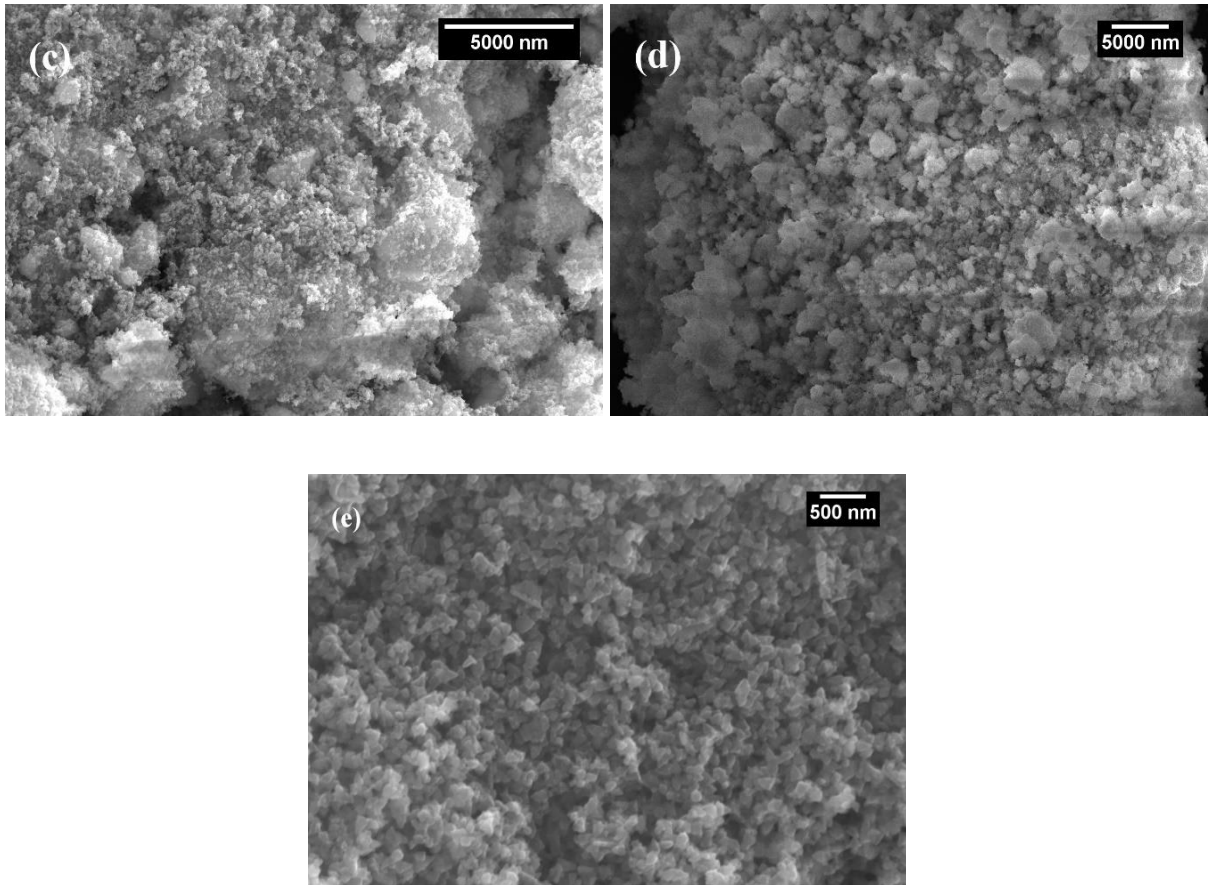
La figura 15 muestra la morfología de la ferrita de bismuto (Figura 15a), óxido de zinc (Figura 15e), y los compuestos intermedios obtenidos (15b, 15c y 15d).

Se determinó que el tamaño de las partículas de ferrita de bismuto y de óxido de zinc es de 1013,753 nm y 88,308 nm, respectivamente. Se observa que la ferrita de bismuto posee una estructura irregular y porosa, la cual puede ser provocada por el gran tamaño de la partícula y por la emisión de vapores durante los procesos de calcinado. Además, se observa la composición de ferrita de bismuto y óxido de zinc, puesto que las partículas de óxido de zinc (más pequeñas) se depositan sobre las partículas de ferrita de bismuto (más grandes), llenando los poros y adhiriéndose a las partículas de mayor tamaño (Figura 15b).

Figura 15

Microscopía Electrónica de Barrido de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc





Nota. Microscopía Electrónica de Barrido de BFO – ZnO (a) M1: 100% - 0%; (b) M2: 75% - 25%; (c) 50% - 50%; (d) 25% - 75%; y (e) 0% - 100%.

Absorbancia y Propiedades Electrónicas

Espectroscopía UV – Vis

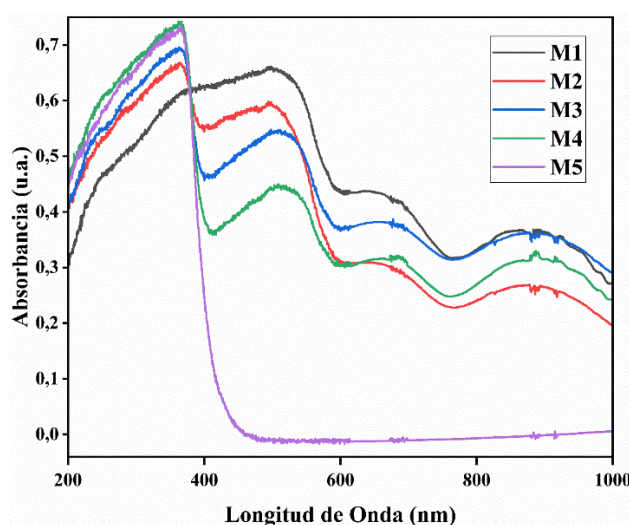
Las propiedades ópticas de los compuestos de ferrita de bismuto y óxido de zinc fueron analizadas mediante la espectroscopía UV – Vis a temperatura ambiente. En la figura 16 se observan los picos característicos de absorción de ambos materiales en las muestras M1 y M5, los cuáles son adquiridos por los demás compuestos M2, M3 y M4.

El ancho de banda óptico fue calculado para cada material usando el gráfico Tauc. Los gráficos se pueden encontrar en la figura 19, siendo los anchos de banda de 2,029 eV, 2,086 eV, 2,023 eV, 2,030 eV y 3,132 eV para M1, M2, M3, M4 y M5 correspondientemente.

Nótese, en la Figura 16, como M1 y M5 poseen una curva de absorción característica, mientras que las muestras M2, M3 y M4 poseen curvas de absorción similares a ambas muestras, pero proporcionales a la concentración de ferrita de bismuto y óxido de zinc que cada una de ellas posee.

Figura 16

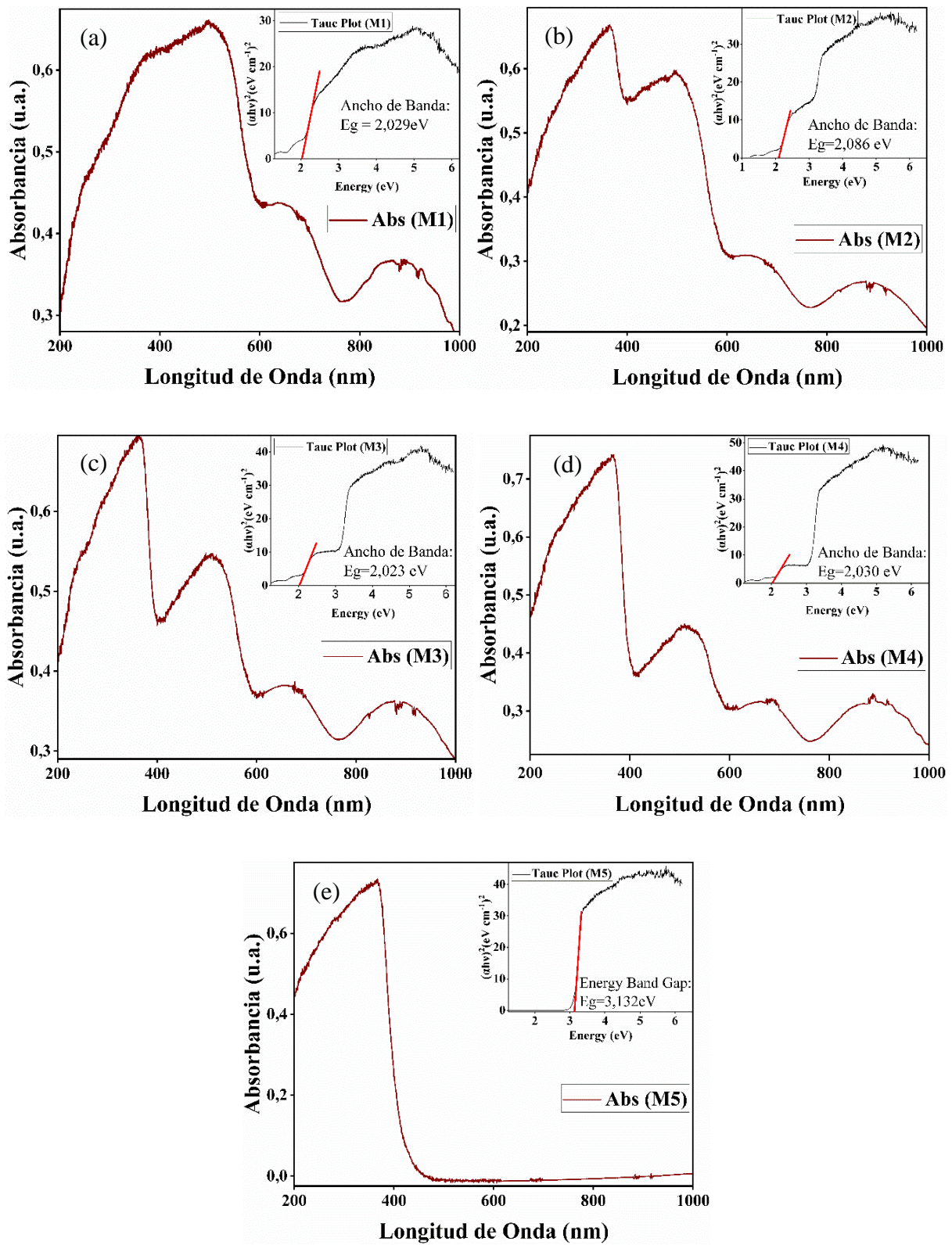
Absorción UV – Vis de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc



Nota: La absorbancia fue calculada desde los 200 hasta los 1000 nm de radiación electromagnética.

Figura 17

Absorción UV – Vis y Gráfico Tauc de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc



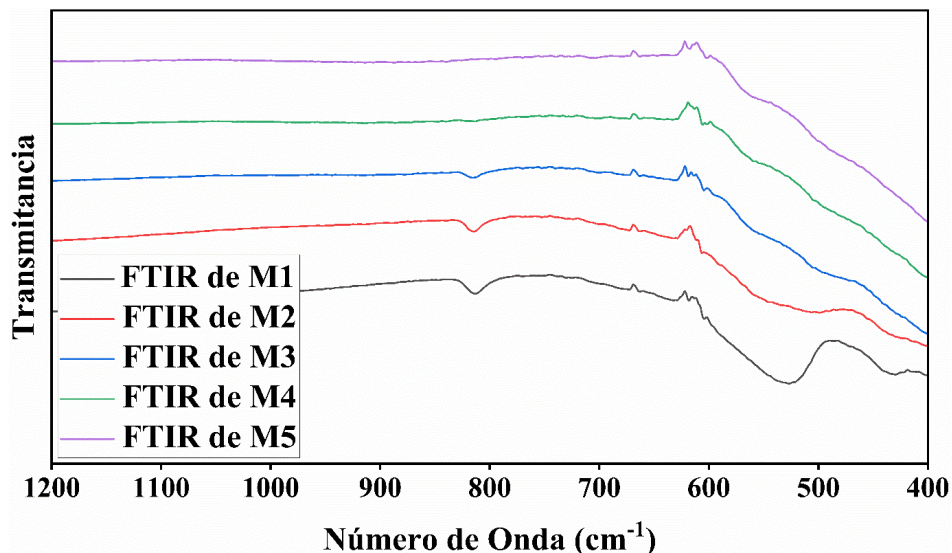
Nota. Los patrones de absorción UV – Vis fueron obtenidos para: (a) M1 (BFO puro), (b) M2, (c) M3, (d) M4 y (e) M5 (ZnO puro). Se puede observar que las muestras M1, M2, M3 y M4 poseen anchos de banda similares. Esto se debe a la composición de ambos materiales, la cual se ha realizado manualmente de forma macroscópica. **Fuente: Elaboración propia.**

Espectroscopía FTIR

La espectroscopía FTIR brinda información acerca de los cambios en la estructura molecular y química de los compuestos. Se puede observar un pico de absorción en 810 cm^{-1} (figura 18) provocado por un enlace Fe-O. Esto se atribuye a la formación de una fase altamente cristalina de BFO puro, por lo que se confirma la presencia de una estructura de perovskita. También se observa un pico de absorción en 520 cm^{-1} , el cual se atribuye a movimientos de estiramiento y doblez de enlaces Fe-O. (Dhanya et al., 2019)

Figura 18

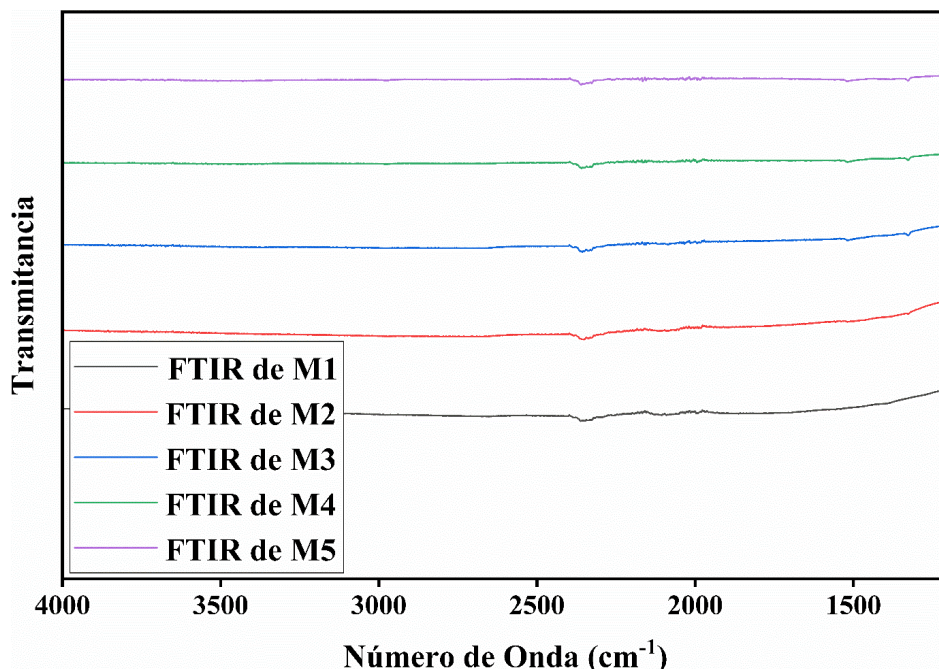
Espectroscopía FTIR de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc ($1200\text{-}400\text{ cm}^{-1}$)



Los picos presentados desde $2400\text{ a }2000\text{ cm}^{-1}$ (figura 19) se atribuyen a la presencia de sustancias carbonosas producidas durante las etapas de combustión en la síntesis de los compuestos. (Amin et al., 2017)

Figura 19

Espectroscopía FTIR de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc (4000-1200 cm^{-1})



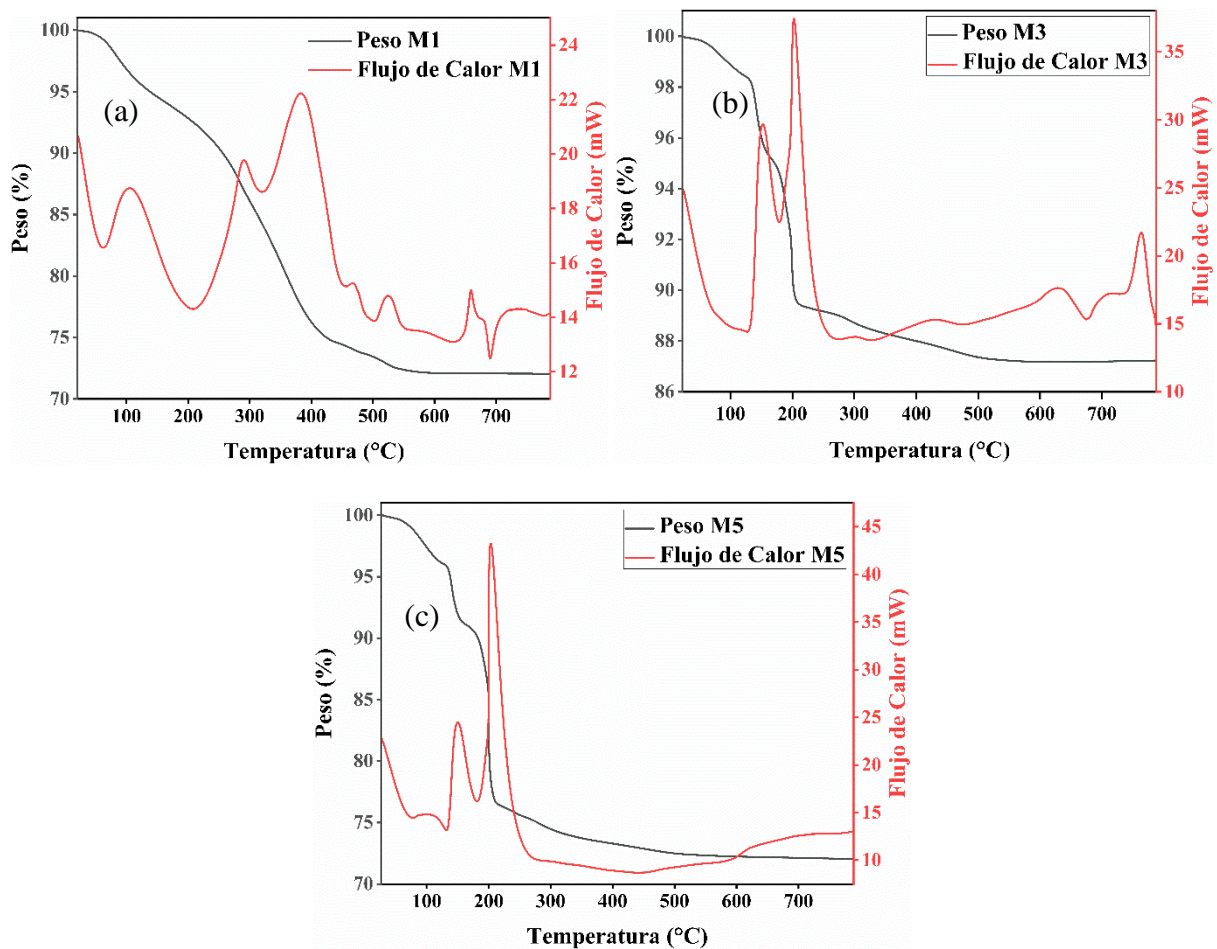
Propiedades Térmicas

Análisis Térmicos

Los análisis térmicos realizados fueron: Análisis Termogravimétrico (TGA) y Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC). El análisis termogravimétrico de la muestra de Ferrita de Bismuto (M1) demostró que la pérdida de masa se divide en 4 etapas: primera etapa (25 – 200 °C), segunda etapa (200 – 420 °C), tercera etapa (420 – 530 °C) y cuarta etapa (530 – 780 °C). El análisis termogravimétrico de la muestra a partes iguales de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc (M3) y la muestra de Óxido de Zinc puro arrojó resultados similares, teniendo ambas 4 etapas: primera etapa (25 – 125 °C), segunda etapa (125 – 180 °C), tercera etapa (180 – 210 °C) y cuarta etapa (210 – 780 °C).

Figura 20

Análisis Térmicos de los Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc



Nota: Los análisis térmicos fueron obtenidos para: (a) M1 (BFO puro), (b) M3 y (c) M5 (ZnO puro).

Estabilidad Térmica de los Compuestos

Los compuestos sintetizados son estables térmicamente, puesto que las temperaturas utilizadas para sus síntesis aseguraron la evaporación de fases adicionales. El Análisis Termogravimétrico demuestra que los compuestos son estables después de los 500 °C, puesto que no se experimentan cambios en su masa, mientras que la Calorimetría Diferencial de Barrido, demostró que existen intercambios de calor mínimos a partir de los 600 °C.

Aplicación en Fotocatálisis de Rodamina B

Procedimiento Experimental de Fotodegradación

Los resultados obtenidos fueron analizados mediante la espectroscopía UV – Vis. Para ello, se extraía 2 ml de muestra de la solución contaminante – fotocatalizador cada 30 minutos, el cual poseía una concentración de 5 mg/l de contaminante (Rodamina B) y 250 mg/l de fotocatalizador. En esta sección, se analizará individualmente el rendimiento de fotocatálisis que han obtenido las muestras M1, M2, M3, M4 y M5. Todas las muestras han sido capaces de degradar el contaminante, por lo que, nuestro interés se enfocará en la eficiencia de degradación que posee cada una de ellas y compararlas.

Muestra M1

Se puede observar, en la figura 21, que la muestra M1 logra degradar la rodamina B. La eficiencia de degradación es calculada mediante el modelo cinético de degradación de pseudo – primer orden (MCD), dando como resultado una eficiencia de degradación de $(0,00842 \pm 3,22628 \cdot 10^{-4}) \text{ min}^{-1}$.

Con los datos obtenidos de la figura 22, hallamos la intersección con el eje vertical (0,48163) y el valor de la pendiente $(-0,00842, R^2 = 0,97288)$, culminando con la obtención del factor de degradación. Este último, es considerado (según el modelo cinético de pseudo primer orden) como el valor de la eficiencia fotocatalítica de M1.

La ecuación que modela la cinética de degradación del colorante con Rodamina B utilizando el compuesto M1 es

$$C = C_0 \cdot e^{-0,00842 \cdot t}, \quad (17)$$

donde, C es la concentración final de Rodamina B, C_0 es la concentración de Rodamina B inicial, k es el factor de degradación y t es el tiempo transcurrido.

Figura 21

Curvas de Absorbancia de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M1

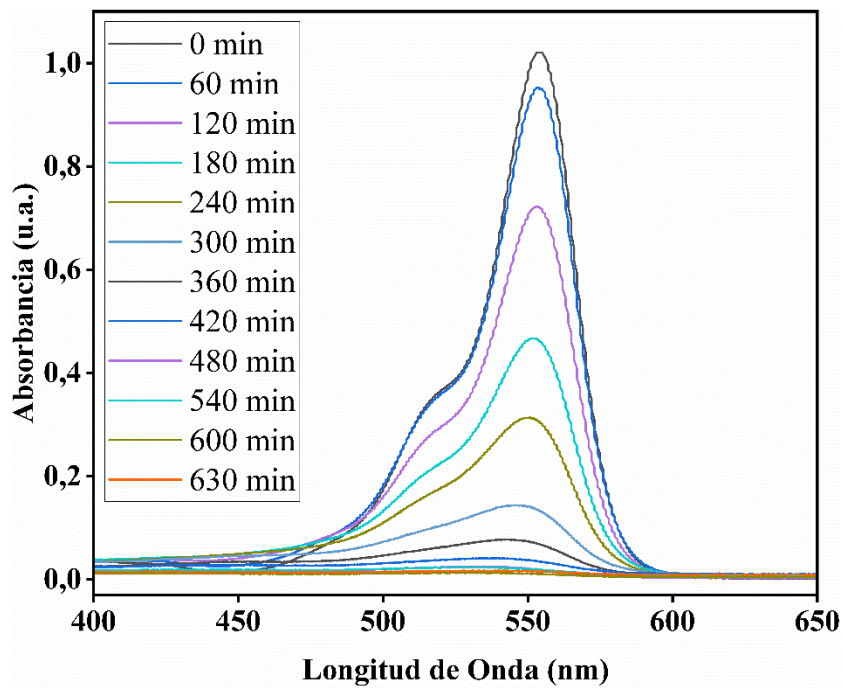
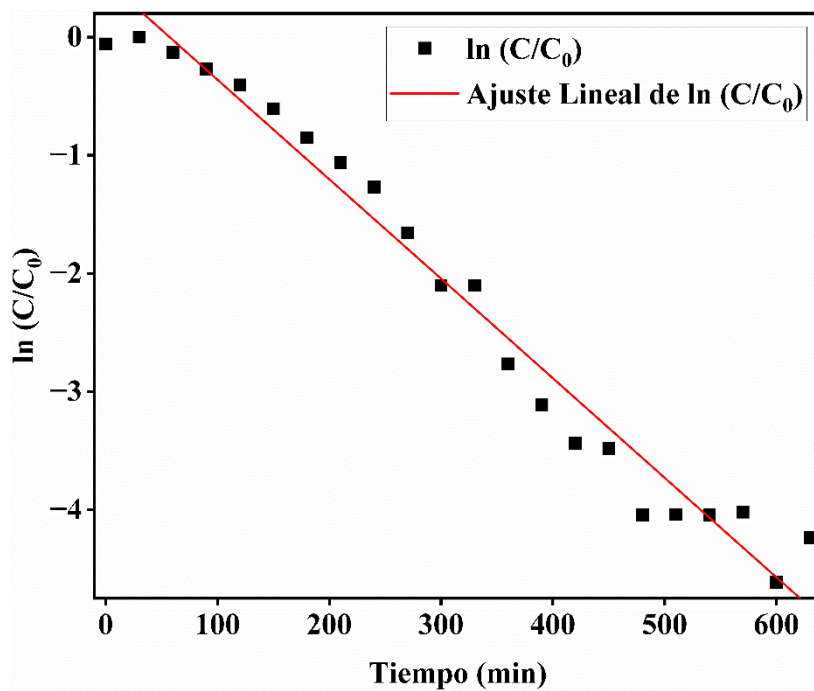


Figura 22

Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M1

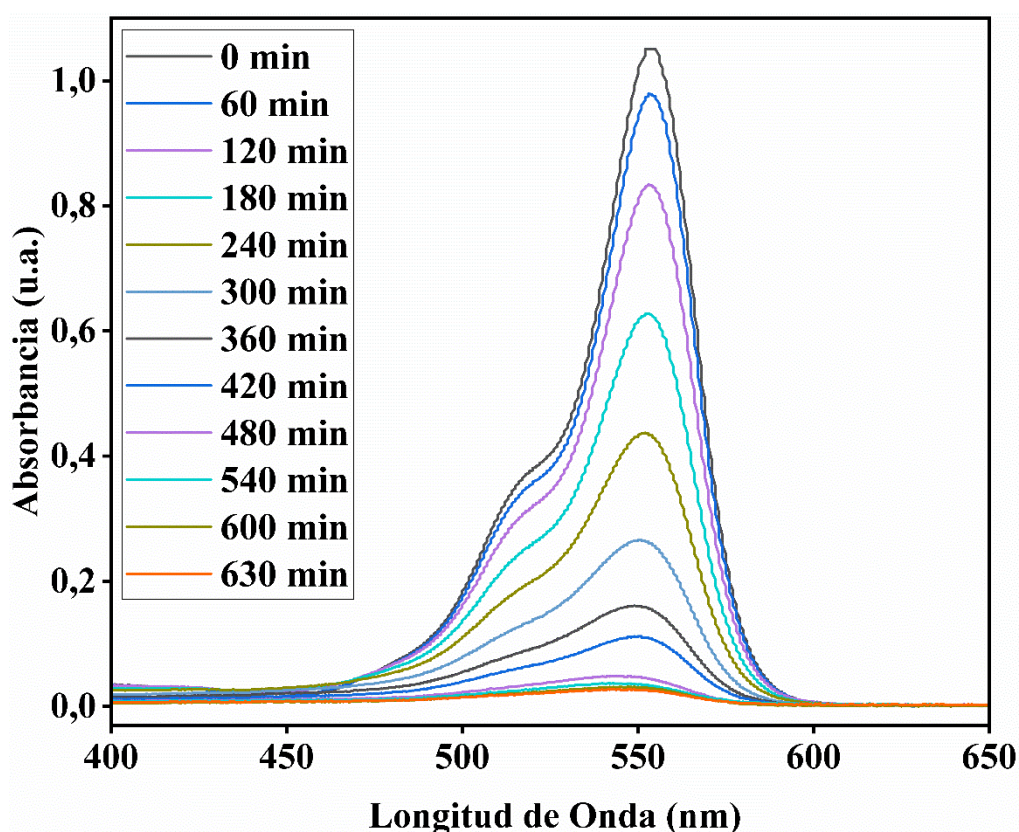


Muestra M2

La eficiencia de degradación no ha sufrido grandes cambios, ya que, se puede apreciar que las curvas de absorbancia en la figura 23 son similares a las curvas de absorbancia en la figura 21.

Figura 23

Curvas de Absorbancia de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M2

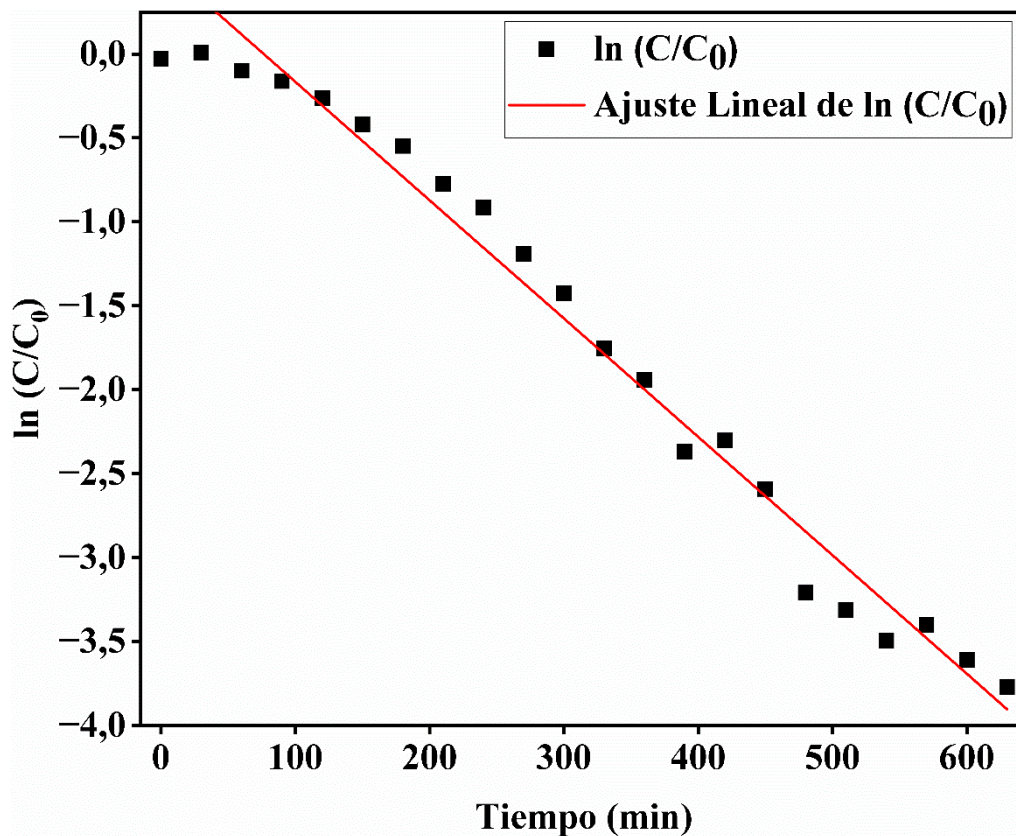


El MCD revela que la eficiencia de degradación de la muestra M2 es de $(0,00705 \pm 2,24182 \cdot 10^{-4}) \text{ min}^{-1}$, con una relación de correspondencia de $R^2 = 0,98117$. La ecuación que modela la cinética de degradación del colorante con rodamina B utilizando el compuesto M2 se expresa por

$$C = C_0 \cdot e^{-0,00705 \cdot t} \quad (18)$$

Figura 24

Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M2



Muestra M3

Se puede apreciar en la figura 25 que las curvas de absorbancia están más separadas en comparación a las figuras 21 y 23. Mediante el MCD, se calculó que la eficiencia de degradación de la muestra M3 es de $(0,01362 \pm 0,00153) \text{ min}^{-1}$, con una relación de correspondencia de $R^2 = 0,84709$.

La ecuación que modela la cinética de degradación del colorante con rodamina B utilizando el compuesto M3 se formula como

$$C = C_0 \cdot e^{-0,001362 \cdot t} \quad (19)$$

Figura 25

Curvas de Absorbancia de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M3

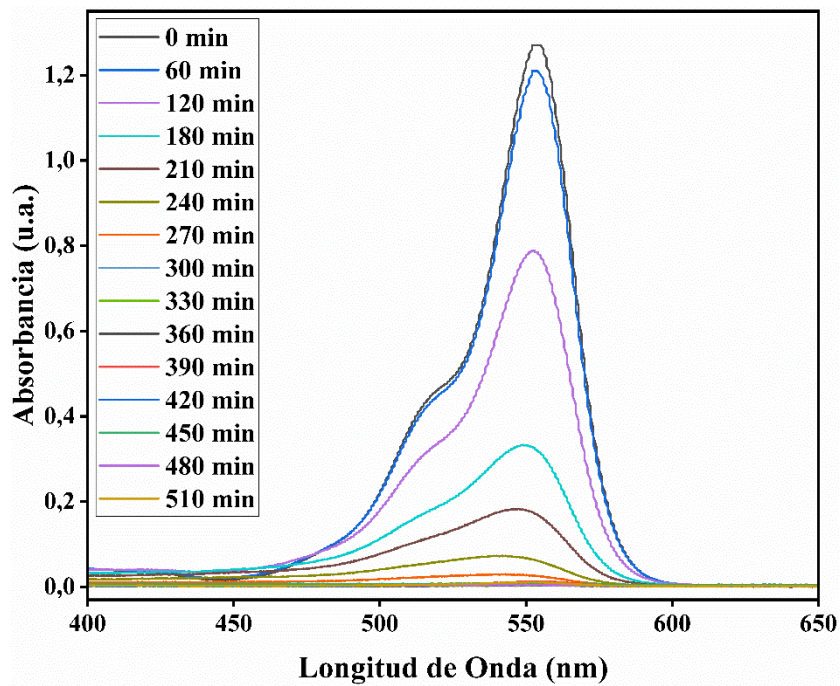
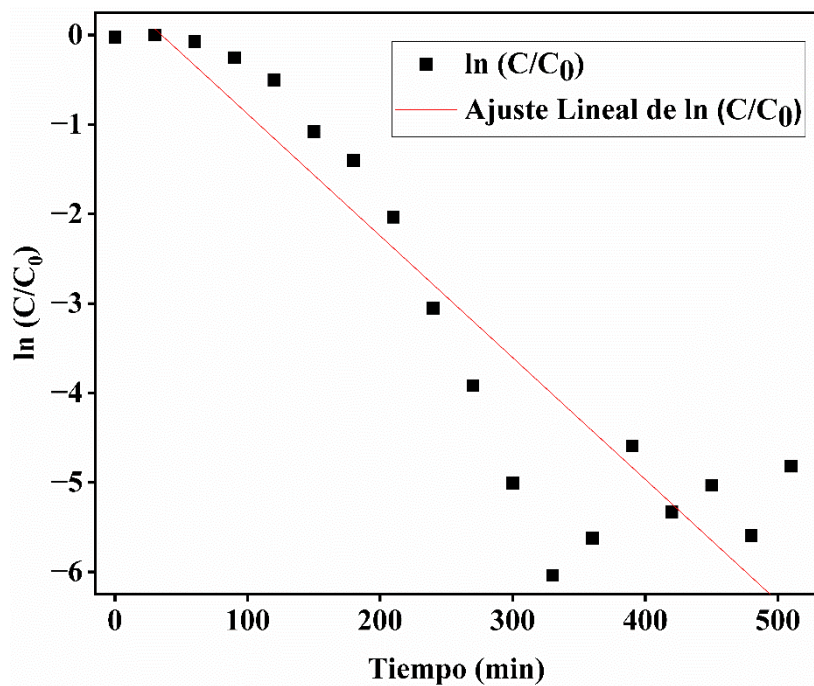


Figura 26

Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M3

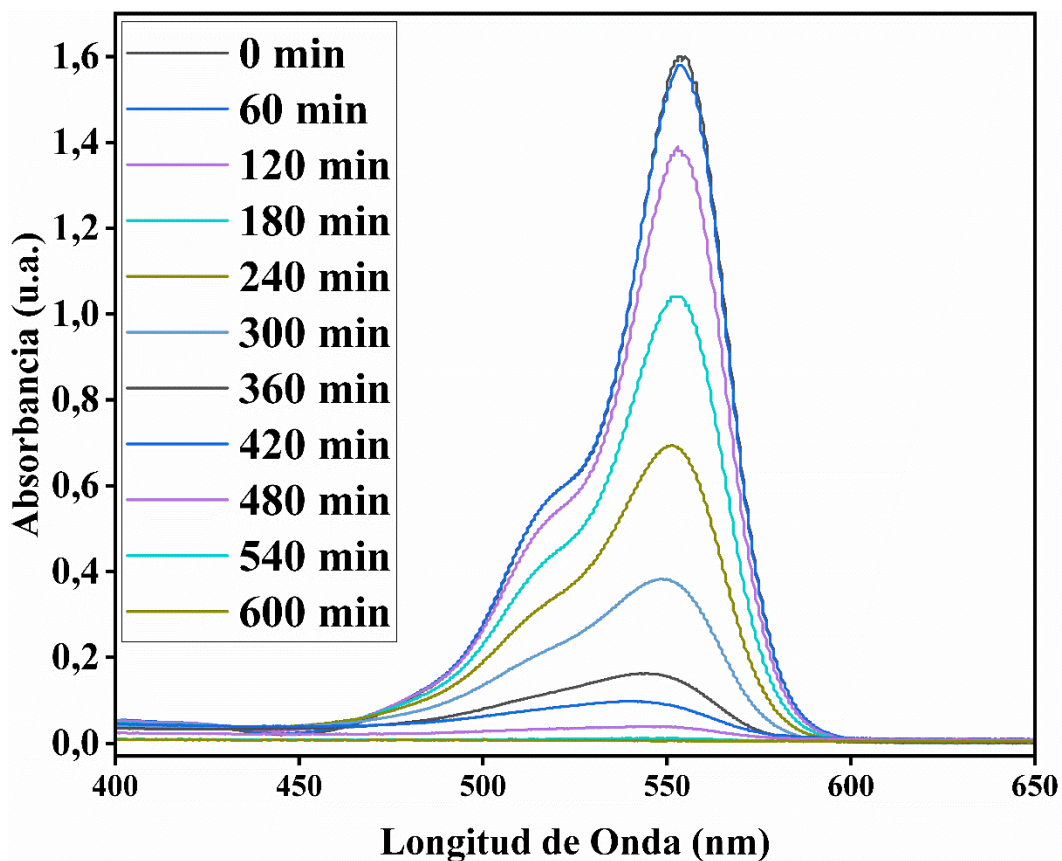


Muestra M4

En la figura 27, se puede apreciar que las curvas de absorción están algo más juntas.

Figura 27

Curvas de Absorbancia de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M4



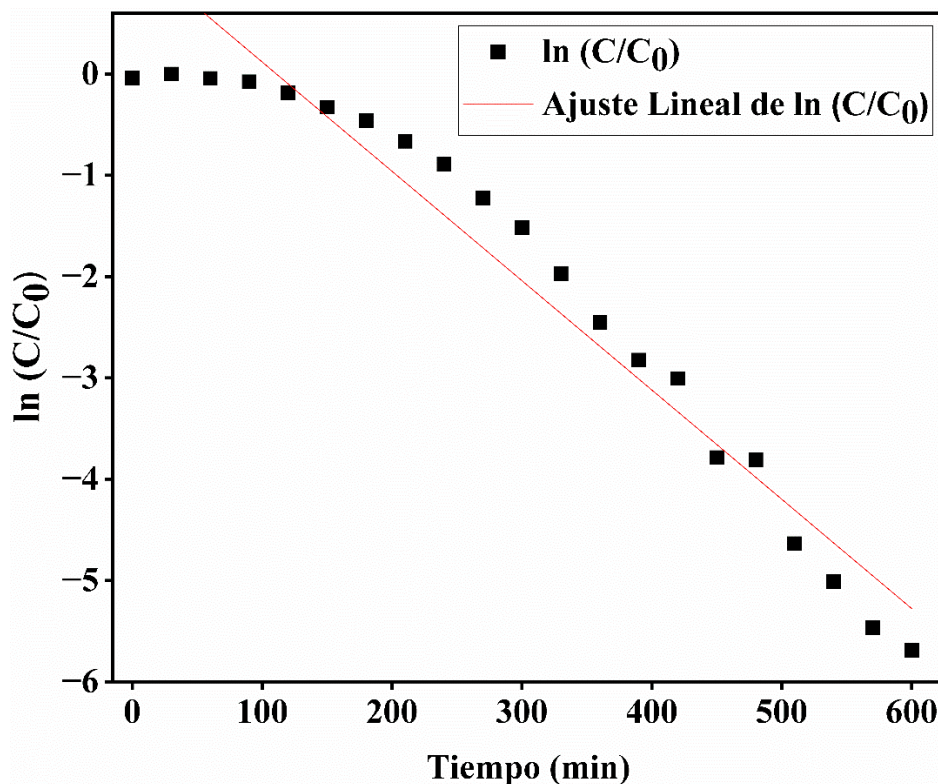
El MCD obtuvo que la eficiencia de degradación del colorante debido a la muestra M4 es $(0,01079 \pm 5,55084 \cdot 10^{-4}) \text{ min}^{-1}$, con una relación de correspondencia $R^2 = 0,95454$.

Por lo tanto, la ecuación que modela la cinética de degradación del colorante con Rodamina B utilizando el compuesto M4 se formula como

$$C = C_0 \cdot e^{-0,01079 \cdot t}. \quad (20)$$

Figura 28

Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M4



Muestra M5

Las curvas de absorción están mucho más separadas que en las figuras 21, 23, 25 y 27, este efecto se atribuye a la capacidad que tiene el óxido de zinc como agente fotocatalizador.

Aplicando el MCD, se obtuvo que la eficiencia de degradación de la muestra M5 es de $(0,0227 \pm 0,00324) \text{ min}^{-1}$, con una correspondencia de $R^2 = 0,87551$.

Por lo tanto, la ecuación que modela la cinética de degradación del colorante con Rodamina B utilizando el compuesto M5 se formula como

$$C = C_0 \cdot e^{-0,0227 \cdot t} \quad (21)$$

Figura 29

Curvas de Absorbancia de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M5

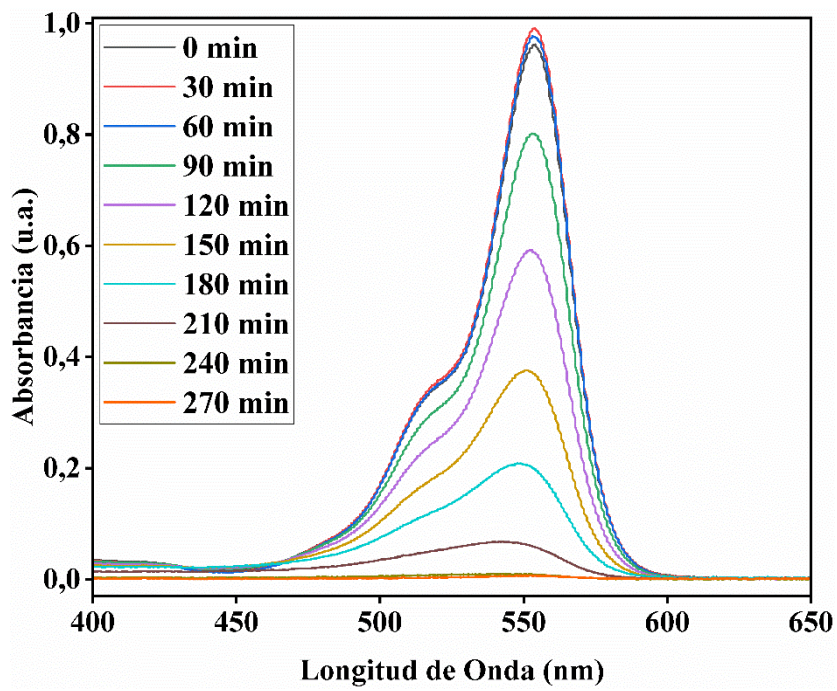
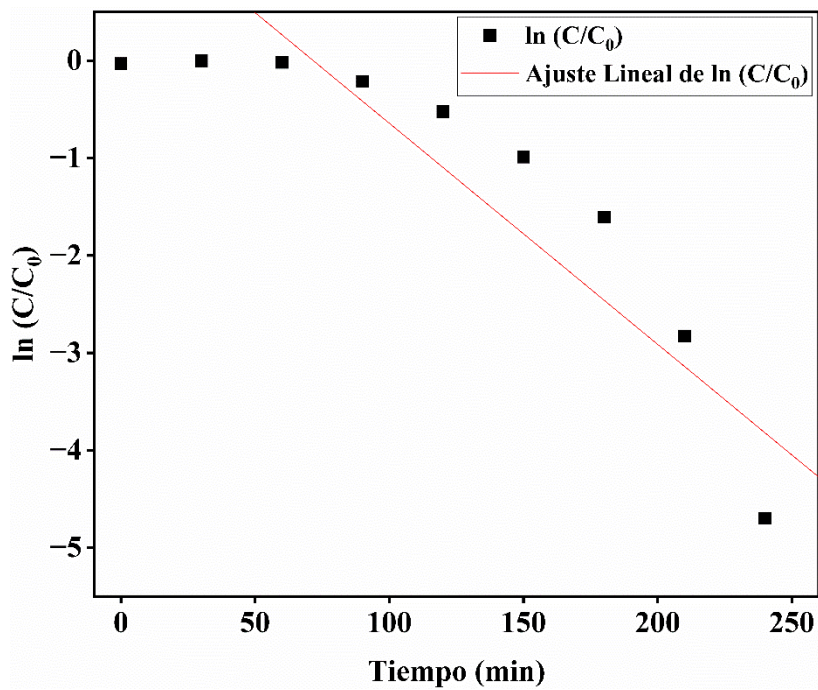


Figura 30

Gráfico del Modelo Cinético de Degradación de Pseudo Primer Orden de la Solución Contaminante – Fotocatalizador M5



Nótese, que el factor de degradación es mayor en M5 ($0,0227 \text{ min}^{-1}$) que en M4 ($0,01079 \text{ min}^{-1}$), M3 ($0,01362 \text{ min}^{-1}$), M2 ($0,00705 \text{ min}^{-1}$) y M1 ($0,00842 \text{ min}^{-1}$). Este hecho revela que el óxido de zinc posee una mayor actividad fotocatalítica que la ferrita de bismuto, ambos sintetizados por los métodos expuestos en el capítulo 3.

Factores que Influyen en la Actividad Fotocatalítica

La actividad fotocatalítica se ve influenciada por: la concentración del fotocatalizador, la concentración del colorante y el tiempo de exposición. Otros factores no analizados en este experimento pero que pueden influenciar la actividad fotocatalítica son: el pH de la solución, la temperatura de la solución y la longitud de onda de la luz incidente.

La concentración del fotocatalizador favorece la generación de superóxidos, encargados de la degradación de los colorantes orgánicos. El aumento de la concentración del colorante aumentará la dificultad requerida para conseguir purificar una solución. El tiempo de exposición aumentará la cantidad de superóxidos, puesto que este proceso es gradual.

Comparación con Otros Fotocatalizadores Reportados

El análisis de la cinética de degradación fotocatalítica ha sido investigado anteriormente para diversos semiconductores. En el estudio de Mohammad (2005), el dióxido de titanio ha sido reportado con un ritmo de degradación de entre $0,0667 \text{ min}^{-1}$ hasta $0,1076 \text{ min}^{-1}$. La eficiencia de degradación alcanzada en este trabajo ha sido de 12,17% (para BiFeO_3 puro), hasta un 32,81% (para ZnO). En este trabajo, además, se experimentó con un agente reactante (H_2O_2), el cual puede influir en la capacidad de degradación final (Mohammad, Arami, Yousefi, & Salman, 2005).

Comparado con el estudio realizado por Wang (2011), quien realizó un estudio de la cinética de degradación de nanopartículas de ferrita de bismuto, la eficiencia de degradación obtenida por la muestra M1 (BiFeO_3 puro) fue un 12,17% de la obtenida en su investigación.

Además, comparado con el óxido de zinc, la eficiencia aumenta a un 32,81%. Sin embargo, dicho resultado fue obtenido en una solución con pH de 0,5, variable que no ha sido considerada en el presente estudio (Wang, Lin, Ding, & Jiang, 2011).

Posibles Mecanismos de Degradación de Compuestos

Los colorantes orgánicos pueden ser degradados por los siguientes mecanismos:

- Fotocatálisis
- Autosensibilización y Autodegradación
- Sensibilización y Reducción por una Molécula Secundaria.

En el diseño experimental realizado, se eliminó el segundo y tercer factor, puesto que las únicas sustancias presentes en la solución son: rodamina B (colorante) y el compuesto de ferrita de bismuto y óxido de zinc (fotocatalizador). Además, la fotodegradación fue realizada por el semiconductor, cuyo mecanismo de fotocatálisis ya ha sido anteriormente expuesto.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

- La caracterización de la absorbancia (Espectroscopía UV – Vis), propiedades morfológicas (Microscopía Electrónica de Barrido) y propiedades estructurales (Difracción de Rayos X) de las muestras de ferrita de bismuto y óxido de zinc confirmaron la presencia de estos precursores, por lo que los compuestos contienen estos precursores en la proporción determinada para cada uno de ellos.
- Se determinó que el ancho de banda de los compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc son 2,029 eV, 2,086 eV, 2,023 eV, 2,030 eV y 3,132 eV para M1, M2, M3, M4 y M5 respectivamente. Esta energía corresponde al espectro UV cercano, por lo la luz solar, en condiciones ambientales óptimas, podría producir la fotocatalisis en estos compuestos.
- La eficiencia de degradación fotocatalítica es de 0,00842, 0,00705, 0,01362, 0,01079 y 0,0227 min⁻¹ para M1, M2, M3, M4 y M5 respectivamente. Estos valores indican que los compuestos son más eficientes mientras mayor sea la proporción de óxido de zinc posean, obteniendo la mayor eficiencia en el compuesto M5, que solo contiene óxido de zinc.
- El óxido de zinc posee una eficiencia fotocatalítica mayor a la ferrita de bismuto, pero la eficiencia de la ferrita de bismuto podría verse incrementada dopándolo con otros átomos. Teniendo en cuenta que el ancho de banda de la ferrita de bismuto es menor al del óxido de zinc, es posible que su eficiencia aumente cuando es expuesta a la luz del sol, puesto que el sol emite mayor radiación en el espectro visible que en el espectro UV.

BIBLIOGRAFÍA

Afkhami, A., & Moosavi, R. (15 de Febrero de 2010). Adsorptive Removal of Congo Red, a Carcinogenic Textile Dye, from Aqueous Solutions by Maghemite Nanoparticles. *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 174(No. 1-3), 398-403. doi:10.1016/j.jhazmat.2009.09.066

Ahmed, S., & Haider, W. (2018). Heterogeneous photocatalysis and its potential applications in water and wastewater treatment: a review. *Nanotechnology*, XXIX(34). doi:<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1361-6528/aac6ea/meta>

Al-Rasheed, R. (Mayo de 2005). Water Treatment by Heterogeneous Photocatalysis an Overview. *4th SWCC Acquired experience symposium, XIX*, 1-14. Obtenido de <https://www.semanticscholar.org/paper/WATER-TREATMENT-BY-HETEROGENEOUS-PHOTOCATALYSIS-AN-AL-Rasheed-Arabia/cf1d31a956c542769d46e886c79255fa4701e654>

Al-Sakkaf, B., & Nasreen, S. (30 de Marzo de 2020). Degradation Pattern of Textile Effluent by Using Bio and Sono Chemical Reactor. (F. Feng, Ed.) *Journal of Chemistry*. doi:10.1155/2020/8965627

American Elements. (s.f.). *Bismuth Ferrite*. Obtenido de <https://www.americanelements.com/bismuth-ferrite-12010-42-3>

Ameta, R., & Ameta, S. (2017). *Photocatalysis: Principles and Applications*. Taylor & Francis Group.

- Ameta, R., Solanki, M., Benjamin, S., & S, A. (23 de Febrero de 2018). Photocatalysis. *Advanced Oxidation Processes for Wastewater Treatment*. doi:10.1016/B978-0-12-810499-6.00006-1
- Amin, M., Rafique, H., & Yousaf, M. (2017). Multiferroicity in sol–gel synthesized Sr/Mn co-doped BiFeO₃ nanoparticles. *Journal of Material Science: Materials in Electronics*, 17234-17244. doi:10.1007/s10854-017-7654-3
- Aryal, D. (1 de Septiembre de 2022). *Dyes: Definition, Classification & Examples*. Obtenido de <https://chemistnotes.com/organic/dye-definition-classification-example/>
- Banerjee, S., Dionysiou, D., & Pillai, S. (2 de Abril de 2015). Self-cleaning applications of TiO₂ by photo-induced hydrophilicity and photocatalysis. *Applied Catalysis B: Environmental*, CLXXVI-CLXXVII, 396-428. doi:10.1016/j.apcatb.2015.03.058
- Berradi, M., Hsissou, R., Khudair, M., Assouag, M., Cherkaoui, O., El Bachiri, A., & El Harfi, A. (19 de Noviembre de 2019). Textile Finishing Dyes and their Impact on Aquatic Environs. *Heliyon*, Vol. 5 (No. 11). doi:10.1016/j.heliyon.2019.e02711
- Berthomieu, C., & Hienerwadel, R. (10 de Junio de 2009). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. *Photosynthesis Research*, CI, 157-170. doi:10.1007/s11120-009-9439-x
- Biolin Scientific. (13 de Noviembre de 2018). *What does self-cleaning mean?* (S. Lauren, Productor) Obtenido de <https://www.biolinscientific.com/blog/what-does-self-cleaning-mean>
- Borker, P., & Salker, A. (25 de Agosto de 2006). Photocatalytic Degradation of Textile Azo Dye Over Ce¹⁻-xSn_xO₂ Series. *Materials Science and Engineering: B*, Vol. 133 , 55-60. doi:10.1016/j.mseb.2006.05.007

- Bottom, R. (2008). Thermogravimetric Analysis. En *Principles and Applications of Thermal Analysis* (págs. 88-89). Blackwell Publishing.
- Byrappa, K., Subramani, A., Ananda, S., & al., e. (2006). Photocatalytic degradation of rhodamine B dye using hydrothermally synthesized ZnO. *Bulletin of Materials Science*, XXIX, 433-438. doi:<https://doi.org/10.1007/BF02914073>
- Catalan, G., & Scott, J. (18 de Junio de 2009). Physics and Applications of Bismuth Ferrite. *Advanced Materials*, XXI, 2463–2485. doi:<https://doi.org/10.1002/adma.200802849>
- Chen, X., Wu, Z., Liu, D., & Gao, Z. (21 de Febrero de 2017). Preparation of ZnO Photocatalyst for the Efficient and Rapid Photocatalytic Degradation of Azo Dyes. *Nanoscale Research Letters*, Vol. 12 (No. 143). doi:10.1186/s11671-017-1904-4
- Choi, J. (01 de Enero de 2014). *Dye*. Obtenido de https://link.springer.com/referenceworkentry/10.1007/978-3-642-27851-8_182-1
- Comité Científico. (2012). *Óxido de zinc (en forma de nanopartícula)*. Obtenido de https://ec.europa.eu/health/scientific_committees/opinions_layman/zinc-oxide/es/about-zinc_oxide.htm#7
- Desore, A., & Sapna, N. (20 de Abril de 2017). An Overview on Corporate Response Towards Sustainability Issues in Textile Industry. *Environment, Development and Sustainability*, Vol. 20 (No. 4), 1439-1459. doi:10.1007/s10668-017-9949-1
- Dhanya, S., Nair, S., & Satapathy, J. (2019). Structural and Spectroscopic Characterization of Bismuth-Ferrites. *International Conference on Inventive Material Science Applications*. doi:10.1063/1.5131604
- Donkadokula, N., Kola, A., Naz, I., & Saroj, D. (25 de Julio de 2020). A Review on Advanced Physico-Chemical and Biological Textile Dye Wastewater Treatment Techniques.

Reviews in Environmental Science and Bio/Technology, Vol. 19, 543-560.
doi:10.1007/s11157-020-09543-z

Dues, C., Schmidt, W., & Sanna, S. (21 de Febrero de 2019). Water Splitting Reaction at Polar Lithium Niobate Surfaces. *American Chemical Society*, IV(2), 3850–3859.
doi:10.1021/acsomega.8b03271

Edinburgh Instruments. (s.f.). *UV-Vis Spectroscopy*. Obtenido de
<https://www.edinst.com/techniques/uv-vis-spectroscopy/>

Fath, B. (2019). *Encyclopedia of Ecology* (Segunda ed., Vol. Vol. 4). Elsevier. Obtenido de
<https://www.sciencedirect.com/referencework/9780444641304/encyclopedia-of-ecology>

Ferrer, N. (s.f.). *Applications of Fourier transform infrared spectroscopy*. Obtenido de
https://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/32136/1/ChT03%20-%20Applications%20of%20FTIR_ed2.pdf

Gabbott, P. (2008). A Practical Introduction to Differential Scanning Calorimetry. En *Principles and Applications of Thermal Analysis* (págs. 2-3). Blackwell Publishing.

Gao, T., Chen, Z., Huang, Q., Niu, F., Huang, X., Qin, L., & Huang, Y. (Enero de 2015). A Review: Preparation of Bismuth Ferrite Nanoparticles and its Applications in Visible-Light Induced Photocatalysis. *Reviews on Advanced Materials Science*, XL(2), 97-109.
Obtenido de
https://www.researchgate.net/publication/281704565_A_review_Preparation_of_bismuth_ferrite_nanoparticles_and_its_applications_in_visible-light_induced_photocatalyses

- Gao, X., & Meng, X. (27 de Septiembre de 2021). Photocatalysis for Heavy Metal Treatment: A Review. *Processes*, IX(10). doi:10.3390/pr9101729
- Gao, Y., Yang, B., & Wang, Q. (2018). Biodegradation and Decolorization of Dye Wastewater: A Review. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, Vol. 178. doi:10.1088/1755-1315/178/1/012013
- García, L. (2007). Introducción al Método Rietveld. *Centro de Investigación en Energía*, 6-14.
- Greenberg, J. (2019). Coded Aperture X-Ray Diffraction Tomography. En *X-Ray Diffraction Imaging* (pág. 5). Taylor & Francis Group.
- Gupta, K., Singh, R., Pandey, A., & Pandey, A. (2013). Photocatalytic antibacterial performance of TiO₂ and Ag-doped TiO₂ against *S. aureus*, *P. aeruginosa* and *E. coli*. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, IV, 345-351. doi:https://doi.org/10.3762/bjnano.4.40
- Haibo, O., Feng, H., Cuiyan, L., Liyun, C., & Jie, F. (2013). Synthesis of carbon doped ZnO with a porous structure and its solar-light photocatalytic properties. *Materials Letters*, 111, 217-220. doi:10.1016/j.matlet.2013.08.081
- Hassan, M., & Carr, C. (20 de Octubre de 2018). A Critical Review on Recent Advancements of the Removal of Reactive Dyes from Dyehouse Effluent by Ion-Exchange Adsorbents. *Chemosphere*, Vol. 209, 201-219. doi:10.1016/j.chemosphere.2018.06.043
- Houas, A., Lachheb, H., Ksibi, M., Elaloui, E., Guillard, C., & Herrmann, J. (2001). Photocatalytic degradation pathway of methylene blue in water. *Applied Catalysis B: Environmental*, XXXI(2), 145-157. doi:https://doi.org/10.1016/S0926-3373(00)00276-

Intertek. (s.f.). *Differential Scanning Calorimetry (DSC) Analysis*. Obtenido de <https://www.intertek.com/analysis/dsc/>

Irfan, S., Zhuanghao, Z., Li, F., Chen, Y.-X., Liang, G.-X., Luo, J.-T., & Ping, F. (24 de Octubre de 2019). Critical Review: Bismuth Ferrite as an Emerging Visible Light Active Nanostructured Photocatalyst. *Journal of Materials Research and Technology, Vol. 8* (No. 6), 6375-6389. doi:10.1016/j.jmrt.2019.10.004

Ismail, M., Akhtar, K., Khan, M., Kamal, T., Khan, M. A., M. Asiri, A., . . . Khan, S. B. (1 de Septiembre de 2019). Pollution, toxicity and carcinogenicity of organic dyes and their catalytic bio-remediation. *Current Pharmaceutical Design, Vol. 25*(No. 34), 3645-3663. doi:10.2174/1381612825666191021142026

Jukapli, N., & Bagheri, S. (31 de Agosto). Recent Developments on Titania Nanoparticle as Photocatalytic Cancer Cells Treatment. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology, CLXIII*, 421-430. doi:10.1016/j.jphotobiol.2016.08.046

Khalil, A., Gondal, M., & Dastagger, M. (2011). Augmented photocatalytic activity of palladium incorporated ZnO nanoparticles in the disinfection of Escherichia coli microorganism from water. *Applied Catalysis A: General, CDII*(1-2), 162-167. doi:<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2011.05.041>

Khursheed, A. (2021). SE Energy Spectrometer Design. En *Secondary Electron Energy Spectroscopy in the Scanning Electron Microscope* (pág. 1). World Scientific.

Koe, W. S., Lee, J. W., Chong, W. C., Pang, Y. L., & Sim, L. C. (21 de Diciembre de 2019). An Overview of Photocatalytic Degradation: Photocatalysts, Mechanisms, and Development of Photocatalytic Membrane. *Environmental Science and Pollution Research, XXVII*, 2522-2565. doi:10.1007/s11356-019-07193-5

- Kumar, S., Bhanjana, G., Ahlawat, W., & Heydarifard, S. (Febrero de 2014). Nanotechnology-Based Water Treatment Strategies. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, *XIV*, 1838–1858. doi:10.1166/jnn.2014.9050
- Kumar, S., Venkateswarlu, P., Rao, V., & Rao, G. (7 de Mayo de 2013). Synthesis, Characterization and Optical Properties of Zinc Oxide Nanoparticles. *International Nano Letters*, *III*(30). doi:<https://doi.org/10.1186/2228-5326-3-30>
- Lee, S. Y., Kang, D., Jeong, S., Do, H. T., & Kim, J. H. (18 de Febrero de 2020). Photocatalytic Degradation of Rhodamine B Dye by TiO₂ and Gold Nanoparticles Supported on a Floating Porous Polydimethylsiloxane Sponge under Ultraviolet and Visible Light Irradiation. *ACS Omega*, *Vol. 5* (No. 8), 4233-4241. doi:10.1021/acsomega.9b04127
- LibreTexts Chemistry. (s.f.). *X-ray diffraction (XRD) basics and application*. Obtenido de [https://chem.libretexts.org/Courses/Franklin_and_Marshall_College/Introduction_to_Materials_Characterization__CHM_412_Collaborative_Text/Diffraction_Techniques/X-ray_diffraction_\(XRD\)_basics_and_application](https://chem.libretexts.org/Courses/Franklin_and_Marshall_College/Introduction_to_Materials_Characterization__CHM_412_Collaborative_Text/Diffraction_Techniques/X-ray_diffraction_(XRD)_basics_and_application)
- Maeda, K., & Domen, K. (26 de Agosto de 2010). Photocatalytic Water Splitting: Recent Progress and Future Challenges. *The Journal of Physical Chemistry Letters*, *I*(18), 2655–2661. doi:10.1021/jz1007966
- Manzoor, A., Afzal, A., Amin, N., & Arshad, M. (2016). Investigation of Dielectric and Optical Properties of Structurally Modified Bismuth Ferrite Nanomaterials. *Ceramics International*. doi:10.1016/j.ceramint.2016.04.083i
- Maria, C. (29 de Agosto de 2012). Application of FTIR Spectroscopy in Environmental Studies. *Advanced Aspects of Spectroscopy*. doi:10.5772/48331

- Mohamed, M., Jaafar, J., Ismail, A., Othman, M., & Rahman, M. (3 de Marzo de 2017). Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. *Membrane Characterization*, 3-29. doi:10.1016/B978-0-444-63776-5.00001-2
- Mohammad, N., Arami, M., Yousefi, N., & Salman, N. (2005). Kinetics of Heterogeneous Photocatalytic Degradation of Reactive Dyes in an Immobilized TiO₂ Photocatalytic Reactor. *Journal of Colloid and Interface Science*. doi:10.1016/j.jcis.2005.08.007
- Narayan, B., Goutham, R., Srikanth, B., & Gopinath, K. (20 de Junio de 2018). A Novel Nano-Sized Calcium Hydroxide Catalyst Prepared from Clam Shells for the Photodegradation of Methyl Red Dye. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, Vol. 6(No. 3), 3640-3647. doi:10.1016/j.jece.2016.12.004
- News European Parliament. (26 de Abril de 2022). *The Impact of Textile Production and Waste on the Environment (Infographic)*. Obtenido de <https://www.europarl.europa.eu/news/en/headlines/society/20201208STO93327/the-impact-of-textile-production-and-waste-on-the-environment-infographic>
- NRDC. (s.f.). *Encourage Textile Manufacturers to Reduce Pollution*. Obtenido de <https://www.nrdc.org/issues/encourage-textile-manufacturers-reduce-pollution#:~:text=Textile mills generate one-fifth,by burning coal for energy.>
- Nuramdhani, I. (2011). *Towards Environmentally Benign Wastewater Treatment – Photocatalytic Study of Degradation of Industrial Dyes*. Canterbury: University of Canterbury.
- Organismo Internacional de Energía Atómica. (s.f.). *Espectrometría de rayos X*. Obtenido de <https://www.iaea.org/es/ciencia-nuclear/espectrometria-de-rayos-x>

- Osterloh, F., & Parkinson, B. (17 de Enero de 2011). Recent Developments in Solar Water - Splitting Photocatalysis. *MRS Bulletin*, XXXVI(1), 17-22. doi:10.1557/mrs.2010.5
- Parihar, V., Raja, M., & Paulose, R. (28 de Marzo de 2019). A Brief Review of Structural, Electrical and Electrochemical Properties of Zinc Oxide Nanoparticles. *Reviews on Advanced Materials Science*, VIII(2), 119-130. doi:10.1515/rams-2018-0009
- PerkinElmer. (s.f.). *Thermogravimetric Analysis (TGA)*. Obtenido de https://resources.perkinelmer.com/lab-solutions/resources/docs/faq_beginners-guide-to-thermogravimetric-analysis_009380c_01.pdf
- Perovskite-Info. (s.f.). *An Introduction to Perovskites*.
- Piccolo, M., Aceto, M., & Vitorino, T. (14 de Noviembre de 2018). UV-Vis Spectroscopy. *Physical Sciences Reviews*, IV(4). doi:10.1515/psr-2018-0008
- Ren, H., Koshy, P., Chen, W., Qi, S., & Sorrell, C. (31 de Agosto de 2016). Photocatalytic Materials and Technologies for Air Purification. *Journal of Hazardous Materials*, CCCXXV, 340-366. doi:10.1016/j.jhazmat.2016.08.072
- Rietveld, H. (2014). The rietveld method. *Physica Scripta*, 89(9). doi:10.1088/0031-8949/89/9/098002
- Ross, R. (05 de Diciembre de 2018). *What Is X-Ray Spectroscopy?* Obtenido de <https://www.livescience.com/64241-x-ray-spectroscopy.html>
- Sandhya, S. (1 de Enero de 2010). Biodegradation of Azo Dyes Under Anaerobic Condition: Role of Azoreductase. *Biodegradation of Azo Dyes*, Vol. 9, 39-57. doi:10.1007/698_2009_43

Science Education Resource Center at Carleton College. (s.f.). *X-ray Powder Diffraction (XRD)*. (G. I. Analysis, Editor) Obtenido de https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/XRD.html

Servicios Centrales de Apoyo a la Investigación. (s.f.). *Microscopía Electrónica de Barrido*. Obtenido de <https://www.scai.uma.es/areas/micr/sem/sem.html>

Solomon, R., Lydia, I., & Merlin, J. (2012). Enhanced photocatalytic degradation of azo dyes using nano Fe₃O₄. *Journal of the Iranian Chemical Society*, IX, 101-109. doi:<https://doi.org/10.1007/s13738-011-0033-8>

Srivastav, S., & Gajbhiye, N. (3 de Septiembre de 2012). Low Temperature Synthesis, Structural, Optical and Magnetic Properties of Bismuth Ferrite Nanoparticles. *Journal of the American Ceramic Society*, 1-5. doi:[10.1111/j.1551-2916.2012.05411.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2012.05411.x)

Swapp, S. (26 de Mayo de 2017). *Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Obtenido de https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/SEM.html

Takagi, K., Makimoto, T., Hiraiwa, H., & Negishi, T. (9 de Noviembre de 2001). Photocatalytic, antifogging mirror. *Journal of Vacuum Science & Technology*. doi:[10.1116/1.1415357](https://doi.org/10.1116/1.1415357)

Theodorakis, C., Swartz, C., Rogers, W., & Bickham, J. (Junio de 2000). Relationship Between Genotoxicity, Mutagenicity, and Fish Community Structure in a Contaminated Stream. *Journal of Aquatic Ecosystem Stress and Recovery*, Vol. 7, 131-143. doi:[10.1023/A:1009971330138](https://doi.org/10.1023/A:1009971330138)

ThermoFisher Scientific. (s.f.). *Optical Microscopy vs SEM - The Key Differences Explained*. Obtenido de <https://www.thermofisher.com/pe/en/home/materials-science/learning-center/applications/sem-optical-microscopes-difference.html>

Tran, H., Quan, D., Do, P., & Tran, U. (2023). Kinetics of Photocatalytic Degradation of Organic Compounds: a Mini-Review and New Approach. *Royal Society of Chemistry*, 16916-16917. doi:10.1039/D3RA01970E

University of Calgary. (s.f.). *Band Gap*. Obtenido de https://energyeducation.ca/encyclopedia/Band_gap

UW Departments Web Server. (s.f.). *Electromagnetic Spectrum*. Obtenido de https://depts.washington.edu/cmditr/modules/lum/electromagnetic_spectrum.html

Wang, X., Lin, Y., Ding, X., & Jiang, J. (2011). Enhanced Visible-Light-Response Photocatalytic Activity of Bismuth Ferrite Nanoparticles. *Journal of Alloys and Compounds*. doi:10.1016/j.jallcom.2011.03.074

World Health Organization. (2010). *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans* (Vol. IC). Lyon, France. Obtenido de https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK385442/#p67_bib1

ANEXOS

Figura A – 1

Pesado del Nitrato de Hierro

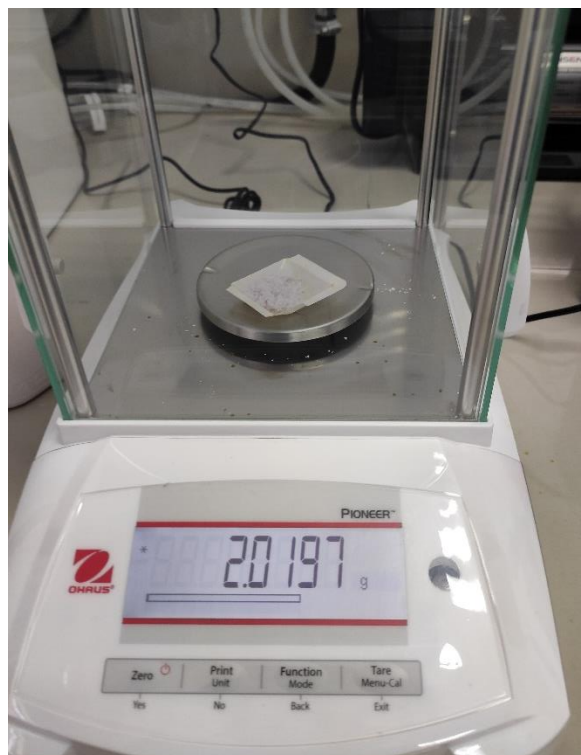


Figura A – 2

Disolución del Nitrato de Hierro y del Nitrato de Bismuto

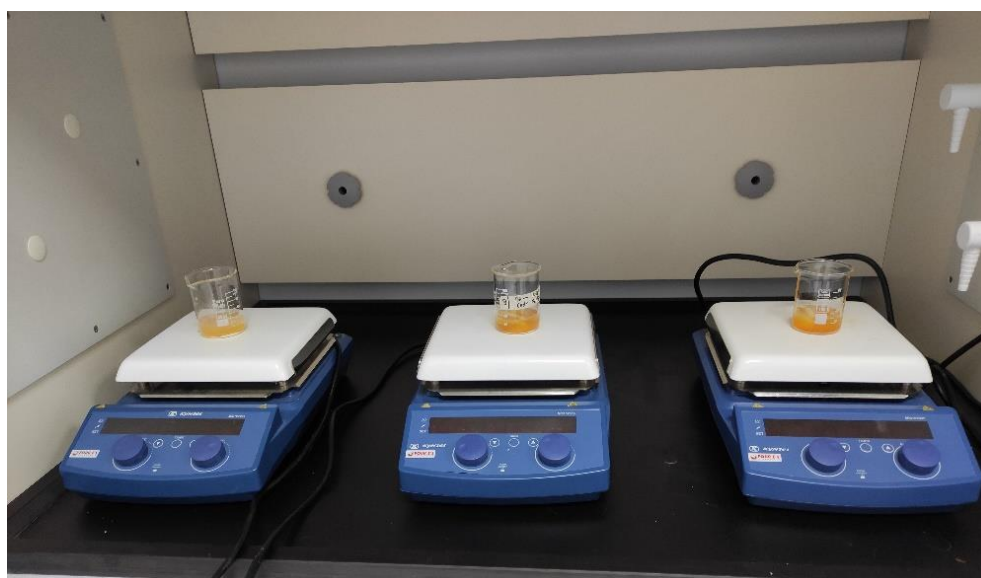


Figura A – 3

Calcinado del Gel Precursor de la Ferrita de Bismuto



Figura A – 4

Etapa Previa al Lavado de la Ferrita de Bismuto con Ácido Acético



Figura A – 5

Preparación de la Solución de Ácido Acético para el Lavado

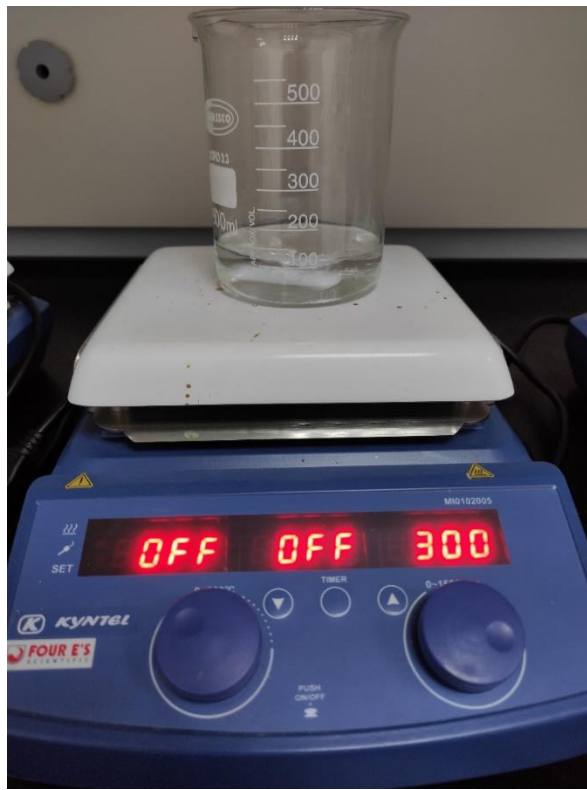


Figura A – 6

Configuración de Materiales y Compuestos para el Lavado



Figura A – 7

Lavado de la Ferrita de Bismuto

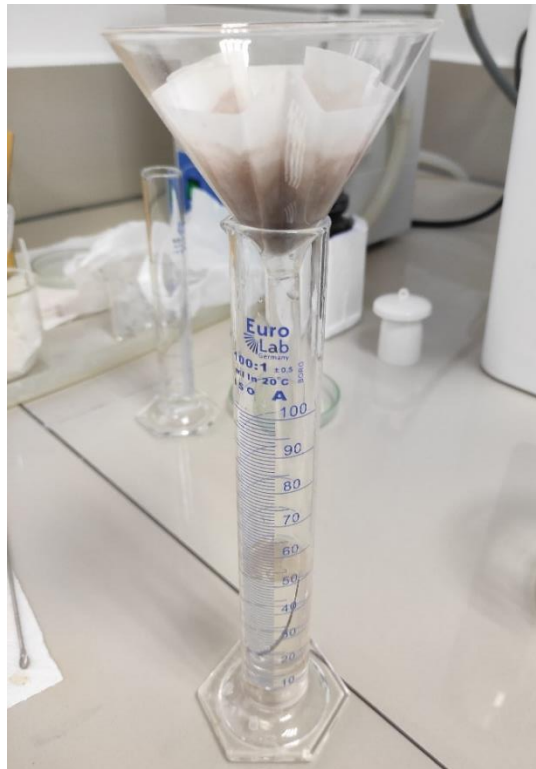


Figura A – 8

Secado de la Ferrita de Bismuto Después del Lavado



Figura A – 9

Extracción de la Ferrita de Bismuto



Figura A – 10

Preparación de la Solución de Hidróxido de Potasio



Figura A – 11

Adición de la Solución de Acetato de Zinc a la Solución de Hidróxido de Potasio



Figura A – 12

Secado del Óxido de Zinc



Figura A – 13

Triturado del Óxido de Zinc

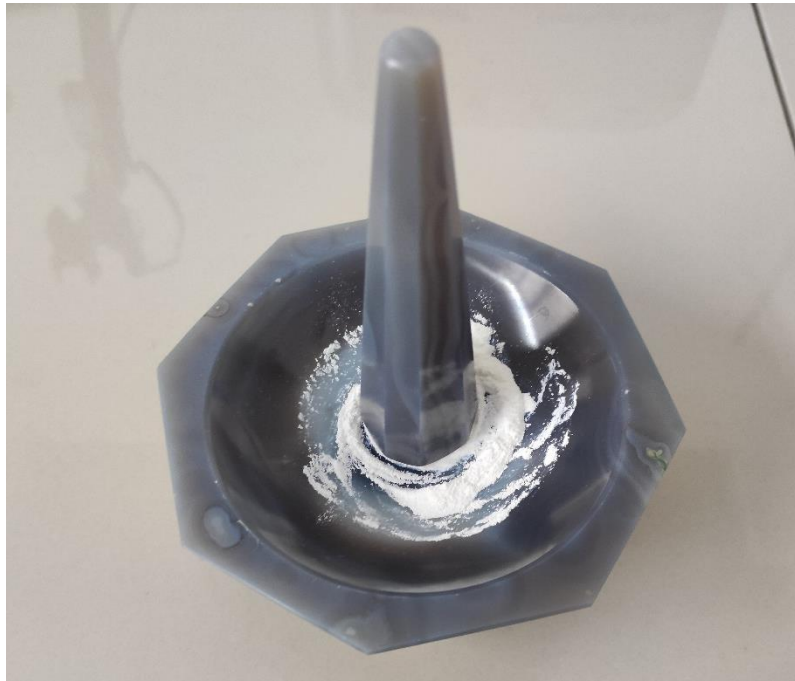


Figura A – 14

Composición de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc

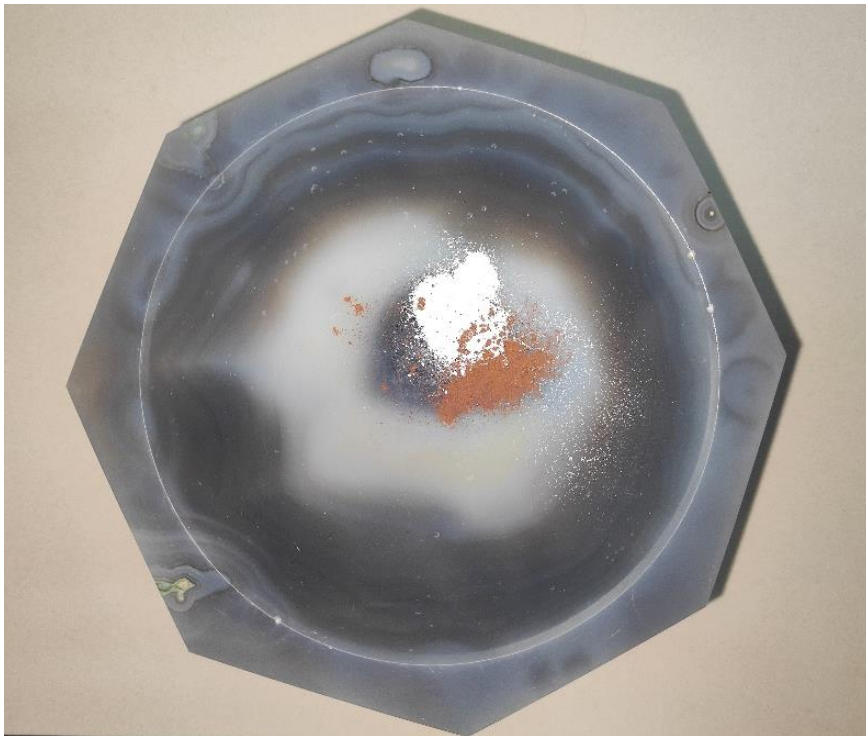


Figura A – 15

Compuestos de Ferrita de Bismuto y Óxido de Zinc



Figura A – 16

Pesado del Colorante Rodamina B

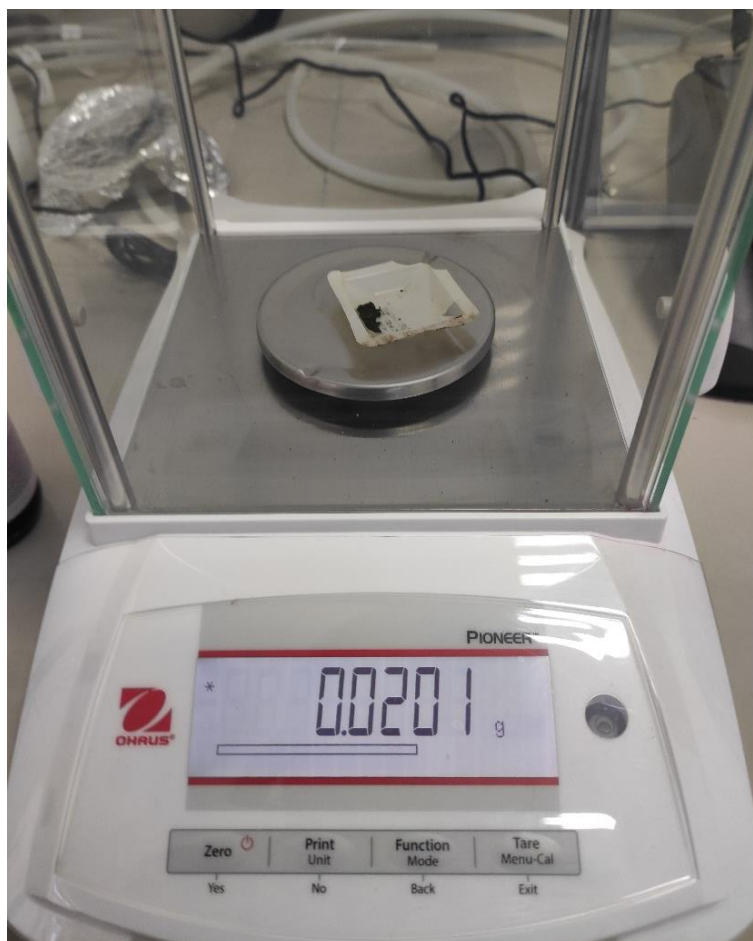


Figura A – 17

Preparación de la Solución de Rodamina B



Figura A – 18

Solución de Rodamina B con Concentración 5mg/L



Figura A – 19

Proceso de Fotocatálisis



Figura A – 20

Extracción de la Solución de Contaminante – Fotocatalizador



Figura A – 21

Diferentes Muestras de la Solución de Contaminante – Fotocatalizador

