

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN REACTOR FOTOCATALÍTICO  
DE RADIACIÓN SOLAR SIMULADA**



**MARIA FERNANDA QUIÑONEZ PATIÑO  
ANA ISABEL YAÑEZ MUÑOZ**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN  
INGENIERÍA FÍSICA  
POPAYÁN  
2019**

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN REACTOR FOTOCATALÍTICO  
DE RADIACIÓN SOLAR SIMULADA**

**MARIA FERNANDA QUIÑONEZ PATIÑO  
ANA ISABEL YAÑEZ MUÑOZ**

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de  
Ingenieras Físicas**

**Director Ph.D ALFONSO ENRIQUE RAMÍREZ SANABRIA**

**Codirectora Ph.D SONIA GAONA JURADO**

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA  
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN  
INGENIERÍA FÍSICA  
POPAYÁN  
2019**

## Nota de aceptación

---

---

---

---

---

Director  
Ph.D Alfonso Enrique Ramírez Sanabria  
Departamento de Química  
Universidad del Cauca

---

Co-directora  
Ph.D Sonia Gaona Jurado  
Departamento de Física  
Universidad del Cauca

---

Jurado  
Ing. Eduardo Andrés Cañola  
Departamento de Física  
Universidad del Cauca

---

Jurado  
Ph.D Diego Mauricio Sandoval  
Departamento de Física  
Universidad del Cauca

Fecha de sustentación: Popayán, 28 de Junio de 2019

## RESUMEN

La fotocatalisis es un proceso que se da gracias a la absorción de la luz por parte de un catalizador (con propiedades de semiconductor), originando un aumento en la velocidad de una reacción química. En la actualidad se buscan distintas alternativas tecnológicas que permitan el estudio y análisis de la capacidad fotocatalítica de diversos materiales semiconductores, debido a que esta propiedad permite la degradación, e incluso la mineralización, de gran variedad de compuestos orgánicos e inorgánicos, siendo un método interesante, novedoso y económico respecto a metodologías convencionales.

Los espacios donde se llevan a cabo los procesos fotocatalíticos se conocen como reactores fotocatalíticos; su tamaño y forma depende del tipo de fuente de iluminación y su disposición. La fuente de iluminación puede ser natural o con lámparas que permitan la simulación del espectro de luz que se desea trabajar. El diseño de un reactor fotocatalítico implica ciertos requerimientos que permitan un buen contacto entre el catalizador y la sustancia que se busca degradar, además de una exposición eficiente del catalizador a la luz. El estado del fotocatalizador (suspendido o adherido a un soporte), la posición de la fuente de radiación (inmersa, externa o distribuida) y el tipo de iluminación, conforman el modelo que garantiza la óptima operación de la reacción que ocurre al interior del dispositivo.

De acuerdo con lo anterior, en este documento se reporta el diseño y la construcción de un reactor fotocatalítico de luz solar simulada, a escala de laboratorio, que brinda la posibilidad de estudiar la actividad fotocatalítica de algunos materiales semiconductores, impulsados por radiación solar simulada. El reactor permite hacer un análisis cualitativo y cuantitativo de la cantidad de oxígeno liberado en la descomposición de peróxido de hidrógeno siendo que su uso disminuye considerablemente la cantidad de catalizador a utilizar dentro de la reacción.

## TABLA DE CONTENIDO

Índice de tablas .....	i
Índice de figuras .....	ii
<b>INTRODUCCIÓN .....</b>	<b>1</b>
<b>Capítulo I: CONCEPTOS GENERALES Y CONTEXTO .....</b>	<b>4</b>
1.1. Catálisis .....	5
1.2. Semiconductor .....	5
1.3. Fotocatálisis .....	7
1.3.1. Reactor fotocatalítico .....	8
1.3.1.1. Tipos de reactores .....	9
A. Reactores con recirculación .....	10
B. Reactores de mezcla completa .....	10
C. Reactores con colectores solares cilíndrico - parabólicos .....	11
1.4. Contexto .....	11
<b>Capítulo II: DETERMINACIÓN DEL SISTEMA DE ILUMINACIÓN .....</b>	<b>13</b>
2.1. Fuente de iluminación .....	16
2.1.1. Iluminación fluorescente .....	16
2.1.2. Iluminación LED .....	18
2.2. Determinación de la fuente de iluminación y del diseño del módulo óptico ...	19
<b>Capítulo III: ELECCIÓN Y DISEÑO DE UN MODELO PARA LA CARCASA Y OTROS COMPONENTES .....</b>	<b>24</b>
3.1. Materiales para el diseño .....	25

3.1.1. El foto-reactor: Recipiente interno .....	25
3.1.2. Reactor: La carcasa .....	28
3.2. Refrigeración .....	31
3.3. Configuración del modo de operación del foto-reactor .....	31
3.3.1. Modo de operación por recirculación .....	32
3.3.2. Modo de operación tipo batch .....	35
3.4. Prototipo final.....	36
<b>Capítulo IV: PROCESO DE ADQUISICIÓN, ADECUACIÓN, REGISTRO Y VISUALIZACIÓN DE DATOS .....</b>	<b>38</b>
4.1. Medición de Oxígeno.....	41
4.1.1. Método de medición con el sensor de nivel de agua.....	43
4.1.2. Método de medición con el sensor HC-SR04 .....	45
4.2. Medición de Temperatura.....	49
4.2.1. Sensor de temperatura LM35.....	49
4.2.2. Sonda DS18B20.....	50
4.3. Iluminación .....	51
4.4. Visualización de datos .....	51
<b>Capítulo V: IMPLEMENTACIÓN DEL REACTOR, ENSAYOS DE FUNCIONAMIENTO Y RESULTADOS .....</b>	<b>53</b>
5.1. Modelo final .....	54
5.2. Ensamble.....	57
5.3. Ensayos de funcionamiento del sistema.....	57
5.4. Resultados y análisis .....	59
5.5. Manual de instrucciones del reactor fotocatalítico AMP1 .....	64
<b>Conclusiones.....</b>	<b>66</b>

<b>Referencias</b> .....	70
<b>Anexos</b> .....	76
Anexo A .....	77
Anexo B .....	79
Anexo C .....	81
Anexo D .....	82
Anexo E .....	95

# ÍNDICE DE TABLAS

## Capítulo I: CONCEPTOS GENERALES Y CONTEXTO

Tabla 1.1. Valores de $E_g$ para algunos materiales semiconductores. ....	7
---	---

## Capítulo II: DETERMINACIÓN DEL SISTEMA DE ILUMINACIÓN

Tabla 2.1. Ventajas y desventajas del uso de iluminación fluorescente. ....	18
---	----

Tabla 2.2. Ventajas y desventajas del uso de iluminación LED. ....	19
--	----

## Capítulo III: ELECCIÓN Y DISEÑO DE UN MODELO PARA LA CARCASA Y OTROS COMPONENTES

Tabla 3.1. Características de diferentes materiales que pueden usarse como recipientes para la muestra. ....	27
--	----

Tabla 3.2. Características de algunos materiales metálicos. ....	30
--	----

## Capítulo IV: PROCESO DE ADQUISICIÓN, ADECUACIÓN, REGISTRO Y VISUALIZACIÓN DE DATOS

Tabla 4.1. Características principales de sensores a considerar para la medición directa de oxígeno. ....	41
---	----

Tabla 4.2. Características principales de sensores a considerar para la medición indirecta de oxígeno. ....	43
---	----

Tabla 4.3. Medidas para la caracterización del sensor HC-SR04. ....	46
---	----

Tabla 4.4. Características principales de sensores a considerar para la medición de temperatura ....	50
--	----



## **Capítulo V: IMPLEMENTACIÓN DEL REACTOR, ENSAYOS DE FUNCIONAMIENTO Y RESULTADOS**

Tabla 5.1. Resumen de los componentes internos del reactor fotocatalítico. ....	55
Tabla 5.2. Resumen de los componentes externos del reactor fotocatalítico. ....	56
Tabla 5.3. Porcentajes de degradación para las muestras de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> a dos concentraciones iniciales diferentes, para condiciones sin iluminación y con iluminación .....	64

### **Anexos: ANEXO B**

Tabla B.1. Valores obtenidos para realizar la calibración del sensor .....	79
--	----

### **ANEXO C**

Tabla C.1. Titulación para dos muestras de peróxido de hidrógeno a dos concentraciones diferentes .....	81
---	----

### **ANEXO D**

Tabla D.1.a. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor. (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	82
Tabla D.1.b Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	83
Tabla D.1.c. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	83
Tabla D.1.d. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	84
Tabla D.1.e Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	84
Tabla D.1.f. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	85

Tabla D.2.a. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%).....	85
Tabla D.2.b. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	86
Tabla D.2.c. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	86
Tabla D.2.d. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	87
Tabla D.2.e. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	87
Tabla D.2.f. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 41,80%) .....	88
Tabla D.3.a. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%).....	88
Tabla D.3.b. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%) .....	89
Tabla D.3.c. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%).....	89
Tabla D.3.d. Valores de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%) .....	90
Tabla D.3.e. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%).....	90
Tabla D.3.f. Valores de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%) .....	91
Tabla D.4.a. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%).....	91

Tabla D.4.b. Valores de variación de concentración de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación sin semiconductor (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%).	92
Tabla D.4.c. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%)	92
Tabla D.4.d. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y TiO <sub>2</sub> (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%)	93
Tabla D.4.e. Valores de moles de O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%)	93
Tabla D.4.f. Valores de variación de concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y ZnO (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> – concentración: 24,78%)	94

# ÍNDICE DE FIGURAS

## Capítulo I: CONCEPTOS GENERALES Y CONTEXTO

**Figura 1.1.** Esquema de bandas correspondiente a un material semiconductor...6

## Capítulo II: DETERMINACIÓN DEL SISTEMA DE ILUMINACIÓN

**Figura 2.2.** Espectro electromagnético..... 14

**Figura 2.3.** “Temperaturas de color” en escala Kelvin..... 15

**Figura 2.4.** Posibles ubicaciones de la fuente de radiación y su efecto en la iluminación dentro de un reactor: (a) con la fuente centrada en el interior de la muestra, (b) con la fuente en el exterior de la muestra, (c) con la fuente ubicada en un lado de la muestra. .... 15

**Figura 2.4.** Distintos bombillos considerados para fuente de iluminación del reactor..... 16

**Figura 2.5.** Espectro de luz fluorescente: (a) blanco cálido (tonalidades cálidas: 2.700 - 3.100 K), (b) blanco frío (tonalidades frías: 3.800 - 4.500 K), (c) luz de día (tonalidades luz de día: 6.500 - 7.500 K). .... 17

**Figura 2.6.** Espectro de emisión de un diodo LED comercial de color blanco..... 18

**Figura 2.7.** Espectro de emisión radiante de un diodo LED de color blanco tomando en cuenta la temperatura del color..... 19

**Figura 2.8.** Cinta LED comercial utilizada en esta investigación. .... 20

**Figura 2.9.** (a) Esquema de conexión eléctrica para la cinta LED, (b) esquema de conexión eléctrica (en paralelo) para la cinta LED..... 21

**Figura 2.10.** Diseño esquemático de la conexión en paralelo de bombillos LED: (a) Simulación en Fritzing, (b) montaje de la simulación ..... 22

**Figura 2.11.** Diseño esquemático de la conexión para las cintas LED ubicadas en paralelo: (a) esquema en Fritzing, (b) esquema eléctrico en Proteus, (c) montaje con la cinta que se trabajó en la investigación (prototipo)..... 23

<b>Figura 2.12.</b> Cinta LED del reactor conectada en forma paralela.....	23
--	----

### **Capítulo III: ELECCIÓN Y DISEÑO DE UN MODELO PARA LA CARCASA Y OTROS COMPONENTES**

<b>Figura 3.1.</b> Materiales de construcción para recipientes dependiendo de su transparencia en distintos rangos de longitud de onda.....	26
<b>Figura 3.2.</b> Fluoropolímeros .....	27
<b>Figura 3.3.</b> Acrílicos. ....	27
<b>Figura 3.4.</b> Borosilicatos.....	27
<b>Figura 3.5.</b> Vidrio de cuarzo .....	27
<b>Figura 3.6.</b> Espectro de transmisión de vidrio de cuarzo para distintas longitudes de onda.....	28
<b>Figura 3.7.</b> Reflectancia espectral de diferentes materiales.....	29
<b>Figura 3.8.</b> Recipientes cilíndricos de aluminio. ....	30
<b>Figura 3.9.</b> Recipientes cilíndricos en acero.....	30
<b>Figura 3.10.</b> Tubo elaborado en plata. ....	30
<b>Figura 3.11.</b> (a) Configuración elegida para el reactor, (b) prototipo de la carcasa con iluminación LED y foto-reactor ubicado de manera vertical. ....	31
<b>Figura 3.12.</b> (a) Tubo de cuarzo en el interior del prototipo de la carcasa; (b) prototipo de la carcasa con las cintas LED, el foto-reactor, y mangueras de circulación; (c) prototipo con luces LED encendidas; (d) prototipo forrado de color negro con las luces encendidas.....	33
<b>Figura 3.13.</b> Bomba peristáltica usada en el prototipo. ....	33
<b>Figura 3.14.</b> (a) Prototipo del reactor en modo de operación por recirculación; (b) prototipo del reactor en modo de operación por recirculación, con la iluminación encendida. ....	35

<b>Figura 3.15.</b> (a) Prototipo del reactor en modo de operación tipo batch, (b) prototipo del reactor con las luces LED encendidas. ....	37
---	----

## **Capítulo IV: PROCESO DE ADQUISICIÓN, ADECUACIÓN, REGISTRO Y VISUALIZACIÓN DE DATOS**

<b>Figura 4.1.</b> Arduino Mega 2560 utilizado en la investigación. ....	39
<b>Figura 4.2.</b> Software de control de la placa Arduino: (a) Ventana principal con opción de desplegar el Monitor Serie (recuadro rojo), (b) ventana de observación del Monitor Serie. ....	40
<b>Figura 4.3.</b> Montaje experimental final de medición de oxígeno. ....	43
<b>Figura 4.4.</b> Montaje utilizado para evaluar el funcionamiento del sensor de nivel de agua. (a) Posición del sensor en el beaker, conectado a la placa Arduino, (b) montaje del sensor con el sistema de medición de cantidad de oxígeno. ....	44
<b>Figura 4.5.</b> Calibración realizada para el sensor de distancia, con el sistema de medición de oxígeno liberado del reactor fotocatalítico AMP1. ....	48
<b>Figura 4.6.</b> Espectro de emisión del diodo LED SMD de la cinta LED. ....	51

## **Capítulo V: IMPLEMENTACIÓN DEL REACTOR, ENSAYOS DE FUNCIONAMIENTO Y RESULTADOS**

<b>Figura 5.1.</b> Modelo final de la carcasa (a) y la tapa (b) del reactor fotocatalítico, en el software SmartDraw. ....	54
<b>Figura 5.2.</b> Esquema de componentes eléctricos y electrónicos del reactor fotocatalítico AMP1. ....	54
<b>Figura 5.3.</b> Reactor fotocatalítico AMP1 implementado. ....	57
<b>Figura 5.4.</b> Gráfica comparativa para los valores obtenidos de moles de O <sub>2</sub> vs tiempo. Se comparan los datos tomados con el sensor y los tomados a partir de la observación directa de la probeta, con y sin iluminación. ....	58

<b>Figura 5.5</b> Cantidad de moles de O <sub>2</sub> desprendido del peróxido de 41,80 % de concentración vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación. ....	60
<b>Figura 5.6</b> Cantidad de moles de O <sub>2</sub> desprendido del peróxido de 24,78 % de concentración vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación .....	60
<b>Figura 5.7</b> Concentración de peróxido de hidrógeno ( $C_o = 41,80\%$ ) vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación. ....	62
<b>Figura 5.8.</b> Concentración de peróxido de hidrógeno ( $C_o = 24,78\%$ ) vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación. ....	62
<b>Figura 5.9.</b> Comparación entre el comportamiento del reactor fotocatalítico AMP1 y resultado reportado en [8] para ensayo sin iluminación. En (a) se presenta C/CO vs tiempo a partir del AMP1. En (b) el resultado de [8] usando R-MnO <sub>2</sub> como semiconductor. ....	63

#### **Anexos: ANEXO A**

<b>Figura A.1.</b> (a) Beaker y probeta en agua saturada con sal, (b) probeta dentro del beaker con la manguera en su interior, (c) montaje experimental final de medición de oxígeno. ....	78
---	----

# Introducción



Los espacios donde se estudian los procesos fotocatalíticos se conocen como reactores fotocatalíticos, en los cuales es posible disminuir especies contaminantes y ciertos compuestos que no se disuelven fácilmente mediante métodos convencionales. Diferentes conceptos con una amplia variedad de diseños han sido propuestos y desarrollados, en un continuo esfuerzo por aumentar la eficiencia y reducir los costos de los sistemas fotocatalíticos para la descontaminación y el tratamiento de aguas y gases.

Tomando en cuenta lo descrito con anterioridad, gracias al amplio estudio de los procesos de fotocatálisis, nació el interés de diseñar y construir un reactor fotocatalítico. El objetivo central de la investigación que se consigna en este documento fue diseñar y construir un reactor fotocatalítico, simulando la luz solar, a escala de laboratorio, su posterior construcción y su puesta en funcionamiento, evaluando la capacidad fotocatalítica de algunos materiales semiconductores, tanto comerciales como productos de investigación, a partir de la descomposición del peróxido de hidrógeno, teniendo como variable a medir la cantidad de oxígeno desprendido en la reacción.

Se espera que el reactor sea de gran utilidad dentro de la investigación que se desarrolla al interior de los laboratorios de los Departamentos de Física y Química de la Universidad del Cauca, permitiendo ampliar la gama de aplicación de las muestras obtenidas en sus laboratorios, en cuanto a la evaluación de la posible capacidad fotocatalítica de materiales semiconductores. Para alcanzar tal objetivo general fue necesario inicialmente tener una idea clara de los conceptos involucrados en el desarrollo, lo que se encuentra consignado en el *capítulo I*. La estructura del documento se planeó de modo que contuviera secuencialmente cada uno de los objetivos específicos, así: la etapa dedicada a la elección, caracterización e implementación de la fuente de iluminación se encuentra en el *capítulo II*. En el *capítulo III* se expone cómo se escogieron cada una de las partes del reactor, a partir de los diseños más apropiados, para construir un prototipo que permitiera evaluar las opciones determinadas. Posteriormente, en el *capítulo IV* se detalla la selección realizada del método de medición para los parámetros dados por las variables

involucradas en el proceso (seguimiento de producción de oxígeno, temperatura, iluminación). El modelo definitivo del reactor y su implementación, además de las mediciones adquiridas durante los ensayos de funcionamiento del sistema, haciendo uso de muestras de algunos materiales semiconductores como  $\text{TiO}_2$  comercial,  $\text{ZnO}$  comercial y manganita  $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.2}\text{Ba}_{0.1}\text{MnO}_3$ , se presentan en el *capítulo V*, al igual que los análisis correspondientes. Finalmente, se presentan las conclusiones, elaboradas con base en todo lo ocurrido durante el desarrollo de la investigación.

En la parte final del documento se incluyen cuatro anexos con información que puede ser de interés para el lector: Anexo A, proceso de montaje para la medición de oxígeno; Anexo B, tabla de datos usados para la calibración del sensor de distancia; Anexo C, tablas de los datos adquiridos con el sensor, cantidad de moles de  $\text{O}_2$  liberado, concentración de  $\text{O}_2$  y relación  $C/C_0$  respectiva; Anexo D, recomendaciones y trabajos futuros.

# Capítulo I:

## ***CONCEPTOS GENERALES Y CONTEXTO***

*Por tanto, le llamaremos la fuerza catalítica  
y llamaré catálisis a la descomposición de  
los cuerpos por esta fuerza, de la misma  
manera que nosotros llamamos “Análisis”  
a la descomposición de los cuerpos  
por medios químicos y afinidad.*

Como primer paso en la construcción de un reactor fotocatalítico es necesario tener claros algunos conceptos básicos. Después de una revisión cuidadosa de textos y la correspondiente sistematización de información, a continuación se presenta información sobre los fundamentos de la catálisis, los semiconductores y la fotocatalisis; se expone lo que se entiende por reactor fotocatalítico y se enumeran los diferentes tipos de reactores, además se muestra el contexto para el cual se desarrolla el trabajo de investigación.

### **1.1. Catálisis**

Se considera a Jöns Jacob Berzelius el padre de la catálisis: *“... Por tanto, le llamaremos la fuerza catalítica y llamaré catálisis a la descomposición de los cuerpos por esta fuerza, de la misma manera que nosotros llamamos “Análisis” a la descomposición de los cuerpos por medios químicos y afinidad.”* No obstante, la definición actual se le atribuye a Wilhelm Ostwald: *“La catálisis es la aceleración de una reacción química, la cual se produce lentamente por la presencia de una sustancia extraña.”*

Se conoce como catálisis al proceso por el cual se acelera una reacción química, por la acción de una sustancia denominada catalizador. En esta investigación se usó una catálisis de tipo heterogénea ya que el catalizador se encuentra en una fase diferente (sólida) que la muestra a tratar (líquida). Generalmente, la mayoría de los catalizadores heterogéneos son sólidos que actúan sobre sustratos en una mezcla de reacción líquida o gaseosa. El área superficial total del sólido tiene un efecto importante en la velocidad de reacción ya que a menor tamaño de partícula del catalizador, mayor área superficial, mayor será la velocidad de reacción [1].

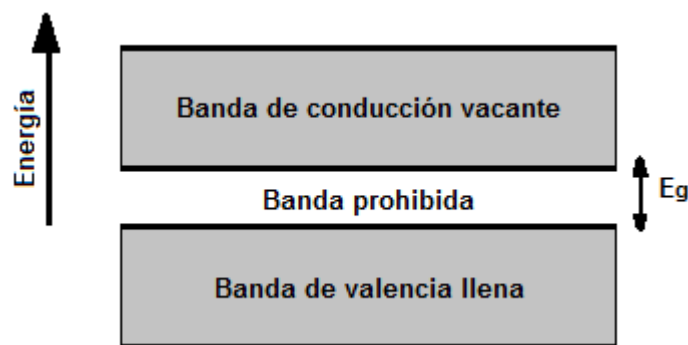
### **1.2. Semiconductor**

---

<sup>1</sup> Berzelius 1835, citado en Tras las huellas de la catálisis, A. Ramírez, J. Sandoval.

Todo sólido contiene electrones en sus átomos constituyentes y estos materiales sólidos pueden clasificarse de acuerdo a sus propiedades como: aislantes, metálicos, semimetálicos o semiconductores. En los cristales que conforman un material, los electrones se encuentran dispuestos en bandas de energía separadas por regiones de energía en las que no existen orbitales electrónicos ondulatorios. Estas regiones “prohibidas” se denominan bandas prohibidas o bandas de energías prohibidas ( $E_g$ ), siendo el resultado de la interacción de las ondas de los electrones de conducción con los núcleos iónicos del cristal. Un cristal se comportará como aislante si las bandas permitidas de energía están llenas o vacías, ya que no hay ningún electrón que pueda moverse en un campo eléctrico. En cambio, el cristal será metálico si tiene una o más bandas parcialmente llenas (~ 10% - 90%). Será semiconductor o semimetálico, si el cristal posee una o dos bandas ligeramente llenas o ligeramente vacías [2].

En un material metálico, los electrones de valencia de sus átomos constituyentes son electrones de conducción y se mueven de forma casi completamente libre a través del volumen del metal. Para un material semiconductor, se tiene una banda de energía prohibida ubicada entre una banda de conducción de electrones vacante y una banda de electrones de valencia llena, como se muestra en la figura 1.1.



**Figura 1.1.** Esquema de bandas correspondiente a un material semiconductor [2].

La banda prohibida ( $E_g$ ), en un semiconductor, es la diferencia de energía entre el punto más bajo de la banda de conducción y el más elevado de la banda de valencia, los cuales se denominan: borde de la banda de conducción y borde de la banda de valencia respectivamente. Cuando se aumenta la temperatura a la cual se encuentra

un material, los electrones se excitan térmicamente desde la banda de valencia hasta la banda de conducción. Así mismo, es posible que un electrón realice este “salto” de banda, dándole la energía necesaria a partir de una determinada radiación electromagnética [2].

En la tabla 1.1 se muestran los valores de banda prohibida de energía para algunos materiales semiconductores [3].

Tabla 1.1. Valores de  $E_g$  para algunos materiales semiconductores [3].

Semiconductor	TiO <sub>2</sub> (rutilo)	TiO <sub>2</sub> (anatasa)	ZnO	$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\alpha$ -ZnS	CdS	ZnSe
<b><math>E_g</math> (eV)</b>	3,03	3,20	3,35	2,20	3,68	2,43	2,58

### 1.3. Fotocatálisis

Es la reacción catalítica propiciada por la absorción de luz por parte de un catalizador de naturaleza semiconductor; éste proceso posibilita el estudio de la actividad fotocatalítica, propiedad inducida por la incidencia de fotones con energía igual o superior a la energía de la banda prohibida del semiconductor en su superficie, lo que provoca que los electrones de la banda de valencia se exciten y pasen hacia la banda de conducción, dejando huecos en la banda de valencia y generando pares electrón-hueco que posteriormente pueden aprovecharse para llevar a cabo reacciones de óxido-reducción; teniendo así la posibilidad de aplicaciones en la oxidación y reducción de compuestos orgánicos, y la reducción de iones inorgánicos [4]. Para que estos procesos se lleven a cabo es necesaria la presencia de agentes oxidantes, los que permiten la formación de radicales libres, de los cuales los más reconocidos y utilizados son el peróxido de hidrógeno, el ozono, etc. [5]

La velocidad de la reacción fotocatalítica depende de factores como la intensidad de la luz incidente, así como de la velocidad de recombinación entre electrones y huecos. Dicha recombinación es creada por energía luminosa y no por energía térmica [5].

Al encontrar en la fotocatalisis una alternativa que aporta beneficios a distintas necesidades industriales, surgió el interés de investigar otras metodologías y tecnologías fiables que permitan propiciar la reacción y posteriormente estudiar la actividad fotocatalítica de materiales semiconductores [5].

### **1.3.1. Reactor fotocatalítico**

Se define como un espacio que se adapta para llevar a cabo un proceso fotocatalítico. Se diseña con el fin de impulsar dicha reacción química; su tamaño y forma depende del tipo de fuente de iluminación y su disposición [5]. Fue hasta el planteamiento de los primeros diseños de plantas piloto que aparecen diseños optimizados para procesos de fotocatalisis con  $\text{TiO}_2$  (óxido de titanio) y posteriormente los reactores que funcionan con luz solar. Desde entonces diferentes conceptos con una amplia variedad de diseños han sido propuestos y desarrollados, en un continuo esfuerzo por aumentar la eficiencia y reducir los costos de los sistemas fotocatalíticos para la descontaminación y el tratamiento de aguas y gases [6].

En el reactor construido se llevó a cabo el proceso de fotocatalisis heterogénea, el cual forma parte de una serie de tecnologías avanzadas que comprenden la generación de especies oxidantes en un medio acuoso. Estas especies reaccionan con los contaminantes orgánicos degradándose en oxígeno e hidrógeno, dióxido de carbono, e iones inorgánicos [7].

Varios autores [12, 13] han estudiado la descomposición de peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) mediante fotocatalisis (Ecuación 1.1), haciendo posible además evaluar diferentes semiconductores como  $\text{TiO}_2$  (óxido de titanio),  $\text{ZnO}$  (óxido de zinc) por métodos como la medición del volumen de oxígeno liberado.



Existen dos factores importantes al momento de diseñar un reactor fotocatalítico: conseguir un buen contacto entre los reactivos y el catalizador, y lograr una exposición eficiente del catalizador a la luz útil para el proceso (distribución óptima de luz dentro el reactor) [8].

Al tratarse de un reactor para fotocátalisis heterogénea, el proceso de diseño se complica al tener que añadir otra fase al sistema, por lo que es indispensable considerar parámetros como la disposición y distribución del catalizador, mezclado e interacción entre los reactivos y catalizador, y aprovechamiento energético de la radiación [8].

Para la disposición del catalizador las opciones son:

- Semiconductor en suspensión.
- Fijado en algún tipo de soporte para el caso de procesos con líquidos [8].

Las investigaciones iniciales de los fundamentos de la foto-degradación se hicieron con reactores de iluminación artificial (lámparas); de esta manera se podrían controlar las condiciones experimentales, además de presentar radiaciones continuas en longitudes de onda deseadas, lo que no se logra al trabajar con radiación solar ya que la iluminación va cambiando continuamente [5,8].

La posición de la fuente de iluminación es una característica distinguible de un reactor fotocatalítico, puesto que determina diferentes configuraciones:

- Reactores con una fuente de luz inmersa.
- Reactores con una fuente de luz externa.
- Reactores con fuentes de luz distribuidas [8].

Los diseños que sitúan la fuente de iluminación en el centro del reactor, y alrededor de la muestra son los que dan mejores resultados, cabe resaltar la existencia de prototipos comerciales basados en estos principios como el patentado por Nulite [6]; mientras que los reactores con fuente externa las lámparas se ubican fuera del reactor siendo necesario que la irradiación sea transportada por medios ópticos como reflectores [5].

#### **1.3.1.1. Tipos de reactores**

La aplicación práctica de todo proceso fotocatalítico va a requerir el diseño de un reactor que sea eficiente. Las investigaciones realizadas a nivel de laboratorio se han basado en dispositivos experimentales cuya importancia radica en la obtención de



unas condiciones experimentales que permitan una adecuada reproducibilidad de resultados para conocer la influencia de los diferentes parámetros ya mencionados; sin embargo en el transcurso de los años se ha buscado que los conocimientos obtenidos a partir de este tipo de dispositivos puedan ser llevados a aplicaciones prácticas. Diferentes conceptos con una variedad de diseños han sido propuestos y desarrollados en un continuo esfuerzo por aumentar la eficiencia y reducir los costos, entre los que se destacan reactores con recirculación, reactores de mezcla completa, reactores que utilizan luz solar [8].

#### **A. Reactores con recirculación**

La recirculación se realiza con el fin de lograr la descomposición o mineralización completa de contaminantes. En este proceso la velocidad de la reacción se ve favorecida con concentraciones altas, la concentración inicial va disminuyendo progresivamente a medida que se consume el reactivo; por lo que es conveniente recircular para favorecer la velocidad de la reacción y optimizar el proceso, siendo posible realizar un seguimiento y control de la dinámica del fluido [8].

#### **B. Reactores de mezcla completa**

Este tipo de reactor es común en procesos industriales, se trata de un tanque con agitación que opera continuamente. Trabaja en estado estacionario, de modo que no existen cambios de concentración ni temperatura debido a que su contenido debe ser lo más uniforme posible; por lo que se modela sin variaciones especiales en la concentración, temperatura o velocidad de reacción en cualquier punto del reactor y a la salida del mismo. A su vez, puede operar en continuo o discontinuo. En continuo, los reactivos se introducen al comienzo de la reacción, y una vez la temperatura y presión alcanzan cierto nivel, se deja transcurrir la reacción durante el tiempo necesario. En discontinuo la composición de la mezcla reaccionante y la temperatura pueden variar en el tiempo de operación [8].

Este reactor utiliza una lámpara o luz solar y opera de forma muy simple; se basa en la optimización de la dinámica del fluido, la carga del catalizador en una tela de fibra de vidrio y la iluminación. Para lograr su propósito requiere la instalación de un sistema

de canastas de placa metálica que sostienen la tela de vidrio impregnada con catalizador, mientras que la luz ilumina directamente una parte de la tela y la parte de atrás es iluminada por la luz dispersada [9].

### **C. Reactores con colectores solares cilindro-parabólicos**

Son sistemas estáticos con una superficie reflectante enfocada hacia un foto-reactor cilíndrico. Gracias al diseño de su superficie, gran parte de la radiación al área puede ser recogida y estar disponible a lo largo de todo el proceso fotocatalítico, además la radiación reflejada es distribuida a lo largo de la parte trasera del tubo, teniendo como resultado la mayoría de la circunferencia del foto-reactor iluminada [9]. Éste tipo de diseños requiere el uso de filtros que permitan una reproducibilidad de la iluminación que se requiere [10].

Cabe destacar que existen otros tipos de reactores para fotocatalisis como: de recirculación de geometría rectangular, anular con sistema de canastas, con recirculación y sistema de aireación, entre otros [8].

## **1.4. Contexto**

Una de las formas para evaluar la actividad fotocatalítica de un semiconductor es mediante la medición de oxígeno liberado en la reacción, análogo a lo que ocurre en la química verde con el proceso de fotosíntesis. La luz del sol es capturada para propiciar la oxidación del agua y producir oxígeno atmosférico, catalogándose el uso de la luz solar como fuente para procesos fotosintéticos y de foto-degradación [12].

La limitación que tiene la radiación solar es la baja proporción de radiación ultravioleta por lo que las nuevas investigaciones [9, 10, 12] se centran en encontrar semiconductores activos en el visible, de esta manera resulta interesante diseñar tecnologías que se adapten a estos nuevos conocimientos y evaluar la posibilidad de llevarlos a una aplicación práctica, además de evaluar la respuesta fotocatalítica de los materiales con relación a la longitud de onda que incida en su superficie [11].

La descomposición de  $H_2O_2$  (peróxido de hidrógeno), es una prueba reportada para evaluar y estudiar diferentes semiconductores catalíticos, como  $ZnO$  (óxido de zinc) y

TiO<sub>2</sub> (dióxido de titanio) mediante su actividad catalítica. Cuando el proceso ocurre bajo irradiación de luz es usualmente investigada por metodologías complejas como resonancia paramagnética, pruebas lumínicas por quimioluminiscencia, pruebas de fluorescencia, métodos fotométricos, etc. Mientras que la descomposición sin radiación es típicamente evaluada siguiendo la producción de O<sub>2</sub>, siendo una metodología simple y económica [12, 13].

De acuerdo al contexto presentado, surgió el interés de diseñar y construir un reactor fotocatalítico de radiación solar simulada, que además de propiciar una reacción de este tipo, permitió evaluar la actividad fotocatalítica de algunos materiales semiconductores por medio del seguimiento de O<sub>2</sub> liberado en el proceso, a partir de la descomposición de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, con y sin iluminación.

## Capítulo II:

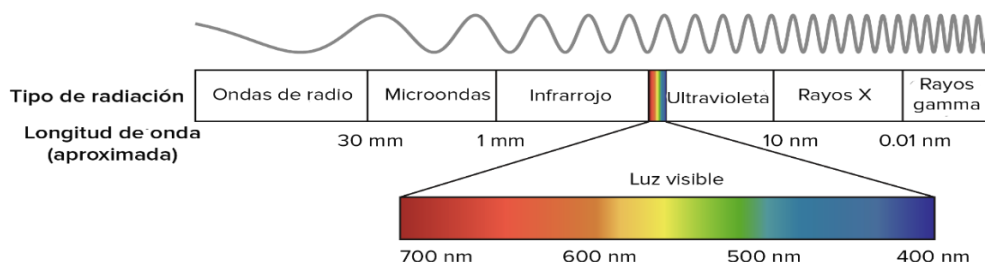
# ***DETERMINACIÓN DEL SISTEMA DE ILUMINACIÓN***

*Se buscaron tipos de fuentes de iluminación para  
simulación de radiación solar.*

*Se determinó la opción más adecuada,  
se caracterizó.*

Como ya fue mencionado, la fotocatalisis es un proceso que se da gracias a la absorción de la luz por parte de un semiconductor, propiciando una reacción química. La fuente de iluminación puede ser natural o con lámparas que permitan la simulación del espectro de luz que se desea trabajar; el inconveniente con la luz natural radica en que proporciona un amplio rango de longitudes de onda que no es constante, dificultando la monocromaticidad en la fuente de iluminación y la evaluación del proceso, contrario a lo que ocurre con el uso de lámparas que posibilitan la determinación del tipo de luz que se requiere dentro del reactor.

De acuerdo con el objetivo de la investigación, el interés radica en usar parte del espectro electromagnético, específicamente en la región que se conoce como “luz visible”, cuya longitud de onda está aproximadamente entre 400 nm y 700 nm (figura 2.1) [14].



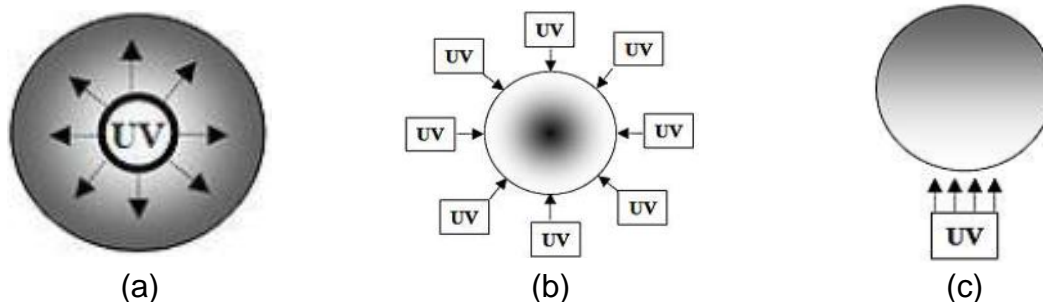
**Figura 2.1.** Espectro electromagnético [14].

Con el fin de escoger el tipo de iluminación en el interior del reactor con un rango de longitud de onda adecuado, se debe tener en cuenta la “temperatura del color”, definida como la relación entre la temperatura y el aspecto cromático de la luz, tal como se observa en la figura 2.2. Cuando una lámpara funciona con un voltaje de valor superior para el que se fabricó, la temperatura en su filamento es alta, y por tanto, la luz será “más fría en color”, es decir, considerablemente más blanca. Así, cuando se trabaja con una temperatura menor a 3300 K se habla de un color cálido (blanco rojizo) de la luz, en un rango de 3300 K a 5000 K se tiene un color intermedio (blanco), y para valores mayores a 5000 K será un color frío (blanco azulado) [15].



**Figura 2.2.** “Temperaturas de color” en escala Kelvin [15].

Ya que la reacción fotocatalítica se produce por efecto de la absorción de luz [7-10], se requiere que el semiconductor sea iluminado constantemente durante el desarrollo de dicha reacción química dentro del reactor. El semiconductor, material semiconductor, ocasiona un efecto de apantallamiento que dependerá de su concentración, y está directamente ligado a la posición de la fuente de iluminación en el reactor, convirtiéndose en un parámetro determinante para el buen funcionamiento del reactor fotocatalítico. En la figura 2.3 se observan tres formas alternativas de posicionar la fuente de radiación:



**Figura 2.3.** Posibles ubicaciones de la fuente de radiación y su efecto en la iluminación dentro de un reactor: (a) con la fuente centrada en el interior de la muestra, (b) con la fuente en el exterior de la muestra, (c) con la fuente ubicada en un lado de la muestra [8].

A partir de esta información, se buscaron las diferentes opciones de lámparas dentro del mercado que permitieran observar cómo sería su disposición en el interior del reactor y su interacción con la muestra, se muestran algunos en la figura 2.4.



**Figura 2.4.** Distintos bombillos considerados para fuente de iluminación del reactor [16].

Es deseable que el sistema de iluminación sea tal que la luz incida totalmente sobre la muestra. Así, para posibilitar que ocurra la reacción aún para bajas concentraciones de semiconductor, se considera usar un tubo de diámetro cercano a media pulgada como “porta muestras”, lo que hace necesario escoger una ubicación “óptima” de la fuente de luz que se ajuste a las condiciones de diseño.

En la figura 2.3a la disposición de la fuente lumínica al interior del reactor es compleja, ya que requiere encontrar una fuente de luz que quepa dentro del tubo, y que cuente con una protección impermeabilizante puesto que la muestra de peróxido de hidrógeno a tratar circulará en estado líquido por el tubo, además si quedan residuos del material en la lámpara no se estaría garantizando el total de la reacción. Las disposiciones presentadas en las figuras 2.3b y 2.3c solucionan esta dificultad, no obstante en 2.3c se presenta el problema del alcance lumínico, ya que si no se encuentra una fuente de alta iluminación, la muestra quedará muy poco expuesta a la luz.

Por lo anterior, la disposición 2.3b es la escogida de acuerdo con lo descrito con anterioridad, siendo que en el mercado hay una amplia gama de lámparas que pueden ser adaptadas a espacios específicos del reactor.

## **2.1. Fuente de Iluminación**

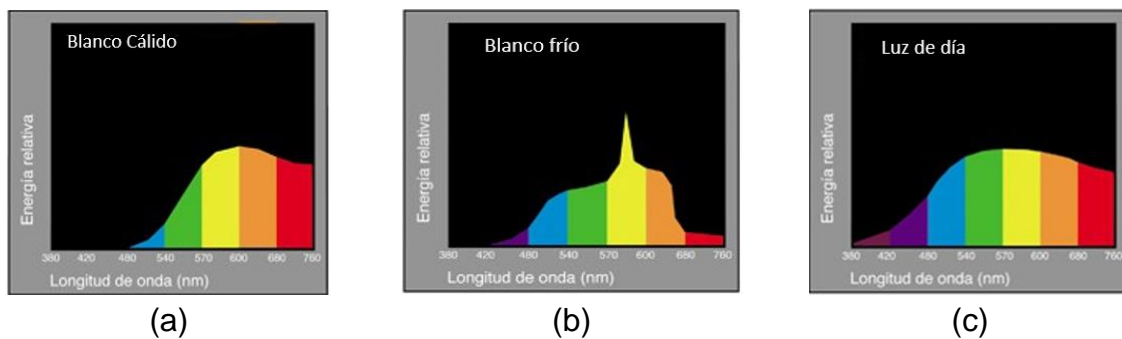
Con la información anterior y con el fin de escoger la fuente y su ubicación dentro del reactor fotocatalítico, a continuación se presentan diferentes tipos de iluminación, sus características y algunos tipos de lámparas.

### **2.1.1. Iluminación Fluorescente**

Este tipo de iluminación se origina como consecuencia de una descarga eléctrica en presencia de vapor de mercurio a baja presión. La luz se genera por el fenómeno de fluorescencia, en donde ciertas sustancias son excitadas por radiación ultravioleta emitida por los átomos des-excitados del vapor de mercurio, transformando esta radiación no visible en otra de onda más larga que da lugar a radiaciones visibles [17].

Las características de radiación, como la temperatura de color y el índice de rendimiento cromático<sup>2</sup>, se determinan por el tipo y composición del polvo fluorescente empleado, logrando una mayor eficiencia en la conversión de la radiación y que no ocurra absorción de la radiación visible [18].

La gama de tonalidades está establecida en tres categorías básicas, según el polvo fluorescente, y por ende según la temperatura de color, cuyo espectro queda como se observa en la figura 2.5.



**Figura 2.5.** Espectro de luz fluorescente: (a) blanco cálido (tonalidades cálidas: 2.700 - 3.100 K), (b) blanco frío (tonalidades frías: 3.800 - 4.500 K), (c) luz de día (tonalidades luz de día: 6.500 - 7.500 K) [18].

Dentro de este tipo de iluminación se encuentran, entre otros, el bombillo fluorescente y el tubo fluorescente.

En la tabla 2.1 se consideran las principales características de la iluminación fluorescente.

<sup>2</sup> El índice de rendimiento cromático es un sistema internacional de medida que indica la capacidad que tiene una fuente lumínica para reproducir los colores fielmente en comparación con una fuente de luz natural [18].



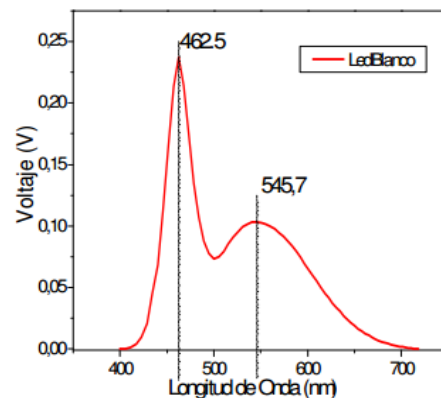
Tabla 2.1. *Ventajas y desventajas del uso de iluminación fluorescente [18].*

Ventajas	Desventajas
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Bajo consumo eléctrico.</li> <li>• Alta luminosidad sin mayor potencia de consumo.</li> <li>• Rendimiento luminoso: 50 - 90 lm/W.</li> <li>• Vida útil: 5000 - 75000 h.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Ciclos continuos de encendido-apagado acortan su vida útil.</li> <li>• Tarda un tiempo en encender.</li> <li>• Es discontinua: parpadeos en la luz emitida.</li> <li>• Alto contenido de mercurio.</li> </ul>

### 2.1.2. Iluminación LED

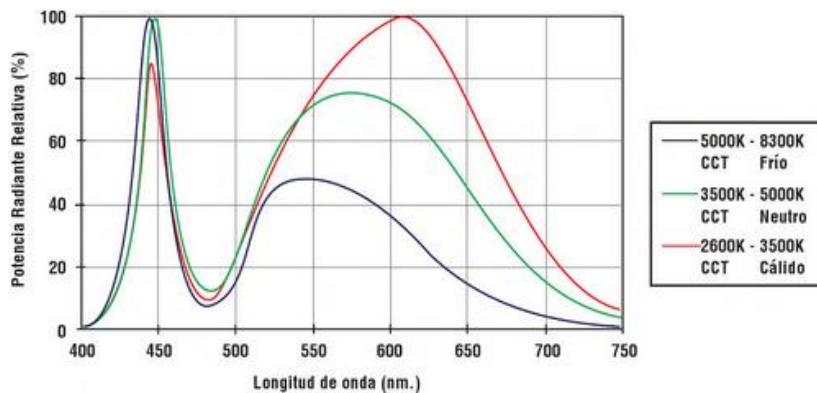
Los diodos emisores de luz, mejor conocidos como LED (Light Emitting Diode), son dispositivos fabricados con materiales semiconductores (AlGaAs o GaAsP) que emiten luz con una longitud de onda monocromática específica cuando son polarizados de forma directa; su emisión de luz se da de manera espontánea, ya que se obtiene como resultado de la recombinación entre huecos y electrones [19].

Dentro de las emisiones LED producidas hasta el momento, se encuentra: infrarroja, roja, naranja, amarilla, verde, azul, y emisión ultravioleta [19]. Además existen LEDs emisores de luz blanca con dos picos de emisión que corresponden al color azul y verde, tal como se observa en la figura 2.6.



**Figura 2.6.** Espectro de emisión de un diodo LED comercial de color blanco [20].

Usualmente en el mercado se reportan las emisiones de luz con base en espectros de temperatura de color, tal como se muestra en la figura 2.7.



**Figura 2.7.** Espectro de emisión radiante de un diodo LED de color blanco tomando en cuenta la temperatura del color [20].

En este tipo de iluminación se tienen como características más relevantes, las mencionadas en la tabla 2.2.

Tabla 2.2. *Ventajas y desventajas del uso de iluminación LED [19].*

Ventajas	Desventajas
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Resistente a temperaturas extremas.</li> <li>• Arranque instantáneo.</li> <li>• Nivel de iluminación regulable.</li> <li>• Baja potencia (no requiere balasto).</li> <li>• Tiempo de vida: 50.000 horas.</li> <li>• No tiene gases contaminantes.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• En general, presenta averías a partir de los 65 °C.</li> <li>• Requiere disipación de calor.</li> <li>• La eficiencia luminosa promedio es inferior a 25 lm/W.</li> <li>• Necesita una fuente de alimentación estabilizada (aumento en costo de adquisición).</li> </ul>

Entre los tipos de lámparas que se han creado a partir de la tecnología LED, se destaca la lámpara LED tipo Mazorca (lm R7S), la cinta LED SMD 3528 (ASL080102), y la cinta LED SMD 5050 (ASL030102) [21].

## 2.2. Determinación de la fuente de iluminación y del diseño del módulo óptico

La fuente de iluminación para el reactor debe garantizar la simulación de la radiación solar. Como se observa en la tabla 2.1 y en la tabla 2.2, en comparación con las lámparas fluorescentes, las cintas compuestas por bombillos de diodos LED presentan diversas ventajas; de estas se toma en consideración su bajo consumo energético, ya

que poseen dos dispositivos para su encendido (reactancia y cebador), los cuales disipan energía por sí mismos, haciendo que la emisión de calor sea muy baja [18].

La radiación emitida por estas lámparas presenta características que corresponden a las de la radiación emitida por el sol, principalmente, un espectro similar al de la luz solar que cumple con el requerimiento de tener una longitud de onda mayor a 400 nm. Además, es posible aumentar la intensidad de la radiación uniendo una gran cantidad de estas cintas, obteniéndose un arreglo que genera una intensidad de luz mayor al centenar de lúmenes.

Determinada la fuente, se procedió a escoger un diseño del interior del reactor. El tamaño y flexibilidad que presenta la cinta LED (figura 2.8) ofrece la posibilidad de direccionar la luz, adaptándose a diferentes espacios según sea requerido.



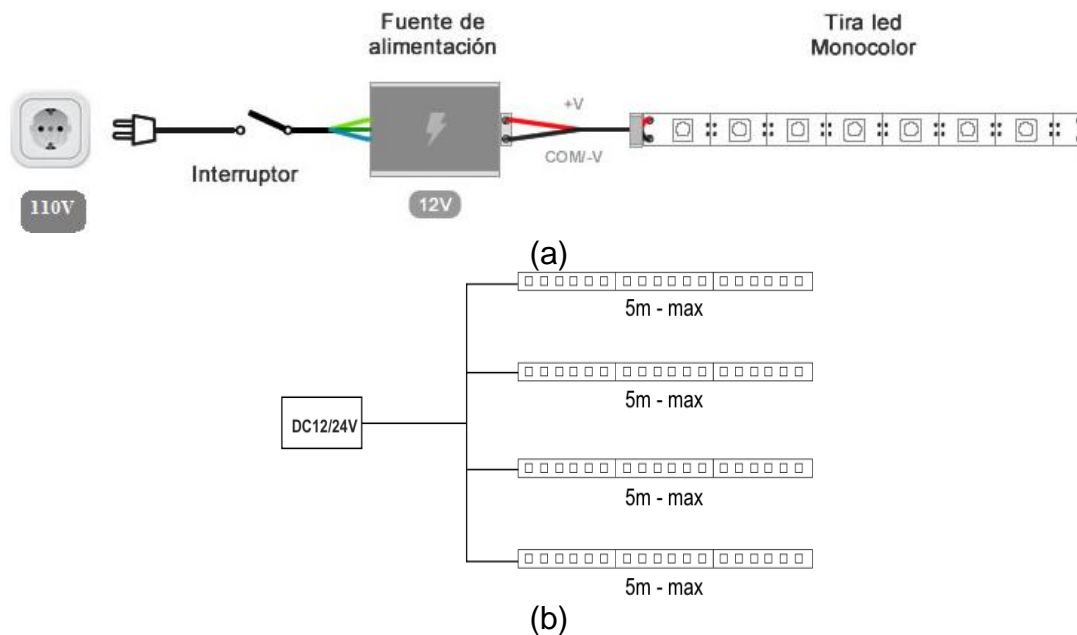
**Figura 2.8.** Cinta LED comercial utilizada en esta investigación.

Por lo anterior, se decidió cubrir con cinta LED el interior de la carcasa del reactor, permitiendo obtener una iluminación en todas las direcciones. Con el fin de que un daño en un solo chip LED no dañe el resto de la instalación, se optó por una conexión en paralelo para las cintas (conectadas ánodo-ánodo, cátodo-cátodo), lo que requirió las siguientes condiciones:

- Todas las cintas deben tener la misma fuente de alimentación (12 V DC).
- Uso de un transformador de voltaje que regule la salida de la fuente típica (110 V AC  $\rightarrow$  12 V DC).

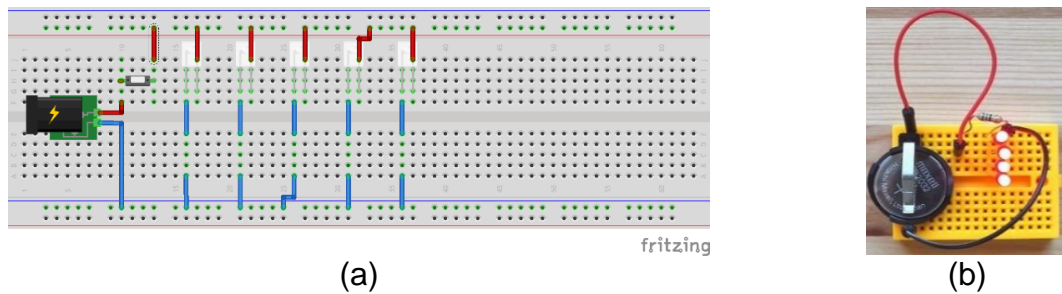
El esquema de conexión eléctrica se puede observar en la figura 2.9a. En el mercado se encuentra un rollo de cinta LED de 5 m de longitud, y de acuerdo a la geometría del

reactor, se dividió en partes iguales de 10 cm (cada una con 6 LEDs) para lograr cubrir toda la carcasa, además de garantizar una iluminación homogénea para el foto-reactor, el esquema eléctrico de conexión para estos tramos de cinta se muestra en la figura 2.9b.



**Figura 2.9.** (a) Esquema de conexión eléctrica para la cinta LED, (b) esquema de conexión eléctrica (en paralelo) para la cinta LED [19].

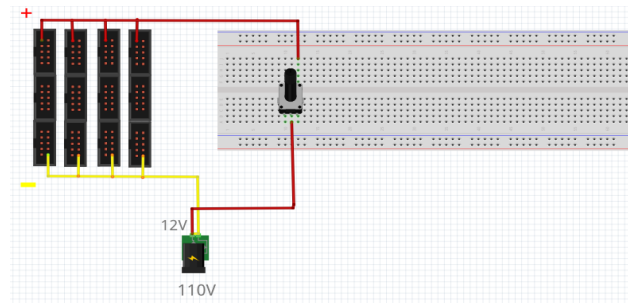
Con el fin de verificar el funcionamiento de la fuente de iluminación y la disposición elegida, se realizaron simulaciones y montajes esquemáticos. Así, en la figura 2.10a se muestra una imagen obtenida desde el software Fritzing, en el cual se modeló el esquema de la conexión en paralelo, por medio de un switch que controla el encendido/apagado del sistema, inicialmente para unos cuantos LEDs; en la figura 2.10b está el montaje hecho a partir de la simulación anterior, corroborando la teoría por medio de la experimentación, puesto que cuando un solo bombillo LED se apagaba, los demás continuaban en funcionamiento sin problema.



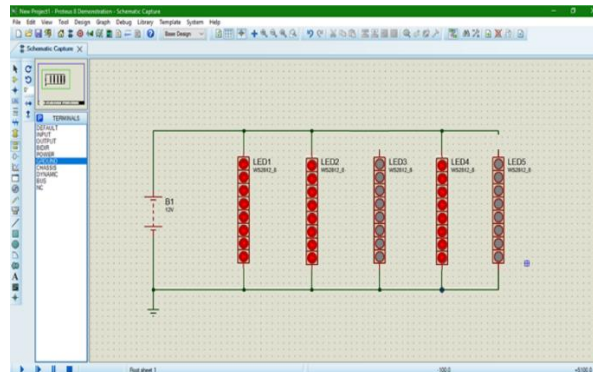
**Figura 2.10.** Diseño esquemático de la conexión en paralelo de bombillos LED: (a) simulación en Fritzing, (b) montaje de la simulación.

En la figura 2.11 se aprecia la simulación y montaje del arreglo en paralelo para las cintas LED, para esto, se cortó la cinta en pedazos iguales, se puentearon los respectivos ánodos y cátodos en un arreglo paralelo y se conectó la fuente de alimentación en el primer tramo de cinta. En la figura 2.11a y 2.11b se simuló en el software Fritzing y Proteus respectivamente, la conexión de la descripción anterior; y posteriormente, en la figura 2.11c se observa el montaje de dichas simulaciones con la cinta LED que se usó en la investigación. Como se deseaba, a pesar de bloquear uno de los tramos (en el ensayo: desconectar, en la práctica: quemar), el resto de la cinta continuó encendida sin presentar falla alguna.

Finalmente, en la figura 2.12 se puede apreciar la iluminación, con la cinta LED, usada para el reactor.



(a)

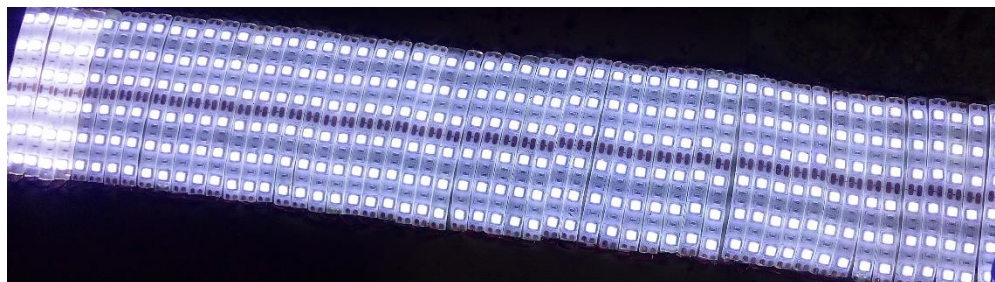


(b)



(c)

**Figura 2.11.** Diseño esquemático de la conexión para las cintas LED ubicadas en paralelo: (a) esquema en Fritzing, (b) esquema eléctrico en Proteus, (c) montaje con la cinta que se trabajó en la investigación (prototipo).



**Figura 2.12.** Cinta LED del reactor conectada en forma paralela.

## **Capítulo III:**

# ***ELECCIÓN Y DISEÑO DE UN MODELO PARA LA CARCASA Y OTROS COMPONENTES***

*Se eligió el material adecuado, las dimensiones  
y las condiciones de montaje.*

*Se analizaron distintos modelos.*

*Se buscaron las características adecuadas.*

*Se construyó un prototipo.*

El modelo para el reactor fotocatalítico debe garantizar determinadas condiciones experimentales que permitan una reproducibilidad acertada de resultados. Como ya fue mencionado, dentro de los aspectos relevantes a tener en cuenta para el diseño, optimización y operación de reactores fotocatalíticos, se tiene:

- La selección de la fuente que simula la luz (eficiencia lumínica, distribución espectral, forma, dimensiones, requerimientos de mantenimiento y operación).
- El diseño de la geometría del reactor, a partir de la fuente de radiación.
- La forma del foto-reactor para facilitar la fluidez del líquido a tratar (soporte para el semiconductor).
- Materiales complementarios (mangueras, uniones, ventiladores, soportes), dimensiones (tamaños adecuados) y procedimientos de limpieza.

La primera de las condiciones de diseño del reactor ya fue determinada, es decir, la fuente de iluminación. En este capítulo se continuará con el desarrollo del diseño a partir de esa elección.

### **3.1. Materiales para el diseño**

En esta sección se describirá el proceso de elección de los materiales tales como el foto-reactor, la refrigeración y un sistema de re-circulación.

#### **3.1.1. El foto-reactor: Recipiente interno**

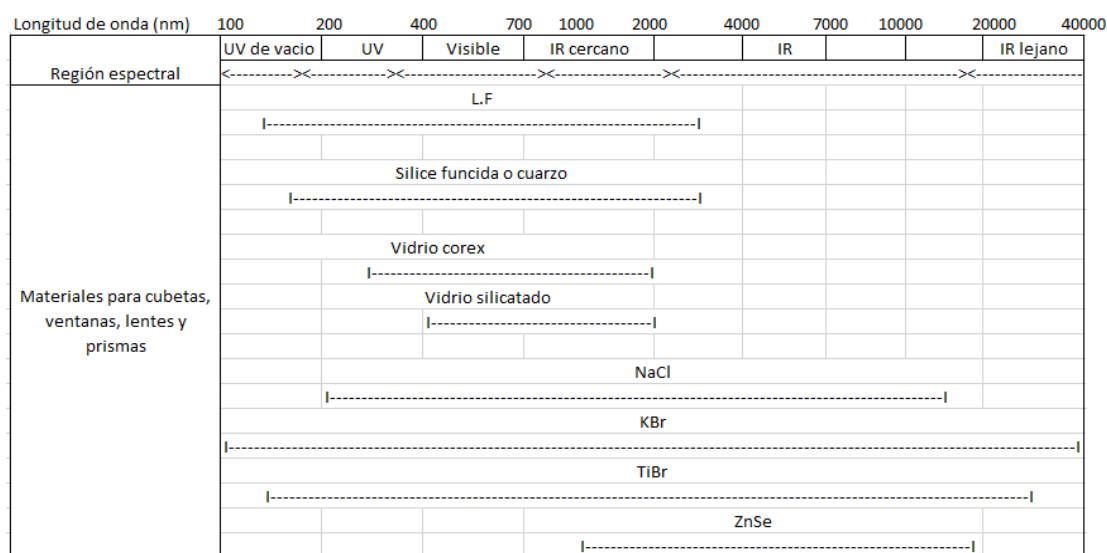
Entre las distintas formas que puede tener el foto-reactor, la tubular es la más común porque garantiza una mayor recepción de luz en todas las direcciones y posibilita una sencilla manipulación del fluido que se quiera tratar. En este caso, el diámetro del foto-reactor es un parámetro importante, puesto que debe existir una adecuada relación entre la distribución de iluminación incidente y la concentración de semiconductor.

De acuerdo con estudios realizados [7-10], los diámetros prácticos para foto-reactores tubulares están entre 1,0 cm y 2,5 cm, diámetros menores propician pérdida de presión, mientras que valores mayores dejan un excesivo volumen sin iluminar; a su vez, la distancia entre la fuente de iluminación y el foto-reactor debe ser máximo de



10,0 cm. Como la reacción ocurre por la interacción radiación-semiconductor, la correcta elección de los dos parámetros mencionados (diámetro del tubo y distancia fuente – foto-reactor) aumentará la eficiencia del proceso [5].

El recipiente que albergue la muestra debe ser fabricado en un material que sea transparente a la radiación de la región espectral de interés [6]. Como se muestra en la figura 3.1, los vidrios de silicato se pueden emplear en la región comprendida entre 350 nm y 2000 nm, así como el cuarzo y la sílice, los cuales son transparentes para radiación del espectro visible.



**Figura 3.1.** Materiales de fabricación para recipientes dependiendo de su transparencia en distintos rangos de longitud de onda [22].

Teniendo en cuenta estudios recientes [4, 5, 8], la investigación y desarrollo de algunos derivados del plástico y del vidrio tales como los fluoropolímeros, los acrílicos, el borosilicato y el cuarzo, se presentan como alternativas que se ajustan a los requerimientos de transparencia y a la vez, alta resistencia frente a la degradación; en la tabla 3.1 se presentan ciertas características de ellos:

Tabla 3.1. Características de diferentes materiales que pueden usarse como recipientes para la muestra.

---

### Fluoropolímeros

---



**Figura 3.2.**  
Fluoropolímeros  
[22].

- Químicamente inerte.
- No hay alteración por la acción de la luz.
- Buena transmitancia.
- Alta flexibilidad (desventaja para contención de soluciones). No brinda rigidez al líquido contenido en su interior [22].

---

### Acrílicos

---



**Figura 3.3.**  
Acrílicos [22].

- Fácil manejo, pueden doblarse y termo-formarse.
- Desventaja: no se tiene definido su comportamiento ante diferentes procesos químicos.
- Limpieza compleja, fácilmente rayable [22].

---

### Vidrios

---

- Alta transmitancia y baja reflectancia.

---

#### *Borosilicato*

---



**Figura 3.4.**  
Borosilicatos [23].

- Más utilizado en la fabricación de implementos para laboratorio, por su resistencia a ácidos, soluciones de sal y disolventes orgánicos.
- Presenta buena transparencia óptica sin pérdida por reflexiones [23].

---

#### *Cuarzo*

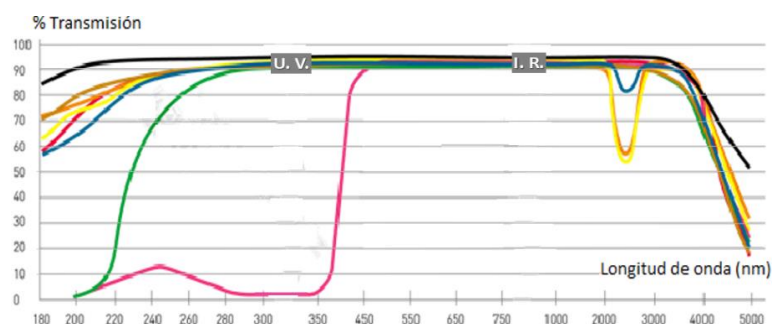
---



**Figura 3.5.** Vidrio  
de cuarzo [24].

- Alta eficiencia en sus características, tales como su alta plasticidad y su invariación de color.
- Químicamente es resistente al agua, soluciones salinas y ácidos [24].

Aparte de las características mencionadas con anterioridad, la respuesta óptica del material constituyente es fundamental en la elección del tipo de tubo que albergará la solución muestra-semiconductor. Así, analizando ventajas y desventajas de cada uno de los materiales propuestos en la tabla 3.1, se decidió que el foto-reactor (recipiente) fuera un tubo hecho en vidrio de cuarzo, con un diámetro de 1,27 cm y una longitud de 9,00 cm. El cuarzo es el material usado en la mayoría de reactores fotocatalíticos [3-7, 14]; su espectro de transmitancia se presenta en la figura 3.6, observando que su capacidad de transmisión es casi del 100% para diferentes longitudes de onda, incluso la ultravioleta. Se garantiza que el foto-reactor elaborado con este material tendrá una pérdida mínima por absorción de la radiación proveniente de la fuente de iluminación.



**Figura 3.6.** Espectro de transmisión de vidrio de cuarzo para distintas longitudes de onda [24].

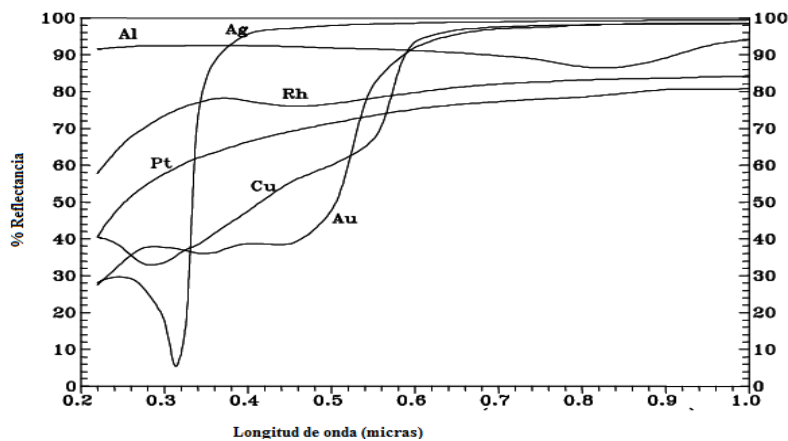
### 3.1.2. Reactor: La carcasa

Con el fin de direccionar la luz hacia la muestra, el primer paso es elegir una geometría del recipiente externo (reactor) similar a la seleccionada para el recipiente interno (foto-reactor), considerando así que la mejor opción es emplear también una configuración tubular. La decisión se basa en dos aspectos:

- Fácil adaptación de las cintas LED (mayor cubrimiento).
- Mayor aprovechamiento de la radiación producida por las cintas LED (figura 2.3b).

Otra característica a tener en cuenta para la elección del reactor es que su superficie permita la mayor eficiencia lumínica posible sobre el foto-reactor, es decir, debe estar cubierta con un material altamente reflectivo. En los materiales metálicos, la reflexión

es una de las propiedades ópticas más importantes; esta característica depende principalmente de la longitud de onda de la luz incidente (figura 3.7). Por ejemplo, el cobre (de color rojo) refleja con mayor intensidad la radiación roja del espectro visible que la violeta; el rodio (de color blanco plateado) tiene un gran poder de reflexión y es suficientemente duro para resistir el rayado; el hierro (de color gris oscuro) tiene una capacidad reflectora moderada para todas las longitudes de onda; y finalmente, el aluminio (de color gris) refleja la luz roja más intensamente que el cobre, pero también refleja con igual facilidad otras longitudes de onda [25].



**Figura 3.7.** Reflectancia espectral de diferentes materiales [25].

De acuerdo con esto, se evaluaron algunos tipos de materiales metálicos que pudieran adaptarse a las características ópticas que se requieren para la carcasa. La información se encuentra descrita en la tabla 3.2.

A partir de las propiedades descritas, se determina que el aluminio es el material que presenta las mejores características frente a las condiciones necesarias para la superficie (interna y externa) de la carcasa [25].

Finalmente, el diseño de la carcasa es tal como se muestra en la figura 3.11a, en el centro se ubicará el foto-reactor (tubo de cuarzo) y alrededor se dispondrán las cintas LED, una al lado de la otra, de forma paralela. Estas consideraciones se tomaron para maximizar la radiación en el interior.

Tabla 3.2. Características de algunos materiales metálicos.

---

### Aluminio

---



**Figura 3.8.** Recipientes cilíndricos de aluminio [26].

- Tiene un color grisáceo, reflejando gran cantidad de radiación electromagnética tanto del espectro visible como del térmico.
- Alta resistencia a la corrosión, es buen conductor calor, tiene un bajo punto de fusión (660°C) y es económico [26].

---

### Acero

---



**Figura 3.9.** Recipientes cilíndricos en acero [27].

- Aleación derivada de la mezcla de hierro con una cantidad de carbono (entre el 0,03 % y el 2,14 % en masa de su composición).
- Presenta alta resistencia mecánica, alta disposición a la soldadura, es reciclable y absolutamente biodegradable.
- Tiene como desventaja la corrosión por la facilidad de oxidación del hierro cuando se encuentra a la intemperie.
- Posee propiedades endotérmicas, lo que ocasiona que estructuras con partes en acero transmitan con facilidad el calor [27].

---

### Plata

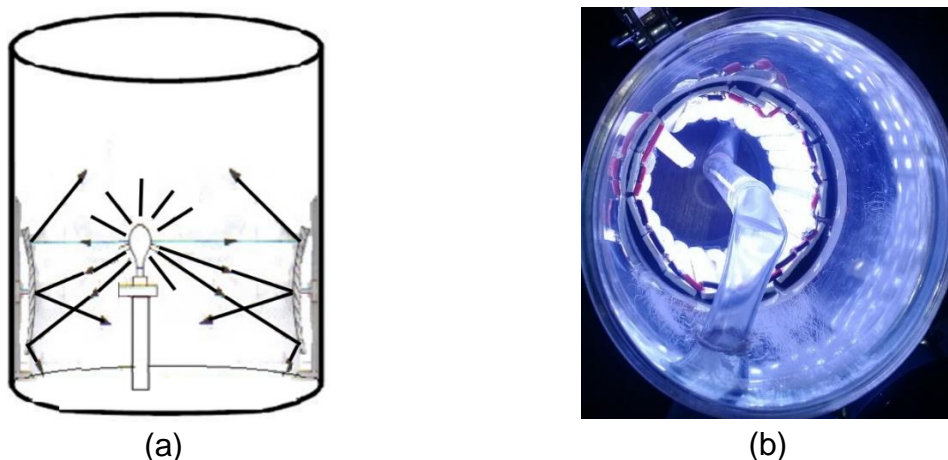
---



**Figura 3.10.** Tubo elaborado en plata [28].

- Presenta un brillo blanco metálico susceptible al pulimento y no se oxida.
  - Metal muy dúctil y maleable.
  - Su superficie se empaña en presencia de ozono, sulfuro de hidrógeno o aire con azufre; no sufre cambios en presencia de agua o aire.
  - Posee la más alta conductividad térmica de todos los materiales metálicos, pero por su alto costo no se usa de forma masiva.
  - Tiene el color más blanco y el mayor índice de reflexión [28].
-

En la figura 3.11b se presenta una fotografía del prototipo realizado, el cual consiste en una carcasa cilíndrica de aluminio con una tapa superior removible y una base abierta.



**Figura 3.11.** (a) Configuración elegida para el reactor, (b) prototipo de la carcasa con iluminación LED y foto-reactor ubicado de manera vertical.

### 3.2. Refrigeración

La temperatura es un parámetro que afecta el proceso de activación de los fotones involucrados en la fotocatalisis, siendo que la temperatura óptima es la temperatura ambiente,  $20^{\circ}\text{C} - 35^{\circ}\text{C}$ <sup>3</sup>. La fuente de iluminación LED encendida en tiempos prolongados (como lo requiere este tipo de procesos) implica una variación de temperatura dentro del espacio en el que ocurre la reacción, lo que no es deseable. Para mantener constante la temperatura en el interior del reactor se eligió acoplar un ventilador de 12 V del tamaño más grande que se encuentra en el mercado, con el fin de que funcione a la par con la fuente de iluminación, ubicándolo en la tapa del reactor.

### 3.3. Configuración del modo de operación del foto-reactor

Definida la geometría del foto-reactor y su ubicación dentro de la carcasa, se procedió a buscar la manera más eficaz de soportar y/o transportar el fluido a descomponer, es

---

<sup>3</sup> Muy bajas temperaturas implican un aumento de la energía de activación; temperaturas por encima de  $50^{\circ}\text{C}$  disminuyen la energía de activación, tendiendo a ser negativa [24].

decir, el modo de operación. De acuerdo con los requerimientos del foto-reactor planteado, se diseñaron dos tipos de configuraciones: de recirculación y de tipo batch.

### **3.3.1. Modo de operación por recirculación**

Para optimizar el proceso de fotocátalisis es deseable que la muestra a descomponer sea expuesta al semiconductor tantas veces como sea necesario [25]. Los reactores por recirculación cumplen con este requerimiento, siendo que operan en forma continua, es decir hay flujo continuo de la solución a descomponer. Inicialmente la sustancia a degradar (para el caso, peróxido de hidrógeno) está contenida en un beaker externo al reactor, por lo que se requiere de un sistema de transporte y circulación, para lo cual se hizo uso de mangueras y de una bomba peristáltica. Se dispusieron tres mangueras, dos entrada/salida al foto-reactor y una entre el beaker y la bomba, diseñadas de la siguiente forma:

- Manguera: beaker – bomba. Transporta el peróxido de hidrógeno desde el beaker (parte externa a el reactor) hasta la bomba peristáltica.
- Manguera de entrada: bomba – tubo (foto-reactor). Transporta el peróxido de hidrógeno hacia el tubo que contiene el semiconductor y alberga la reacción.
- Manguera de salida: tubo – división dos salidas.
- Mangueras de división: A partir de la división se desprenden dos mangueras, una que lleva el oxígeno producido hacia el medidor (objetivo central del equipo) y otra que lleva el fluido de nuevo al beaker con el fin de repetir el proceso hasta que la medida de oxígeno desprendido sea mínima.

En la serie de fotografías de la figura 3.12 se muestra una secuencia de la construcción del prototipo en el modo de operación por recirculación; en la figura 3.12a se observa el tubo de cuarzo con la manguera de entrada, ubicado dentro de la carcasa; en la figura 3.12b y 3.12c se muestra el arreglo de cintas LED dentro del prototipo de carcasa, junto con mangueras de entrada/salida. Finalmente, en la figura 3.12d se muestra la foto de la carcasa prototipo forrada, con el fin de simular la carcasa real (de aluminio).



(a)



(b)



(c)



(d)

**Figura 3.12.** (a) Tubo de cuarzo en el interior del primer prototipo; (b) prototipo de la carcasa con las cintas LED, el foto-reactor, y mangueras de circulación; (c) prototipo con luces LED encendidas; (d) prototipo forrado de color negro con las luces encendidas.

Se eligió una bomba peristáltica no sumergible puesto que es un instrumento muy sencillo (figura 3.13), sin válvulas ni sellos, lo que facilita un mantenimiento fácil y económico, requiriendo únicamente cuidado con las mangueras o tubos. El impulso del fluido se hizo con una velocidad máxima de 5000 rpm [26].



**Figura 3.13.** Bomba peristáltica usada en el primer prototipo.



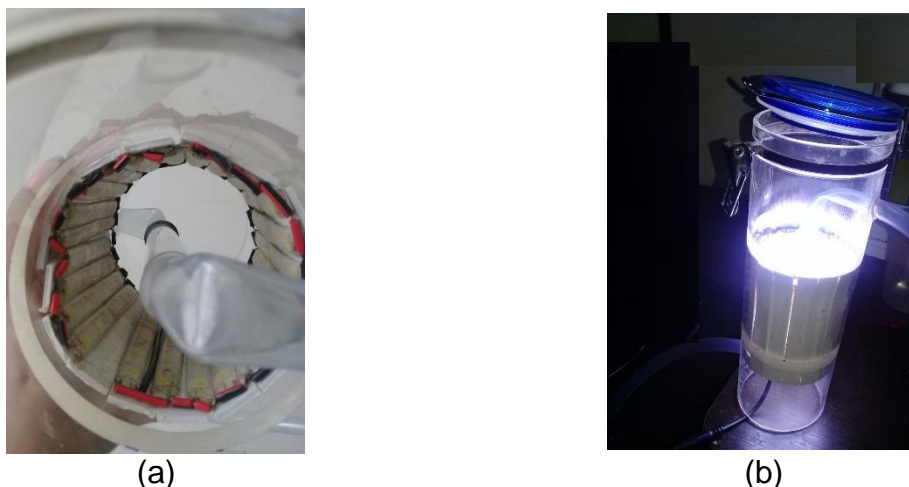
Ya que el tubo de cuarzo quedó ubicado de manera vertical dentro de la carcasa, con su entrada en la parte inferior y la salida en la parte superior, el semiconductor debe ser distribuido a lo largo del tubo para lograr un mayor aprovechamiento de la iluminación e interacción con el peróxido de hidrógeno. No obstante, por el diámetro que posee el foto-reactor y para que la distribución sea homogénea en su interior, el semiconductor debe ocupar gran parte del tubo; en los ensayos se verificó que tanto la cantidad de semiconductor requerida para llenar el tubo, como la posición vertical del mismo, le exigía un mayor empuje a la bomba peristáltica, es decir, mayor presión sobre el fluido, lo que daba como consecuencia el que a la salida del tubo se encontrara, además de la solución a degradar, el semiconductor, es decir, la alta presión ejercida por la bomba sacaba el semiconductor del interior del tubo.

Por lo anterior, se decidió cambiar la posición del foto-reactor a horizontal. Esta disposición permite utilizar menos cantidad de semiconductor, obtener una iluminación homogénea sobre toda la solución, y principalmente, utilizar menor presión de la bomba peristáltica, minimizando la fuga del semiconductor. Esta opción también permitió tener un mecanismo de agitación que garantizara una mejor interacción entre el semiconductor y el peróxido.

Para evitar la salida del semiconductor del tubo se hicieron diferentes ensayos, implementando la configuración descrita, añadiendo al extremo de la salida del tubo diferentes tipos de filtros: discos de papel filtro estándar, papel filtro de celulosa, arreglos de papel más gruesos y finalmente filtros de jeringa. El filtro de papel estándar, a pesar de ser utilizado habitualmente en el laboratorio por retener una alta cantidad de partículas finas, no fue adecuado puesto que no soportaba la cantidad de solución que le llegaba, dejando pasar parte de semiconductor hacia la manguera de recirculación. Lo mismo ocurrió con los filtros de celulosa, que, por estar fabricados con algodón, se deshicieron más fácilmente. También se hicieron varios ensayos con papel filtro de cafetera que tuvo cierta eficiencia, siendo que permitía el paso de la solución manteniendo el sólido en el interior del tubo, pero por la fuerza de empuje que traía el líquido, el filtrado no era el requerido. Se hicieron arreglos de manera que la capa de filtro fuera más gruesa, utilizando un disco de papel filtro seguido de una

capa de lana de vidrio, una capa de algodón y otro papel filtro. Finalmente se ensayaron filtros finos de jeringa (0,45 micras), pero como funcionan de manera dosificadora (tipo gotero) requerían que la presión dada por la fuerza de empuje fuera muy pequeña, menor a la ejercida por la bomba peristáltica, por lo que el filtro se salía. En resumen, el resultado fue el mismo: cierta cantidad del semiconductor lograba pasar hacia la manguera de recirculación.

La imagen de la figura 3.14a muestra el montaje del prototipo realizado del reactor en configuración por recirculación, con el foto-reactor en posición vertical. En la figura 3.14b se aprecia el reactor con las luces encendidas; en este sistema se hicieron los diferentes ensayos con los filtros descritos con anterioridad.



**Figura 3.14.** (a) Primer prototipo del reactor en modo de operación por recirculación (foto-reactor en posición vertical), (b) ensayos con la iluminación encendida.

Por todo lo anterior, se pasó a implementar el modo de operación tipo batch.

### **3.3.2. Modo de operación tipo batch**

En esta configuración, el foto-reactor no tiene flujo de entrada ni de salida, es decir, la solución junto con el semiconductor se encuentran en el interior del tubo. A pesar de ser reactores muy usados en estudios a escala de laboratorio, procesos industriales y aplicaciones de control de contaminación, son poco prácticos en tratamientos de remoción de sustancias orgánicas, puesto que se requiere tener entrada y salida para que se puedan tratar volúmenes considerables y evaluar la validez del proceso. El

tiempo de contacto entre la sustancia a degradar y el semiconductor será el que determine la eficiencia de la reacción, ya que las concentraciones cambian con la duración del proceso. Por lo tanto el funcionamiento de este tipo de configuración requiere de rangos de tiempo elevados. El costo de instrumentación es bajo y es flexible en su uso (se puede detener rápido y fácil) [5].

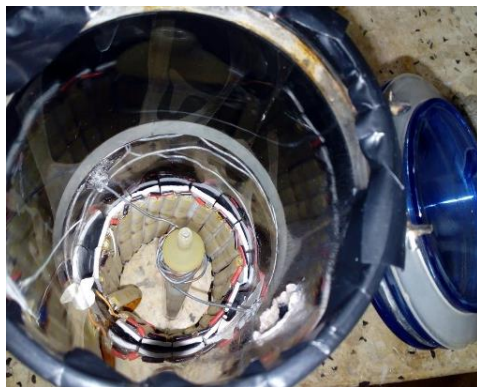
Con el fin de evaluar este tipo de configuración el foto-reactor se colocó de manera vertical, para evitar fugas o derrames de la solución y el semiconductor; se mantuvo el extremo inferior de la carcasa abierto y el extremo superior se cerró. En el interior del foto-reactor se colocó un agitador magnético, para garantizar una mezcla homogénea entre la solución y el semiconductor. Se utilizó un arreglo con alambre para suspender el foto-reactor (tubo) en el centro de la carcasa, lo que permitió una iluminación homogénea a lo largo del tubo. En la parte superior del foto-reactor se adaptó un conector plástico para unir el tubo a la manguera que transporta el oxígeno desprendido como producto de la reacción fotocatalítica.

### **3.4. Prototipo inicial**

A pesar de trabajar con tiempos de funcionamiento extensos, se decidió implementar el prototipo del reactor con el foto-reactor ubicado de manera vertical, tipo batch, en constante agitación; ubicando las cintas LED en el interior de la carcasa, alrededor y de forma paralela, con una manguera en el extremo superior del foto-reactor para realizar el transporte del oxígeno hacia el sistema de medida. Además de ser una buena opción para procesos de laboratorio al tratar con pequeñas cantidades de semiconductor y peróxido de hidrógeno, no es invasivo con los demás materiales empleados en la construcción del reactor ya que los reactivos permanecen contenidos en el tubo; la limpieza se realiza de manera más sencilla y el proceso se puede detener en cualquier punto si se requiere.

En la figura 3.15a se presenta una fotografía del prototipo inicial utilizado, implementando la configuración tipo batch, con la carcasa forrada para evitar entrada/salida de iluminación aparte de la usada como fuente; también se suspendió

el foto-reactor en el centro de la carcasa, con un soporte hecho de alambre. En este prototipo inicial, con la fuente de iluminación encendida (figura 3.15b), se hicieron varios ensayos con diferentes semiconductores, observando su comportamiento, para tener una idea de lo que se debía esperar en las pruebas definitivas a realizar en el reactor final.



(a)



(b)

**Figura 3.15.** (a) Prototipo inicial del reactor en modo de operación tipo batch, (b) prototipo inicial del reactor con las luces LED encendidas.

## **Capítulo IV:**

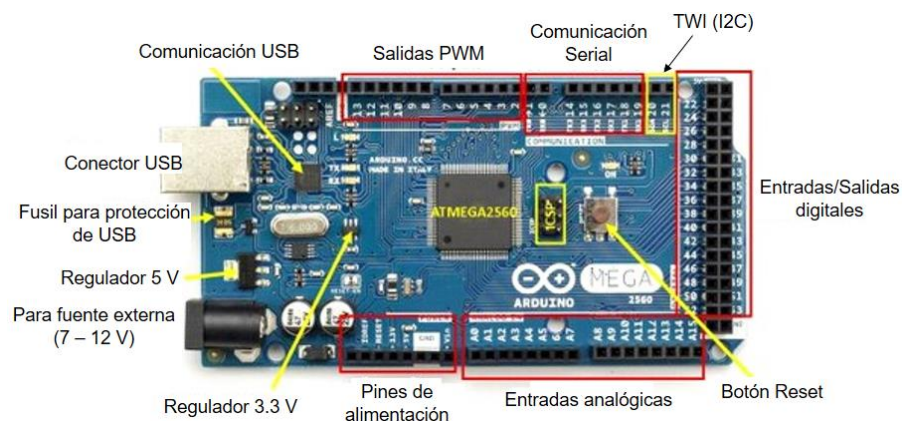
# ***PROCESO DE ADQUISICIÓN, ADECUACIÓN, REGISTRO Y VISUALIZACIÓN DE DATOS.***

*Se adaptaron distintos métodos.*

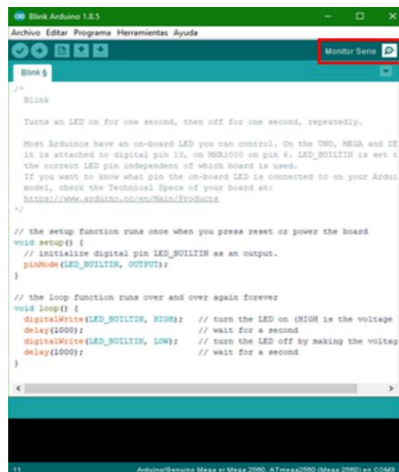
*Se caracterizaron sensores.*

*Se adecuó un sistema de visualización  
de resultados.*

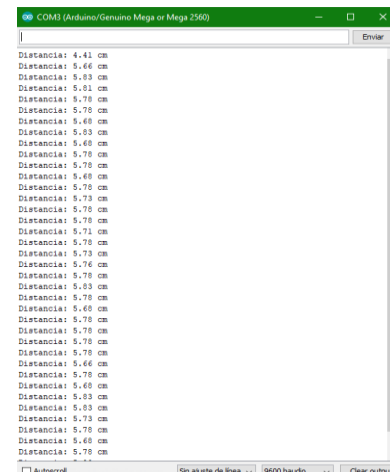
En un reactor que albergue una reacción fotocatalítica, una forma de medir la eficiencia del catalizador utilizado puede tenerse por medio de la cantidad de oxígeno liberado. Además, se tienen otros parámetros involucrados en este proceso, y lo ideal es poder adquirir la información correspondiente de una manera precisa, en tiempo real y de fácil lectura. Por tanto, para lograr la adquisición, tratamiento y visualización de los datos provenientes del reactor construido, se utilizó una placa Arduino Mega que posibilita este proceso y permite su implementación. Se eligió la placa Arduino porque pertenece a una plataforma electrónica de código abierto, basada en placas de hardware y software de uso sencillo. A través de los años, Arduino ha permitido la construcción y puesta en funcionamiento de miles de proyectos, desde objetos cotidianos hasta complejos instrumentos científicos [29]. En la figura 4.1 se presenta una fotografía de la placa utilizada resaltando los componentes de interés. Dependiendo del tipo de proyecto que se desarrolle, la evaluación del funcionamiento del código implementado se puede realizar por medio de una opción en la interfaz del software de control de Arduino (ubicada en la parte superior de la ventana principal, figura 4.2a) llamada Monitor Serie; se desplegará una nueva ventana y será posible observar los diferentes valores (analógicos o digitales) que “arrojan” las mediciones tomadas por un sensor específico (figura 4.2b).



**Figura 4.1.** Registro fotográfico del Arduino Mega 2560 utilizado en la investigación.



(a)



(b)

**Figura 4.2.** Software de control de la placa Arduino: (a) Ventana principal con opción de desplegar el Monitor Serie (recuadro rojo), (b) ventana de observación del Monitor Serie.



Teniendo en cuenta las características del reactor, la elección de los sensores adecuados surgió de una evaluación de la eficiencia de diferentes sensores, buscando optimizar la medida de oxígeno liberado en la reacción y la regulación de la temperatura. En este capítulo se detallan las características de diferentes sensores, los criterios de elección, el método de medición, procesamiento y visualización de datos.

#### 4.1. Medición de Oxígeno

La medición del oxígeno liberado durante la reacción fue tal vez el parámetro que más investigación requirió. Inicialmente se pensó en utilizar un sensor de medida directa pero además de que no fue posible encontrar en el mercado nacional uno adecuado a la medición de la cantidad de oxígeno, no se logró adecuar un sistema de contención del gas que posibilitara la medición, es decir, no se pudo implementar una forma de “atrapar” el gas liberado para colocar directamente un sensor de oxígeno. Por esto, se decidió encontrar primero el sensor de oxígeno y luego el sistema de medida pertinente para el dispositivo. Se ensayaron diferentes sensores midiendo oxígeno proveniente de un cilindro de oxígeno industrial (O<sub>2</sub> con presión interna: 2200 psi),

teniendo en cuenta el rango de concentración de gas requerido para iniciar la detección en el sensor. En la tabla 4.1 se listan los diferentes sensores de gas investigados, resaltando sus características; de acuerdo a esta información, se aclara que no aparece la concentración de O<sub>2</sub> debido a que la hoja de datos de los sensores (datasheet) no presentan ninguna información acerca del oxígeno, entonces la idea era buscar una calibración para este gas, a partir de las medidas que “arrojara” el sensor a medida que hiciera la detección correspondiente de la concentración del gas.

Tabla 4.1. *Características principales de sensores a considerar para la medición directa de oxígeno.*

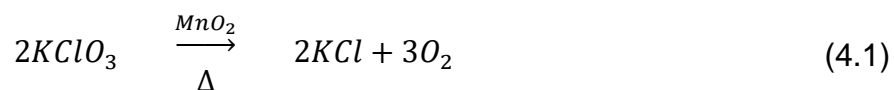
Sensor	Características y funcionamiento	
MQ-9		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Material sensible del sensor: SnO<sub>2</sub>.</li> <li>• Buena sensibilidad a CO y gases combustibles.</li> <li>• Alta sensibilidad a CH<sub>4</sub>, propano y LPG.</li> <li>• Larga vida útil y bajo costo.</li> <li>• Circuito de acondicionamiento sencillo.</li> <li>• Concentración: CO: 10 - 1000 ppm, gas combustible: 100 - 10000 ppm.</li> <li>• Tiempo de pre-calentamiento: ~48 h.</li> <li>• Método de detección a partir de altas y bajas temperaturas. La conductividad del sensor incrementa cuando aumenta la concentración del gas [30].</li> </ul>
MQ-135		<ul style="list-style-type: none"> <li>• Material sensible del sensor: SnO<sub>2</sub>.</li> <li>• Amplio rango de detección.</li> <li>• Larga y estable vida útil.</li> <li>• Respuesta rápida y alta sensibilidad.</li> <li>• Circuito de acondicionamiento sencillo.</li> <li>• Concentración: NH<sub>3</sub>: 10 - 300 ppm, benceno: 10 - 1000 ppm, alcohol: 10 - 300 ppm.</li> <li>• Tiempo de pre-calentamiento: ~24 h [31].</li> </ul>



Para los ensayos de funcionamiento se realizó una unión, a través de una manguera, desde la salida del cilindro hasta la entrada del sensor. Los sensores MQ-9 y MQ-135 se implementaron de la misma manera en la placa Arduino, los resultados obtenidos se observaron en el Monitor Serie. La mayoría de valores mostrados fueron datos con signo negativo o que no tenían sentido frente al comportamiento de los sensores para otros gases, por lo que no fue posible encontrar una relación entre la respuesta proveniente de los dos sensores frente a la presencia de pequeñas y grandes cantidades de oxígeno.

Otro sensor de gas que se investigó para el reactor, fue la sonda lambda, la cual es de muy fácil adaptación y permite la medición de la cantidad residual de oxígeno en los gases de escape de un automóvil. La limitación que presenta es que la temperatura que requiere para iniciar la medición es de 350 °C [32].

Por lo anterior, se buscó un proceso de medición indirecto que posibilitara el uso de otro tipo de sensores. En la práctica de laboratorio, denominada determinación del volumen molar de un gas<sup>4</sup>, se expone una forma práctica de medición de la cantidad de oxígeno producto de una reacción de descomposición térmica del KClO<sub>3</sub> (reacción 4.1).

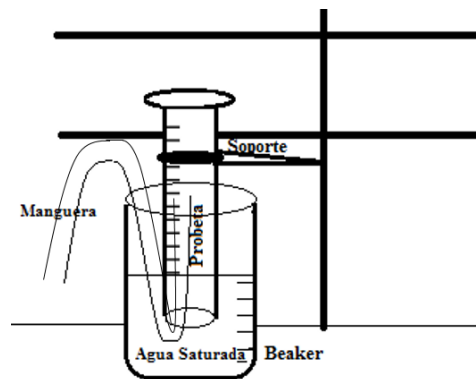


Basándose en esta metodología, se realizó una adaptación (Anexo A) y en la figura 4.3 se observa una imagen con el montaje usado.

Con el montaje de la figura 4.3 se evaluaron dos sensores, un sensor de nivel de agua (water sensor) y un sensor de ultrasonido, cuyas características se muestran en la tabla 4.2.



---

<sup>4</sup> Guías de Laboratorio de Química General, Universidad del Cauca. L. A. Vargas.



**Figura 4.3.** Montaje experimental final de medición de oxígeno.

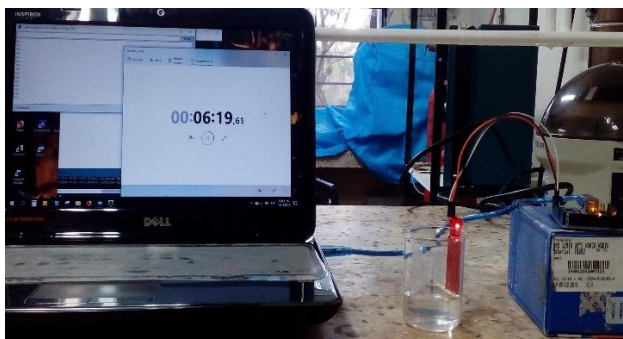
Tabla 4.2. *Características principales de sensores a considerar para la medición indirecta de oxígeno.*

Sensor	Características
 <p>Water sensor</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Posee tres partes principales: un conector electrónico, una resistencia de 1 MΩ y varias franjas conductoras sin protección adicional.</li> <li>• Rango de detección: 40 mm x 16 mm.</li> <li>• Temperatura de funcionamiento: 10°C - 30 °C.</li> <li>• Baja potencia de consumo.</li> <li>• Alta sensibilidad.</li> <li>• Señal de voltaje de salida: 0 ~ 4,2 V [33].</li> </ul>
 <p>HC-SR04</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• El módulo incluye transmisores ultrasónicos, receptores y circuito de control.</li> <li>• Voltaje de funcionamiento: 5 V DC.</li> <li>• Corriente de funcionamiento: 15 mA.</li> <li>• Distancia de medición: 2 cm – 400 cm.</li> <li>• Incertidumbre de la medida: ±3 mm.</li> <li>• Ángulo de medición: 15°.</li> <li>• Rango de área de medición &gt; 0,5 m<sup>2</sup> [34].</li> </ul>

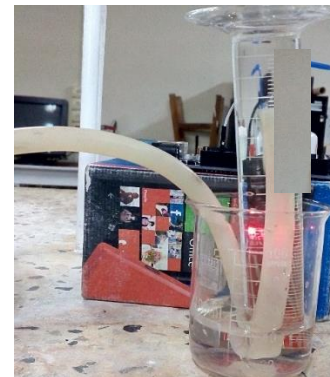
#### 4.1.1. Método de medición con el sensor de nivel de agua

Este sensor funciona con una serie de franjas expuestas conectadas a tierra, entrelazadas entre tierra y detectores. Las franjas del sensor tienen una resistencia de  $1\text{ M}\Omega$ , lo que permite que el sensor tenga un valor lógico alto hasta que una gota de agua se ponga en contacto con una franja. El sensor es de tipo resistivo, es decir, cambia el valor de su resistencia eléctrica a medida que aumenta el nivel de agua [33].

El sensor se ubicó en el interior del beaker, en posición vertical, y se tomó como valor de referencia el número cero, equivalente al nivel mínimo de agua dentro del beaker (figura 4.4a). A medida que el sensor detectaba el aumento de nivel de agua, en el Monitor Serie se obtenían unos valores de tipo enteros que iban desde 0 hasta ~650. Para la interpretación de estos resultados, se esperaba obtener una relación matemática entre el nivel de agua del beaker que aumentaba, el agua desplazada por el oxígeno en el interior de la probeta y los datos adquiridos (figura 4.4b).



(a)



(b)

**Figura 4.4.** Montaje utilizado para evaluar el funcionamiento del sensor de nivel de agua. (a) Posición del sensor en el beaker, conectado a la placa Arduino, (b) montaje del sensor con el sistema de medición de cantidad de oxígeno.

No obstante, este proceso se dificultó por dos razones:

- La variación del nivel de agua no se da de una forma uniforme ni constante.
- El sensor requiere de un tiempo de estabilización mayor a los tiempos de incremento del nivel de agua, es decir, el sensor no tiene la sensibilidad suficiente para asimilar cada una de las medidas correspondientes a la producción de oxígeno.

Por lo tanto, no fue posible implementarlo para la medición del oxígeno liberado de la reacción fotocatalítica.

#### **4.1.2. Método de medición con el sensor HC-SR04**

Continuando con la metodología expuesta, se evaluó el funcionamiento del sensor ultrasónico HC-SR04. Este dispositivo es un sensor de distancias por ultrasonido, capaz de detectar objetos y calcular la distancia a la que se encuentran, en un rango de 2 a 400 cm. Su pin trigger envía una señal de estado alto durante al menos 10  $\mu$ s, a su vez, el módulo envía automáticamente 8 ciclos de ultrasonido de 40 kHz y detecta si hay una señal de pulso como respuesta. Si hay señal de retorno (nivel alto (1)), el tiempo de duración de la salida en alto es el tiempo en enviar y retornar el ultrasonido. La ecuación 4.2 muestra la relación matemática para determinar la distancia con el sensor HC-SR04 [34].

$$Distancia = \frac{(tiempo\ salida\ en\ alto) \cdot (v_{sonido}) \cdot (1 \times 10^{-6})}{2} \quad (4.2)$$

El dispositivo permite tener las medidas de la distancia (en cm) entre el nivel de agua y la posición del sensor, por consiguiente, se ubicó el sensor de forma horizontal, en la boca del beaker. Cuando inicia la reacción, se libera oxígeno, por lo cual, con el montaje descrito en la figura 4.3c, el nivel del agua en la probeta disminuye y en consecuencia el nivel del agua en el beaker aumenta. Se buscó una relación entre la distancia que mide el sensor hasta el nivel de agua en el beaker, la cual iba aumentando con la disminución de nivel de agua en el interior de la probeta por la presencia de oxígeno, es decir, determinar una medida indirecta de la cantidad de oxígeno liberado. Así, se realizó una calibración al sensor correspondiente al sistema de medición descrito con anterioridad, tomando como base el artículo sensor de nivel de agua con Arduino<sup>5</sup>, el cual tiene un programa de Arduino para el sensor, hecho en código abierto y aún en construcción por aportes dados de diferentes programadores. Las consideraciones que se tuvieron en cuenta para este proceso fueron:

---

<sup>5</sup> Blog Arduino, Blog ProgramarF.

a. Se requirió que el recipiente que contenía el líquido que se iba a desplazar (agua saturada con sal) fuera uniforme en su volumen (la base debía ser del mismo diámetro de la parte superior), con el fin de garantizar una toma de medidas proporcionales. Por tal razón, se adaptó un recipiente de vidrio de forma cilíndrica con un diámetro de 10 cm.

b. El sensor midió el espacio “vacío” entre el nivel de líquido y su posición horizontal en la parte superior del recipiente. De acuerdo al artículo referenciado, se registraron tres medidas de nivel de líquido: probeta llena de líquido (0 mL de oxígeno – recipiente “vacío”), probeta con un volumen conocido (~25 mL de oxígeno) y probeta con máximo volumen desplazado (~50 mL de oxígeno).

c. Cuando se implementa un circuito electrónico, se presenta cierta interferencia o “ruido” debido a las conexiones hechas por medio de cables, fluctuaciones en las medidas obtenidas por el sensor, fluctuaciones en la placa Arduino, y fluctuaciones debidas a movimientos indeseados del sistema de medición (figura 4.3); por esta razón, se hizo necesario implementar un método estadístico al código de la placa, que actuara como un filtro y disminuyera los errores en la medición. Para este caso, se almacenaron 100 medidas de distancia y se usó el promedio aritmético de dichos valores.

d. Los resultados de las mediciones adquiridas (ítem c) se muestran en la tabla 4.3.

Tabla 4.3. *Medidas para la caracterización del sensor HC-SR04.*

Probeta llena de líquido (cm)	Probeta con un volumen conocido (cm)	Probeta con máximo volumen desplazado (cm)
5,71	5,30	4,89

e. Se llevó a un valor de cero la distancia determinada anteriormente (medida de la probeta con máximo volumen desplazado), es decir, se estableció un patrón de referencia de tal manera que cuando el líquido desplazado sea máximo, entonces la medida de distancia sea de 0 cm. Además, tanto a la distancia dada para la probeta llena de líquido como para la distancia de la probeta con un volumen conocido, se les restó el valor adquirido inicialmente para la probeta con máximo volumen desplazado:

$$5,71 \text{ cm} - 4,89 \text{ cm} = 0,82 \text{ cm}$$

$$5,30 \text{ cm} - 4,89 \text{ cm} = 0,41 \text{ cm}$$

f. El volumen correspondiente a la cantidad de líquido de la probeta con un volumen conocido fue de ~25 mL, así, se encontró qué volumen ocupaban esos 25 mL (interior de la probeta) en el recipiente donde se midió la distancia del nivel de agua; posteriormente se restó el valor de distancia ajustado (paso anterior) de la probeta llena de líquido y la distancia ajustada de la probeta con un volumen conocido:

$$0,82 \text{ cm} - 0,41 \text{ cm} = 0,41 \text{ cm}$$

Esta diferencia permitió hallar la relación: en cada 0,41 cm hay 25 mL de líquido.

g. Los valores de distancia que se obtuvieron con el sensor, indicaban el “espacio vacío” dentro del recipiente, pero como el interés estaba en la medida de volumen ocupado, se realizaron unos últimos cálculos para poder encontrarla:

- Se hizo la suposición de que el sensor entregó una medida X de distancia, entonces se restó la distancia original del valor de la probeta llena de líquido:

$$5,71 \text{ cm} - X \text{ cm} = Y \text{ cm}$$

- Se aplicó una regla de proporción, tomando como referencia la información del ítem g, es decir, que por cada 0,41 cm hay 25 mL de líquido [32]:

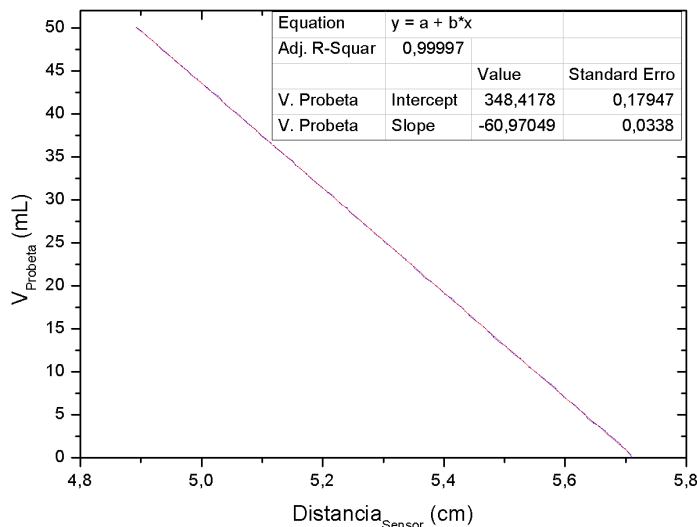
$$\begin{array}{l} 0,41 \text{ cm} \rightarrow 25 \text{ mL} \\ Y \text{ cm} \rightarrow x \text{ mL} \end{array} \qquad x = \frac{25 \text{ mL} \cdot Y \text{ cm}}{0,41 \text{ cm}} = Z \text{ mL}$$

Finalmente, el volumen que ocupó el oxígeno en el interior de la probeta correspondió al valor Z en mL determinado por medio de la regla de proporción descrita. Se realizaron diferentes ensayos y se obtuvieron valores de resultados con una mejor aproximación a los valores reales (medida directa tomada de la probeta), puesto que el sistema de medición indica valores de cantidad de oxígeno (en mL) con dos cifras significativas.

En la tabla B.1 (Anexo B) se exponen los valores adquiridos durante la calibración inicial del sensor de distancia para el sistema de medición de oxígeno liberado que se implementó, allí se encuentran también los valores correspondientes a los errores absolutos y relativos, en los que se usó como medida real la observada directamente en la probeta. A continuación se muestra en la figura 4.5 la gráfica obtenida a partir

de estos datos; en color azul se encuentran las mediciones tomadas, en color rojo está la respectiva linealización de la relación dada entre los valores y en la parte superior derecha está la información sobre dicha linealización:

- Intercepto en el eje y: 348,4178.
- Pendiente: -60,97049.



**Figura 4.5.** Calibración realizada para el sensor de distancia, con el sistema de medición de oxígeno liberado del reactor fotocatalítico AMP1.

De acuerdo a la información presentada gráficamente, se encontró la ecuación (4.3), que presenta la relación lineal entre la distancia entregada por el sensor y la cantidad de volumen de O<sub>2</sub> liberado que se va llenando el interior de la probeta:

$$y = -60,97049x + 348,4178 \quad (4.3)$$

Con las cifras calculadas (Anexo B), se aprecia un error absoluto promedio de 0,28 mL, el cual muestra la imprecisión del sistema de medición determinado para el sistema frente a las medidas que se observan directamente en la probeta; y un error relativo promedio de 2,93% que ratifica dicho error producido en las medidas tomadas con el sensor. Sin embargo, frente a la medición directa por observación, se tiene una buena precisión de los datos, pues cada uno de ellos tendrá una desviación promedio de aproximadamente 0,28. Es de aclarar que este sistema de medición implementado requirió de un tiempo de estabilización de aproximadamente 2 min para cada conjunto

de medidas correspondientes a una distancia, lo que implicó tal error de medición en tiempo real, teniendo una incertidumbre de aproximadamente 0,28 mL en la medición del volumen de oxígeno. Al comparar este valor de incertidumbre con la incertidumbre dada por la probeta ( $\pm 1$  mL), se observó que se pudo establecer un sistema con menor error de medición, además de favorecer la toma de medidas, por establecer también una visualización digital de los datos. Se brindó una mejora, con dos cifras significativas, a la medida que se obtiene con el uso exclusivo de la probeta (observación directa). Es importante resaltar que por estas cifras significativas y por la distancia que se tuvo entre el nivel de agua y la posición del sensor, se capturaron diferentes valores de volumen de oxígeno para una misma distancia.

## **4.2. Medición de Temperatura**

El seguimiento de la temperatura del sistema se realizó con el fin de evaluar si la reacción de descomposición de  $\text{H}_2\text{O}_2$  se está desarrollando sin presentar cambios abruptos de temperatura en el interior del reactor, y así, evitar posibles interferencias dadas por variaciones en las condiciones del entorno. Se buscó un método de medición de este parámetro haciendo uso de sensores que se pudieran adecuar a la tarjeta Arduino.

### **4.2.1. Sensor de temperatura LM35**



Inicialmente, se implementó este sensor debido a que se tenía conocimiento previo de su funcionamiento, uso sencillo y fácil adquisición en el mercado, puesto que es comúnmente utilizado y adaptado en variedad de proyectos.

Para realizar los ensayos de funcionamiento se utilizó un termostato como medida de referencia. En dichas mediciones se observó que el sensor no presenta una sensibilidad adecuada frente a la variación de la temperatura, por lo tanto no es adecuado para un sistema que requiere mediciones en tiempo real de este parámetro. Las medidas entregadas son de tipo analógico, es decir, son valores de voltaje que necesitan convertirse a valores de temperatura, implicando un proceso de calibración para encontrar su respectiva correspondencia. Además, por la forma, tamaño y pines



de conexión del sensor, se requirió que estuviera en una posición fija, sin perturbaciones ni fluctuaciones a su alrededor.

Tabla 4.4. *Características principales de sensores a considerar para la medición de temperatura.*

Sensor	Características
LM35 	<ul style="list-style-type: none"><li>• Su calibración se debe realizar a partir del procedimiento descrito en la hoja de características.</li><li>• Factor de escala: + 10 mV/°C.</li><li>• Incertidumbre en la medida: <math>\pm 0,5</math> °C.</li><li>• Rango de medición: -55 °C – 150 °C.</li><li>• Auto – calentamiento de funcionamiento: <math>\sim 0,08</math> °C [35].</li></ul>
Sonda DS18B20 	<ul style="list-style-type: none"><li>• Voltaje de alimentación: 3.0 V – 5.5 V.</li><li>• Rango de medición: -55 °C – 125 °C.</li><li>• Incertidumbre en la medida: <math>\pm 0,5</math> °C (10 °C – 85 °C).</li><li>• Sonda de 1 m de longitud, con revestimiento en PVC.</li><li>• Medición de tipo digital.</li><li>• Interfaz 1-Wire (un solo hilo de conexión) [36].</li></ul>

No fue posible adaptar este dispositivo en el interior del reactor (con una posición cercana al foto-reactor) por su rigidez y porque no se tenía un espacio adecuado en la parte inferior de la carcasa (sin base) para brindarle un lugar fijo y sin perturbaciones (movimiento continuo generado por la agitación).

#### **4.2.2. Sonda DS18B20**

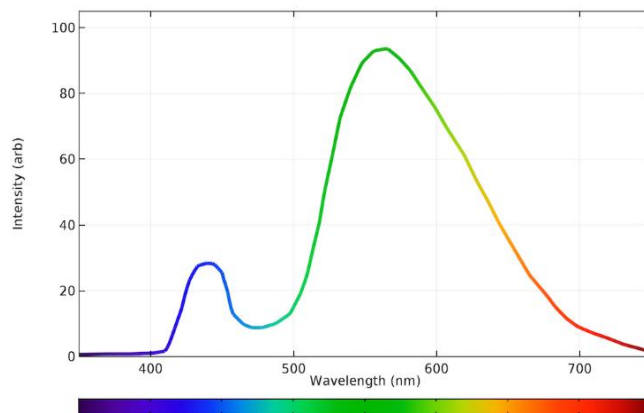
Debido a las situaciones presentadas con el sensor LM35, se optó por buscar un sensor digital (medidas directas de temperatura), de tipo sonda, que permitiera tomar las medidas de la temperatura. Así, se implementó la sonda DS18B20, debido a su flexibilidad y su cable de conexión, se realizaron varios ensayos para evaluar la posición más adecuada en el interior del reactor, lo más cercano posible al foto-reactor; de esta manera se determinó su ubicación en la parte inferior de la carcasa, y de igual forma, en la parte inferior del foto-reactor, sostenida por un soporte.

### 4.3. Iluminación

Un requerimiento que se tuvo en cuenta para el diseño e implementación del reactor fotocatalítico fue que la longitud de onda de la fuente de iluminación estuviera dentro del rango del espectro electromagnético visible (400 nm – 700 nm). Por consiguiente, se investigaron posibles técnicas para realizar esta medición en uno de los bombillos LED de la cinta que se utilizó en el interior del reactor, sin embargo, el montaje óptico requerido para hacerlo demanda el uso de una rendija de difracción de aproximadamente 2500 agujeros por mm y varios lentes que no son de fácil adquisición en el mercado. Se solicitó la información correspondiente a las características de la cinta LED directamente a la empresa fabricante, y de acuerdo con esto, puede asegurarse que el espectro de emisión de un LED blanco de la cinta posee dos picos de emisión en el color azul y el color verde, como se aprecia en la figura 4.6.

Así mismo, otras características destacables de estos bombillos LED son:

- Color de luz: 5500 K.
- Flujo luminoso total: 3600 lm, flujo luminoso por cada 10 cm: 72 lm.
- Ángulo de apertura: 120°.
- Vida útil: 30000 h.
- LEDs por metro: 60, LEDs en 10 cm: 6 [37].



**Figura 4.6.** Espectro de emisión del diodo LED SMD de la cinta LED [37].

### 4.4. Visualización de datos

Con la información descrita en los puntos anteriores, se buscó una forma de observar cada uno de los parámetros identificados y medidos, puesto que forman parte fundamental del seguimiento y evaluación del desarrollo de la reacción de descomposición de  $\text{H}_2\text{O}_2$  que ocurre en el interior del reactor. Por lo tanto, se decidió presentar estos datos en una pantalla LCD, debido a su tamaño, fácil manejo y sencilla adecuación para el sistema. Las características más importantes de este dispositivo son:

- Pantalla LCD con 16 caracteres por dos líneas.
- Cursor de 5x8 puntos.
- Dimensiones: 8 cm x 3,6 cm x 1,35 cm [38].

La pantalla se ubicó en la parte exterior de la carcasa, junto con el módulo que contiene los circuitos de conexiones eléctricas y electrónicas de los dispositivos implementados para el correcto funcionamiento del reactor. En este dispositivo, se presenta la numeración de 100 medidas de distancia que toma el sensor HC-SR04, estos datos se “capturan” para realizar un proceso estadístico internamente, con el fin de minimizar errores en la medida final mostrada, puesto que el sistema tarda cierto tiempo en estabilizarse; posteriormente, aparece la cantidad de volumen de oxígeno liberado en el interior de la probeta en mL. También se visualiza la media de temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ), el valor aproximado de longitud de onda (nm) de la iluminación con las cintas LED y el tiempo (cronómetro) durante el cual se lleva a cabo el proceso de descomposición.

## **Capítulo V:**

# ***IMPLEMENTACIÓN DEL REACTOR, ENSAYOS DE FUNCIONAMIENTO Y RESULTADOS***

*Se acoplaron las partes del reactor.*

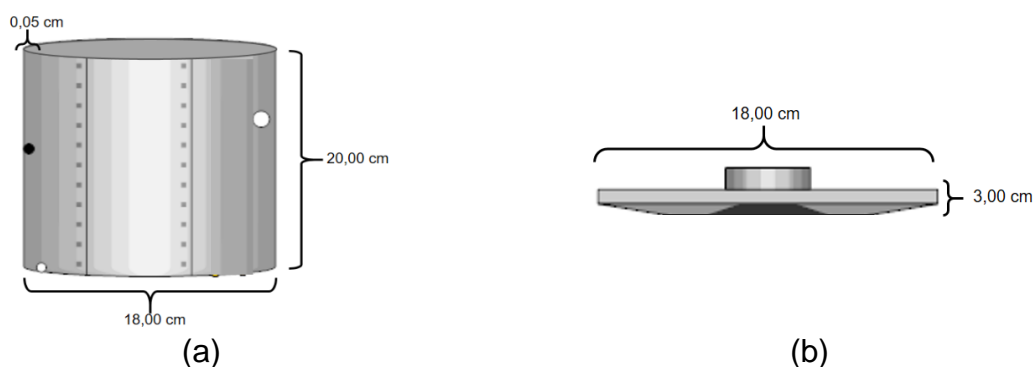
*Se hicieron ensayos de funcionamiento  
del sistema.*

*Se analizaron resultados.*

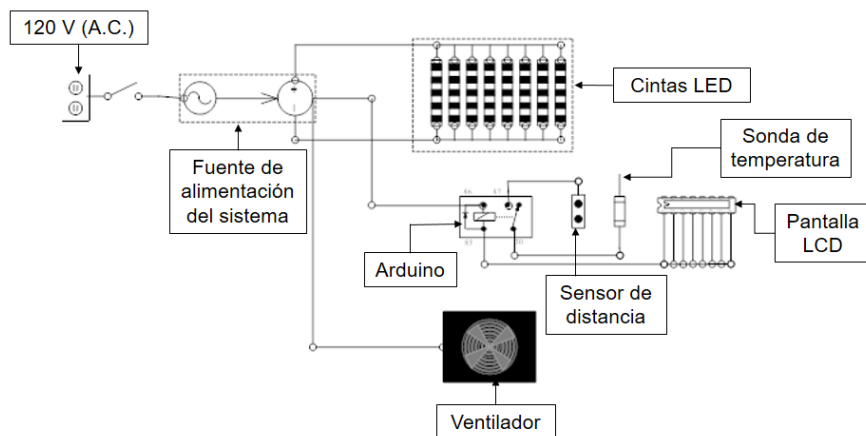
En los capítulos anteriores se describió con detalle cada uno de los procesos de evaluación y selección de los componentes que harían parte del reactor fotocatalítico AMP1. Este capítulo presenta el modelo y los componentes finales, su ensamble, los ensayos de funcionamiento, el análisis de los resultados obtenidos y las condiciones para el correcto funcionamiento.

### 5.1. Modelo final

En la figura 5.1 se muestra el diseño final de la carcasa y la tapa del reactor. La figura 5.2 contiene un esquema de los componentes eléctricos y electrónicos del reactor. Además, en las tablas 5.1 y 5.2 se presentan fotografías de cada uno de los componentes finales seleccionados para el reactor fotocatalítico, denominado AMP1.



**Figura 5.1.** Modelo final de la carcasa (a) y la tapa (b) del reactor fotocatalítico, en el software SmartDraw.



**Figura 5.2.** Modelo del esquema de componentes eléctricos y electrónicos del reactor fotocatalítico AMP1.

Tabla 5.1. Resumen de los componentes internos del reactor fotocatalítico.

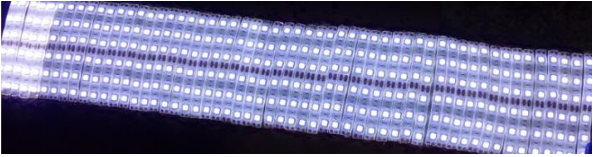










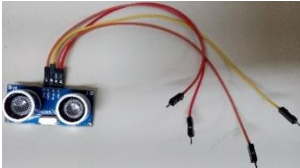



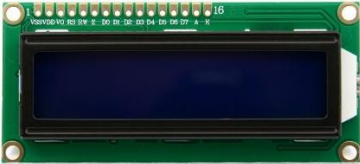

Componente	Imagen
Fuente de iluminación	
Carcasa	
Tapa de la carcasa	
Foto-reactor	
Unión foto-reactor - manguera	
Soporte del foto-reactor	
Agitador magnético	
Manguera de transporte de oxígeno	
Ventilador	

Tabla 5.2. Resumen de los componentes externos del reactor fotocatalítico.

Componente	Imagen
<p data-bbox="415 464 529 495">Probeta</p>	
<p data-bbox="253 699 691 730">Recipiente para agua saturada</p>	
<p data-bbox="334 884 610 915">Sensor de distancia</p>	
<p data-bbox="253 1052 691 1083">Soporte del sensor de distancia</p>	
<p data-bbox="318 1213 626 1245">Sonda de temperatura</p>	
<p data-bbox="415 1381 529 1413">Arduino</p>	
<p data-bbox="383 1549 561 1581">Pantalla LCD</p>	
<p data-bbox="285 1728 659 1791">Fuente de alimentación del sistema</p>	

## 5.2. Ensamble

En la figura 5.2 se muestra una foto del reactor fotocatalítico AMP1, en el cual se realizaron las distintas pruebas con los materiales semiconductores.



**Figura 5.3.** Reactor fotocatalítico AMP1 implementado.

## 5.3. Ensayos de funcionamiento del sistema

Las pruebas de funcionamiento del reactor fotocatalítico se hicieron utilizando como catalizador dos materiales semiconductores comerciales y una manganita. El ensayo consistió en medir la cantidad de oxígeno desprendido de una muestra determinada de  $\text{H}_2\text{O}_2$  durante la reacción fotocatalítica.

Los semiconductores usados,  $\text{TiO}_2$  (Degussa – P25; 99,9%) y  $\text{ZnO}$  (Sigma – Aldrich; 99,9%) se eligieron por su conocida capacidad fotocatalítica [3], lo que permite poner a prueba el reactor fotocatalítico construido. A su vez, la manganita  $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.2}\text{Ba}_{0.1}\text{MnO}_3$  (sintetizada en el laboratorio de CYTEMAC, Universidad del Cauca) se eligió para comparar los resultados con los reportados en la literatura que inspiró esta investigación [12], en la que utilizaron como catalizador el  $\text{R-MnO}_2$ . La cantidad de material utilizado para los tres casos fue de 0,050 g, mientras que de la muestra de  $\text{H}_2\text{O}_2$  fue de 5 mL para cada ensayo realizado, tomando como base

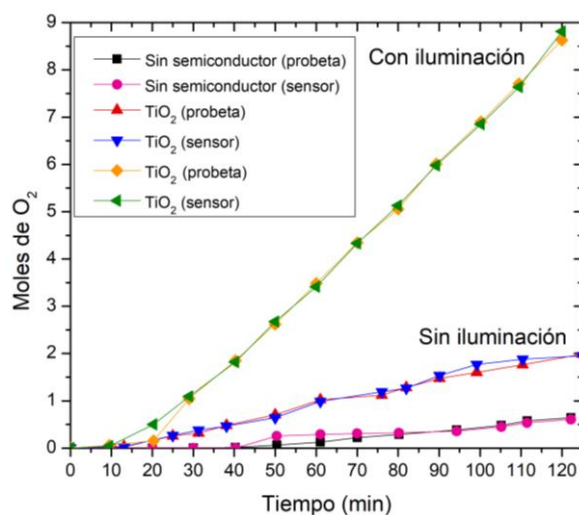


muestras de  $\text{H}_2\text{O}_2$  a dos concentraciones diferentes (41,80% y 24,78%), obtenidas a partir de pruebas de titulación<sup>6</sup> (por triplicado) [39] (Anexo C).

La presentación de los resultados se estructuró tomando tres parámetros:

- La concentración de la muestra de  $\text{H}_2\text{O}_2$ .
- La presencia/ausencia de semiconductor.
- El encendido/apagado de la fuente de iluminación.

Con el fin de evaluar la funcionalidad del sensor, se tomaron datos de cantidad de moles de  $\text{O}_2$  liberado, tanto a partir de una medida directa (observación directa de la probeta) como con el sensor. Las medidas se hicieron bajo diferentes condiciones: sin iluminación, sin semiconductor, con iluminación y usando  $\text{TiO}_2$  como semiconductor, el objetivo es confirmar que la medida tomada con el sensor, más precisa que la medida directa, si reproduce la medida directa. En la figura 5.4 se observa la comparación de las medidas obtenidas; tal como se esperaba, se tiene una buena aproximación de las medidas tomadas con el sensor respecto a las tomadas por observación directa de la probeta.



**Figura 5.4.** Gráfica comparativa para los valores obtenidos de moles de  $\text{O}_2$  vs tiempo. Se comparan los datos tomados con el sensor y los tomados a partir de la observación directa de la probeta, con y sin iluminación.

<sup>6</sup> La titulación es un método de análisis químico cuantitativo en el laboratorio que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo a partir de otro reactivo con concentración conocida.

#### 5.4. Resultados y análisis

Los siguientes ensayos se realizaron con el fin de evaluar el funcionamiento del reactor fotocatalítico, además de determinar las condiciones de operación del sistema.

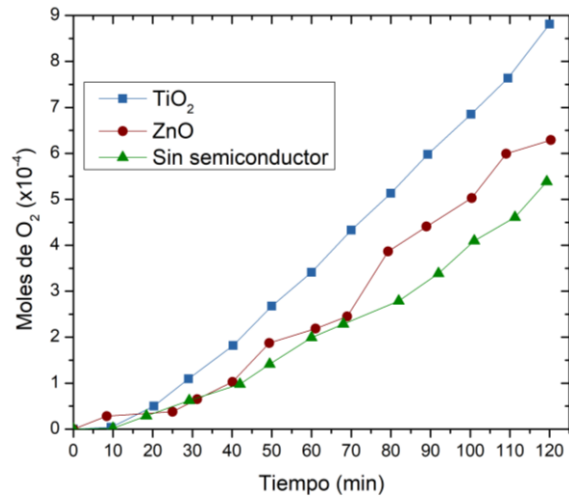
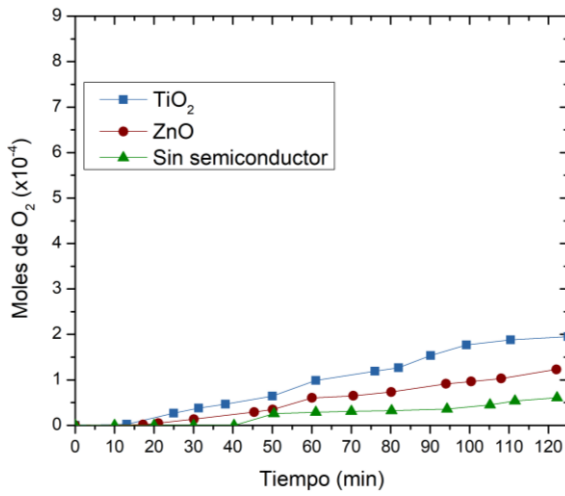
Como se registra en las tablas del Anexo D, el sensor reporta datos de volumen de O<sub>2</sub>, y con estos valores se calcularon sus equivalentes en cantidad de moles de O<sub>2</sub>, haciendo uso de la ecuación de estado (5.1):

$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T \rightarrow n = \frac{P \cdot V}{R \cdot T} \quad (5.1)$$

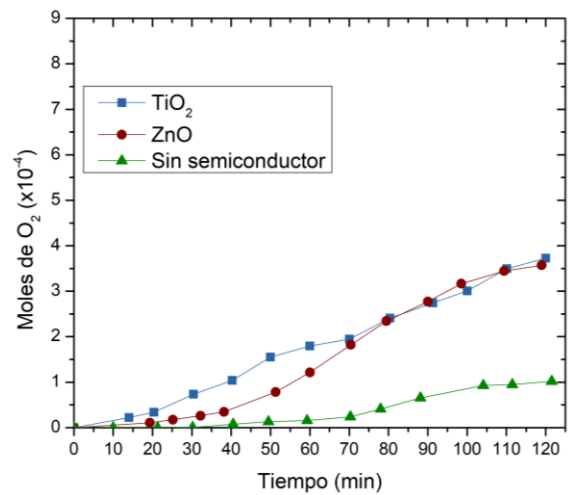
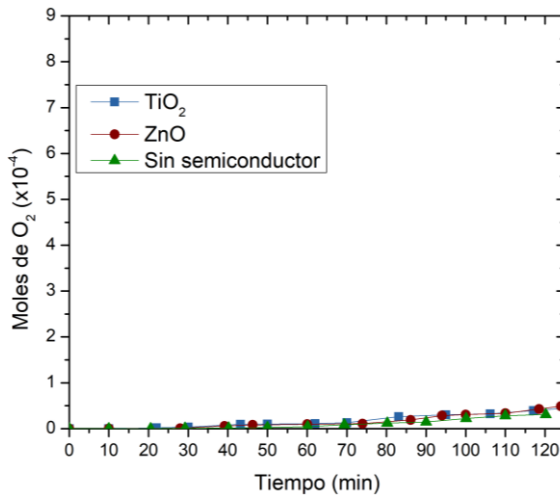
Los valores usados fueron:

- Presión atmosférica en Popayán (P):  $P_{Popayán} = 0,7894 \text{ atm}$ .
- Volumen de O<sub>2</sub> liberado de la reacción fotocatalítica (V): medido por el sensor (Anexo D).
- R: constante universal de los gases:  $R = 0,08206 \text{ atm} \cdot \text{L} / \text{mol} \cdot \text{K}$
- Temperatura interna del reactor (T): Constante a lo largo de cada ensayo.

En las figuras 5.5 y 5.6 se presentan las gráficas obtenidas de la cantidad de moles de O<sub>2</sub> liberado a partir de la descomposición de dos muestras de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> con concentración  $C_o = 24,78 \%$  y  $C_o = 41,80 \%$  respectivamente. En ambos casos, sin y con iluminación, sin y con semiconductor (ZnO y TiO<sub>2</sub>).



**Figura 5.5.** Cantidad de moles de O<sub>2</sub> desprendido del peróxido de 41,80 % de concentración vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación.



**Figura 5.6.** Cantidad de moles de O<sub>2</sub> desprendido del peróxido de 24,78 % de concentración vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación.

Las gráficas mostradas en las figuras 5.5 y 5.6 muestran el comportamiento esperado, siendo que la cantidad de moles de O<sub>2</sub> liberado aumenta cuando la reacción se expone a iluminación; a su vez, el mejor resultado se obtiene usando TiO<sub>2</sub> como semiconductor [3]: el TiO<sub>2</sub> tiene mejor actividad fotocatalítica frente al ZnO por tener una banda prohibida menor (3,03 eV - 3,20 eV y 3,35 eV respectivamente). Además, se observa que en los ensayos con el peróxido de hidrógeno de concentración inicial

41,80%, se tiene una mayor cantidad de moles de O<sub>2</sub> producidos respecto a los resultados obtenidos con el peróxido de hidrógeno al 24,78%. Para el análisis de este resultado es necesario agregar que en ambos ensayos (ambas concentraciones de peróxido) se utilizó la misma cantidad de semiconductor, que, es claro, no reacciona igual con diferentes concentraciones de peróxido; es decir, con la metodología utilizada no se puede inferir nada acerca del efecto de la concentración de la muestra a tratar, lo que requeriría pruebas futuras con diferentes concentraciones de semiconductor.

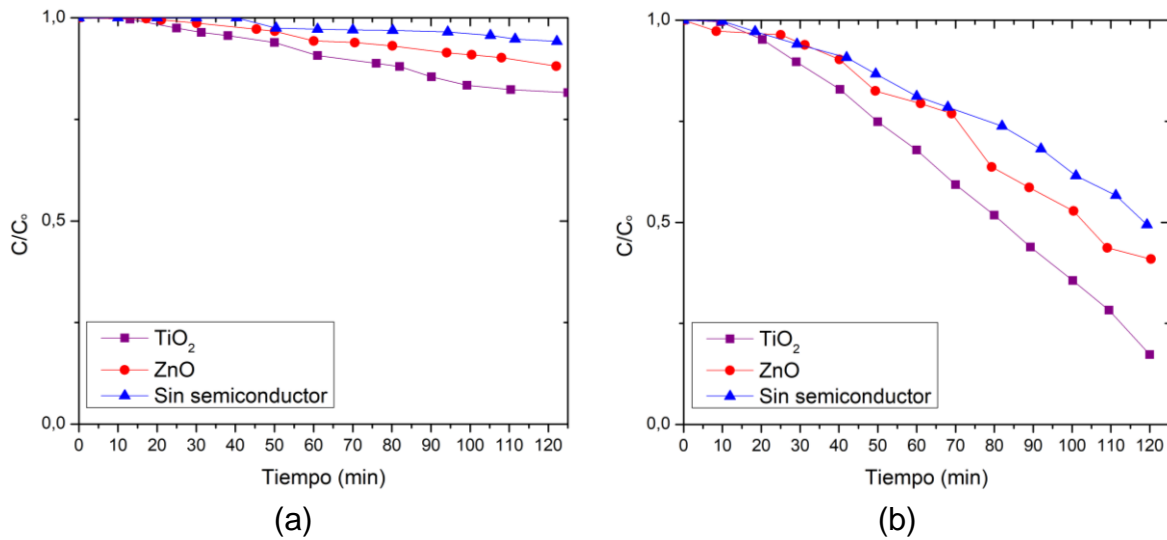
No aparece graficado el resultado obtenido con la manganita ya que la reacción fue tan rápida que no fue posible monitorearla con el sistema construido; este último resultado permitió definir una de las condiciones de funcionamiento para el reactor fotocatalítico construido: no es funcional para reacciones fotocatalíticas que se den en tiempos inferiores a 10 min por sensibilidad del sensor utilizado.

Luego de conocer la concentración inicial del H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> por medio de la titulación [33], se aplicó la ecuación 5.2 para determinar el cambio de la concentración durante el proceso de descomposición y se procedió a graficar la razón C/C<sub>0</sub> en función del tiempo.

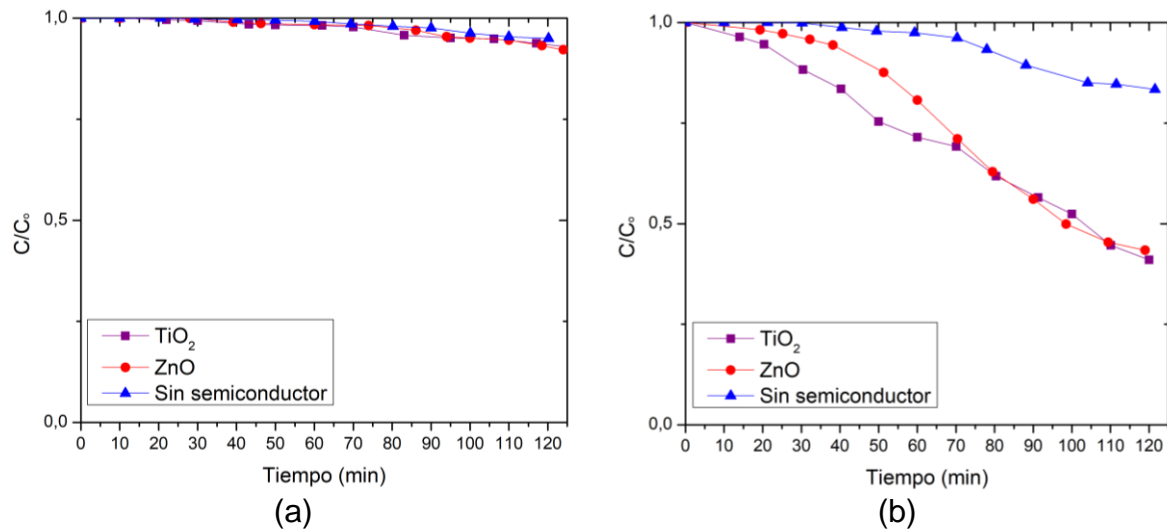
$$C = C_0 - 2 \times \frac{P \cdot V_g}{R \cdot T \cdot V_L} \quad (5.2)$$

Donde  $C$  es la concentración de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> en un tiempo  $t$ ,  $C_0$  la concentración inicial,  $P$  la presión atmosférica en Popayán,  $R$  la constante de los gases,  $T$  la temperatura en el interior del reactor,  $V_g$  el volumen de O<sub>2</sub> desprendido de la reacción fotocatalítica y  $V_L$  el volumen total de la solución.

En la figura 5.6 se muestran los valores de cambio de concentración para la muestra de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ( $C_0 = 41,80\%$ ) sin iluminación (figura 5.7a) y con iluminación (figura 5.7b). En la figura 5.8 se muestran los datos para la muestra de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ( $C_0 = 24,78\%$ ) sin iluminación (figura 5.8a) y con iluminación (figura 5.8b).



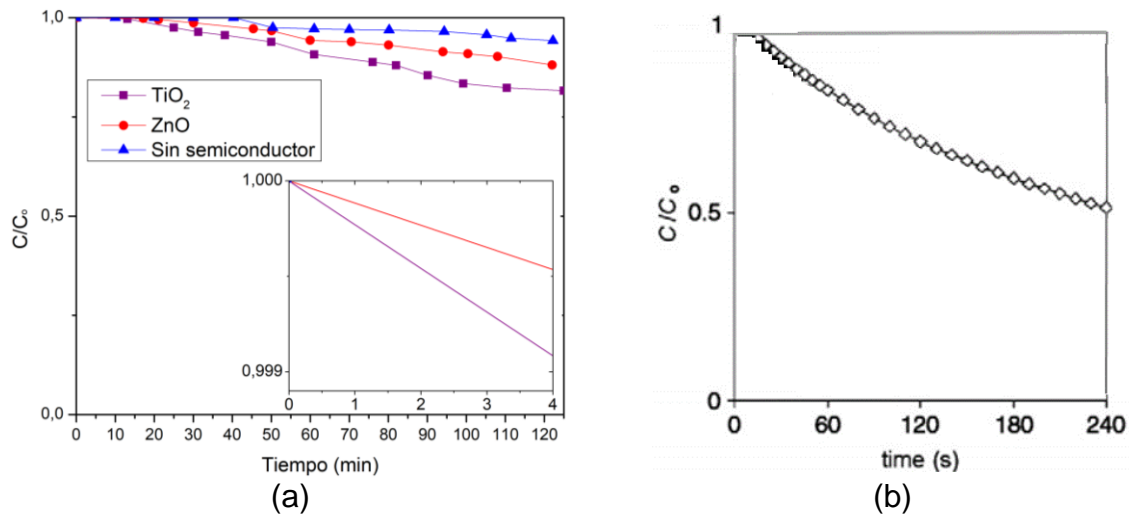
**Figura 5.7.** Concentración de peróxido de hidrógeno ( $C_0 = 41,80 \%$ ) vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación.



**Figura 5.8.** Concentración de peróxido de hidrógeno ( $C_0 = 24,78 \%$ ) vs tiempo. (a) Sin iluminación, (b) con iluminación.

Como se observa, la razón de concentración de peróxido de hidrógeno disminuye con el tiempo, corroborando el aumento de oxígeno observado con las gráficas de moles. Una vez más se evidencia el efecto de la iluminación, de los semiconductores y de la concentración de muestra a descomponer; los datos registrados en las tablas del Anexo D permiten visualizar de manera más detallada estos resultados. Este tipo de gráficos son comúnmente reportados en la literatura, por lo que es posible hacer una

comparación del resultado obtenido y el reportado en [12], tal como se observa en la figura 5.9. Los datos presentados están en el intervalo de tiempo de 4,0 min por cuestiones de comparación con los reportados en [12], donde usaron como semiconductor el R-MnO<sub>2</sub>, que descompone el peróxido sin necesidad de luz, por lo que en un reactor fotocatalítico la descomposición se produce en un tiempo corto.



**Figura 5.9.** Comparación entre el comportamiento del reactor fotocatalítico AMP1 y resultado reportado en [8] para ensayo sin iluminación. En (a) se presenta  $C/C_0$  vs tiempo a partir del AMP1. En (b) el resultado de [8] usando R-MnO<sub>2</sub> como semiconductor.

Con los datos obtenidos se encontró el porcentaje de descomposición de peróxido de hidrógeno en la mitad del tiempo de desarrollo de la reacción (60 min) y en el tiempo total de duración (120 min), mediante la ecuación (5.3) [8]. Los resultados se muestran en la tabla 5.3.

$$\% \text{ de degradación} = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100\% \quad (5.3)$$

De acuerdo a las comparaciones que se pueden hacer a partir de los datos obtenidos, para conseguir mejores resultados del proceso de fotocatalisis en el interior del reactor, es decir mayor producción de oxígeno en menor tiempo, se requeriría el uso de semiconductores con valores de energía de banda prohibida ( $E_g$ ) menores o cercanos a 3,0 eV.

Tabla 5.3. *Porcentajes de degradación para las muestras de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a dos concentraciones iniciales diferentes, para condiciones sin iluminación y con iluminación.*

Condición	C <sub>o</sub> (%)	Porcentaje de descomposición de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (%)					
		60 min			120 min		
		Sin SC	ZnO	TiO <sub>2</sub>	Sin SC	ZnO	TiO <sub>2</sub>
Sin iluminación	41,80	0,30	5,60	8,90	5,60	11,50	18,10
	24,78	0,80	1,60	1,80	5,00	7,10	6,50
Con iluminación	41,80	18,90	20,30	32,40	51,10	58,80	82,60
	24,78	2,70	19,60	28,70	16,30	56,60	59,20

### 5.5. Manual de funcionamiento del reactor fotocatalítico AMP1

Con los ensayos realizados en el laboratorio se determinaron ciertas condiciones de uso para el correcto funcionamiento del reactor fotocatalítico. A continuación se detalla cada una de ellas:

- a. Hacer el montaje indicado en la figura 4.3 para preparar el sistema de medición de oxígeno (Anexo A). Después, colocar el soporte de madera con el sensor de distancia.
- b. Colocar la cantidad de semiconductor en el interior del foto-reactor junto con la muestra de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a tratar (no debe exceder los 5 mL) y el agitador magnético. Después colocar la unión foto-reactor – manguera. En el soporte metálico del interior de la carcasa, se ubica el foto-reactor y se sujeta de su parte superior. Se debe introducir la manguera por el orificio lateral de la carcasa, se conecta a la unión y se cierra la carcasa con la tapa.
- c. Encender la fuente de alimentación y, dependiendo del tipo de ensayo, encender o mantener apagado el switch de la iluminación. Para iniciar la medición de la cantidad de oxígeno en el interior de la probeta se debe esperar el registro de 100 valores en la pantalla LCD y un valor de 0 mL de oxígeno, se inicia el ensayo, encendiendo la plancha de agitación.
- d. En la pantalla LCD se apreciarán los valores correspondientes a la cantidad de oxígeno liberado en el interior de la probeta (cada valor después de la toma de 100

mediciones, que son enumeradas en la pantalla LCD), el tiempo de duración del ensayo, la temperatura en el interior del reactor y la longitud de onda correspondiente a la iluminación de las cintas LED.

**e.** El reactor construido no está adecuado para propiciar reacciones que se den en tiempos inferiores a 10 minutos. El tiempo máximo de ensayo estará determinado por el semiconductor que se vaya a evaluar.

**f.** Concluida la prueba, se apaga la fuente de alimentación, se destapa el reactor para desconectar la manguera y con cuidado se retira el foto-reactor del soporte. Los desechos generados se disponen en el lugar correspondiente. Se lava el foto-reactor, el agitador magnético, la unión, manguera, la probeta y el recipiente que contenía el agua saturada.



# Conclusiones

Para el proceso de diseño y construcción del reactor fotocatalítico AMP1, se determinaron distintas etapas de funcionamiento tomando como base un método científico secuencial, en el cual se definió el fin de cada parte, por medio de una investigación y recopilación de información que brindara las pautas para llevar a cabo el posterior análisis de cada uno de los componentes a elegir.

El criterio de selección de los componentes que hicieron parte del reactor se fundamentó en un análisis detallado de las características que beneficiaban o afectaban la posterior construcción y ensamble del prototipo final, buscando cumplir con los parámetros que requería el proceso fotocatalítico a llevarse a cabo en su interior. Después de determinarlos, se construyó un primer prototipo, con el cual se pudieron estimar las consideraciones que se creían óptimas; con las diferentes situaciones presentadas al elaborar este primer modelo, fue posible evaluar la viabilidad y desempeño de las partes elegidas frente a la labor que debían ejecutar.

La implementación del prototipo inicial facilitó la realización de primeras pruebas de funcionamiento con distintas reacciones para revisar la eficiencia del modelo inicial, con dos configuraciones dadas por la orientación del reactor. Así, se establecieron algunas consideraciones a mejorar para el prototipo final, tales como: tamaño y forma de la carcasa, tipo de tubo para el foto-reactor, tiempo necesario para llevar a cabo las reacciones, consumo energético, variaciones de temperatura en el interior del sistema, adecuado sistema de circulación, funcionamiento del sensor de distancia y la forma de agitación.

A partir de las experiencias adquiridas, se establecieron los componentes óptimos del reactor AMP1: cintas LED con longitud de onda correspondiente al rango visible del espectro electromagnético, carcasa de aluminio por su reflectancia y maximización de la radiación, tubo de cuarzo que logró una transmisión completa de la radiación y como espacio para albergar la reacción fotocatalítica, acoples y mangueras para la

circulación del gas liberado y fuente de alimentación que brindó la energía necesaria durante todo el proceso para el correcto funcionamiento de los sensores implementados, la pantalla de visualización, el ventilador y la fuente de iluminación.

Se realizó la adaptación de dos sensores dentro del sistema construido, para poder hacer un seguimiento de los parámetros involucrados en el proceso al interior del reactor. Por una parte se implementó un sistema de medición de oxígeno, con una incertidumbre de  $\pm 0,5$  mL, lo cual representa una medida más precisa respecto a las obtenidas por observación directa con las líneas de graduación de la probeta; así mismo, el tiempo de respuesta del sensor, facilitó la toma de datos en tiempo real. Por otro lado, la medición de temperatura es importante para mostrar que el desarrollo de la reacción es independiente de las variaciones de temperatura. Finalmente se diseñó un sistema de visualización de las variables que se necesitan conocer durante el desarrollo de la reacción, para lograr un adecuado tratamiento de resultados y un posterior análisis de lo obtenido.

Con los resultados obtenidos en las pruebas de funcionamiento se demostró que el reactor fotocatalítico construido propicia las reacciones de tipo fotocatalíticas por medio de la radiación solar simulada, además, brinda la posibilidad de evaluar la capacidad fotocatalítica de materiales semiconductores, a través del volumen de oxígeno liberado de la descomposición de una muestra determinada de peróxido de hidrógeno, puesto que se evidenció una reproducibilidad en todas las mediciones entregadas durante las pruebas realizadas.

De acuerdo a los ensayos de funcionamiento realizados y por las dimensiones del sistema, el volumen de la muestra a tratar no debe exceder los 5 mL. La concentración del semiconductor es un parámetro a tener en cuenta en futuros ensayos del reactor, ya que cada semiconductor se comporta de manera diferente y no se puede establecer una cantidad fija para todos los estudios en general.

Tomando en cuenta las condiciones de diseño que se tuvieron para el reactor, no es posible realizar una comparación con otros sistemas implementados puesto que cada proceso depende de muchas variables que pueden modificar las características de las reacciones que ocurren en su interior, tales como: fenómenos de transferencia de energía, la velocidad de la reacción, el tipo de iluminación, la configuración del foto-reactor, la ubicación del semiconductor, la muestra a tratar, la forma de evaluar la capacidad fotocatalítica de un material. Por tanto, es necesario conocer las propiedades y los antecedentes del comportamiento de los materiales que se quieran evaluar con el instrumento.

# Referencias

- [1] A. E. Ramírez Sanabria, J. Sandoval Sarrias. (2015). *Tras las huellas de la catálisis*. Popayán, Colombia: Editorial Universidad del Cauca.
- [2] C. Kittel. (1997). *Introducción a la física del estado sólido*. Barcelona, España: Editorial Reverté, S. A.
- [3] R. J. Candal, S. A. Bilmes, M. A. Blesa. (2001). Semiconductores con actividad fotocatalítica en eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea. Red CYTED VIII-G, 79-101.
- [4] E. Pavas. (2002). Fotocatálisis: Una alternativa viable para la eliminación de compuestos orgánicos. Rev. Universidad EAFIT, 127(1), 59-64.
- [5] A. Blanco, J. Rodríguez, S. Peral, J. Sánchez, B. Cardona, A. (2001). Diseño de reactores para fotocatalisis: Evaluación comparativa de las distintas opciones en Eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea. 243-266.
- [6] H. Al-Ekabi, Ali Safarzadeh-Amiri, W. Sifton, J. Story, J. of Environ and Pollution, 1 (1-2), 125-136(1991).
- [7] K. Demeestere, J. Dewulf, H. Langenhove. (2007). Heterogeneous Photocatalysis as an Advanced Oxidation Process for the Abatement of Chlorinated, Monocyclic Aromatic and Sulfurous Volatile Organic Compounds in Air. Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 37(6), 489-538.
- [8] L. Ramírez. Diseño, construcción y puesta en marcha de un reactor tubular fotocatalítico (U.V.-A) para la degradación de desechos químicos orgánicos. (2013). Universidad Tecnológica de Pereira.

- [9] J. Carbajo. Aplicación de la fotocatalisis solar a la degradación de contaminantes orgánicos en fase acuosa con catalizadores nano estructurados de TiO<sub>2</sub>. (2013). Universidad Autónoma de Madrid, Facultad de Ciencias.
- [10] J. Acevedo. Proceso fotocatalítico como alternativa para la potabilización de agua. (2012). Universidad EAFIT
- [11] M. Anpo, H. Yamashita, Y. Ichihashi, S. Ehara, Journal of Electroanalytical Chemistry 396 (1995) 21–26.
- [12] C. Paéz, D. Lique, C. Calberg, S. Lambert, I. Willems, A. Germeau, J. Pirard, B. Heinrichs. (2011). Study of photocatalytic decomposition of hydrogen peroxide over ramsdellite-MnO<sub>2</sub> by O<sub>2</sub>-pressure monitoring. Catalysis Communications, 15(2011) 132-136.
- [13] M. Montero, J. Ramos, J. Rodríguez, M. Teodoro, G. Marques, A. Ramírez, P. Cajas, C. Páez, B. Heinrichs, J. Coaquira. Role of defects on the enhancement of the photocatalytic response of ZnO nanostructures, 448(2018) 646-654.
- [14] (2018). *Luz y pigmentos fotosintéticos. Propiedades de la luz. Cómo absorben la luz las clorofilas y otros pigmentos*. California, Estados Unidos: KHAN ACADEMY. Recuperado de <https://es.khanacademy.org/science/biology/photosynthesis-in-plants/the-light-dependent-reactions-of-photosynthesis/a/light-and-photosynthetic-pigments>
- [15] Chapa Carreón, J. (2004). *Manual de instalaciones de alumbrado y fotometría*. México D.F., México: Editorial Limusa, S.A. de C.V.
- [16] O'Donell, B. Sandoval, J. Paukste, F. (2012). *Iluminación Eficiente*. Cap. 4.
- [17] Farras, J. (2015). *Iluminación*. Cap. 46.

- [18] Moreno Gil, J. Fernández García, C. Lasso Tárraga, D. (2010). *Instalaciones eléctricas interiores*. Madrid, España: Ediciones Paraninfo S. A.
- [19] Gago Calderón, A. Fraile Vilarrasa, J. (2012), *Iluminación con tecnología LED*. España: Ediciones Paraninfo, S.A.
- [20] Rengifo Morocho, M. A. Vargas Hernández, C. (Agosto de 2012). Caracterización óptica de Diodos emisores de Luz mediante sus espectros de emisión y patrones de radiación. *Scientia et Technica Año XVII, (51)*, 66-70.
- [21] (4 enero de 2012). Kohen, V. H. *El uso de las tiras de LEDs*. Iluminet Revista de iluminación ON LINE. Recuperado de <http://www.iluminet.com/tiras-led/>
- [22] Skoog, D. Holler, F. Nieman, T. (2001). *Principios de análisis instrumental, quinta edición*. Madrid, España: Editorial McGRAW-HILL.
- [23] Tipler, P. A. Mosca, G. (2003). *Física para la ciencia y la tecnología, Volumen 2B, quinta edición*. Barcelona, España: Editorial Reverté, S. A.
- [24] I. E. S. Alonso Quijano. *Bloque III. Tema 4. Luz y sonido: Luz. Alcalá de Henares, España. Ciencias naturales 2º ESO*. Recuperado de <http://www.educa.madrid.org/web/ies.alonsoquijano.alcala/carpeta5/carpetas/quienes/departamentos/ccnn/CCNN-1-2-ESO/2eso/2ESO-12-13/Bloque-III/T-4-Luz-Sonido/T-4-Luz.html>
- [25] Morral, F. R. Jimeno, E. Molera, P. (2004). *Metalurgia general, tomo II*. Barcelona, España: Editorial Reverté, S. A.
- [26] Hufnagel, W. (2004). *Manual del aluminio. Vol. II. Segunda Edición*. Barcelona, España: Editorial Reverté, S. A.



- [27] Definista. (2017). *Acero*. ConceptoDefinición. Recuperado de <http://conceptodefinicion.de/acero/>
- [28] Definista. (2015). *Plata*. ConceptoDefinición. Recuperado de <http://conceptodefinicion.de/plata/>
- [29] Getting Started. Foundation. (2019). *Introduction*. Arduino. Recuperado de <https://www.arduino.cc/en/Guide/Introduction#>
- [30] Henan Hanwei Electronics CO., Ltd. (2019). *MQ-9 Semiconductor Sensor for CO/Combustible Gas*. Recuperado de <http://www.haoyuelectronics.com/Attachment/MQ-9/MQ9.pdf>
- [31] Olimex products. (2019). *TECHNICAL DATA MQ-135 GAS SENSOR*. Recuperado de <https://www.olimex.com/Products/Components/Sensors/Gas/SNS-MQ135/resources/SNS-MQ135.pdf>
- [32] NGK SPARK PLUGS. (2019). *Sondas lambda*. Recuperado de [http://www.aficionadosalamecanica.com/manuales/Sondas\\_Lambda\\_NTK.pdf](http://www.aficionadosalamecanica.com/manuales/Sondas_Lambda_NTK.pdf)
- [33] Keyes Arduino. (2019). *Water sensor module user's manual*. Keyes. Recuperado de [https://www.fecegypt.com/uploads/dataSheet/1480850810\\_water.pdf](https://www.fecegypt.com/uploads/dataSheet/1480850810_water.pdf)
- [34] Elec freaks. (2019). *Ultrasonic ranging module HC – SR04*. Recuperado de <https://www.mouser.com/ds/2/813/HCSR04-1022824.pdf>
- [35] Texas Instruments. (2019). *LM35 Precision Centigrade Temperature Sensors*. Recuperado de <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/lm35.pdf>

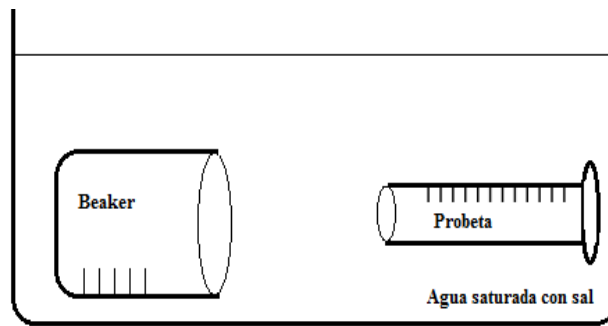
- [36] AG Electrónica. (2017). *DS18B20 Cable*. Recuperado de <http://www.agspecinfo.com/pdfs/D/DS18B20C.PDF>
- [37] Sylvania. (2016). *LED Toledo*. Recuperado de <https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&ved=2ahUKewiynIWhq7PiAhUEwlkKHcUHC0UQFjABegQIBBAC&url=http%3A%2F%2Fwww.sylvaniacolombia.com%2FLiteratureRetrieve.aspx%3FID%3D239286&usg=AOvVaw3g8XqfMwUJScSNfDYrPITa>
- [38] Xiamen amotec display Co., Ltd. (2018). Recuperado de <https://www.amotec-lcd.com/info/what-is-lcd-29183770.html>
- [39] Peróxidos Solvay Brasil. (2019). Peróxido de Hidrógeno, determinación por permanganimetría. Recuperado de <https://www.peroxidos.com.br/es/binaries/TecData-HydrogenPeroxide-Concentracao-Permanganatometria-ES-219948.pdf>

# **ANEXOS**

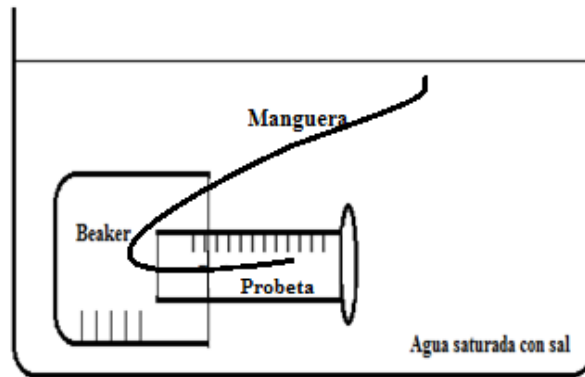
## ANEXO A

El montaje usado para realizar la medida de oxígeno liberado en las reacciones que ocurren al interior del reactor fotocatalítico se adapta de la siguiente manera:

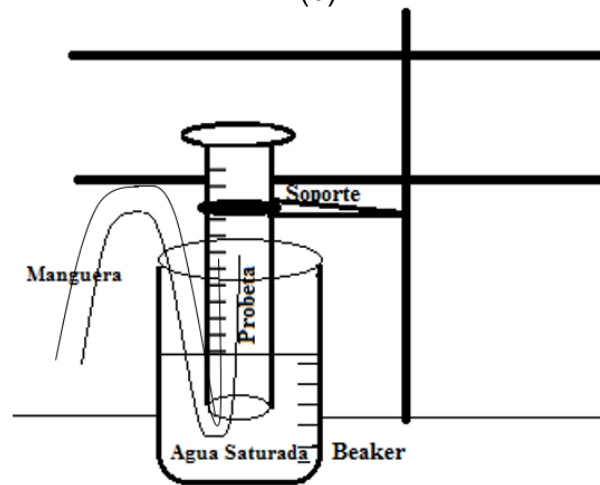
- a.** Se sumerge un beaker y una probeta (vacíos) dentro de un recipiente lleno de agua saturada con sal (la mezcla debe contener: 2600 mL de agua y 800 mL de sal, ambas medidas realizadas en un beaker de 200 mL) y con sus aberturas frente a frente (figura A.1a).
- b.** Cuando ambos recipientes se llenan de agua, se introduce la probeta dentro del beaker, evitando la formación de burbujas, mientras se introduce una manguera en la probeta (sin tocar el fondo), suficientemente larga para que salga del beaker, ya que será la manguera de salida del foto-reactor (figura A.1b).
- c.** El sistema beaker-probeta-manguera se retira del recipiente con agua y se lleva a una superficie plana con el fin de que, en posición vertical, la probeta no toque el fondo del beaker, lo que garantizará que la manguera permita el flujo “libre” del oxígeno (figura A.1c).



(a)



(b)



(c)

**Figura A.1.** (a) Beaker y probeta en agua saturada con sal, (b) probeta dentro del beaker con la manguera en su interior, (c) montaje experimental final de medición de oxígeno.

## ANEXO B

Tabla B.1. Valores obtenidos para realizar la calibración del sensor.

$V_{\text{Probeta}}$ (mL)	$D_{\text{Sensor}}$ (cm)	$V_{\text{Sensor}}$ (mL)	Error Absoluto (mL)	Error Relativo (%)
0,50	5,70	0,30	0,20	40,00
1,00	5,69	0,70	0,30	30,00
1,50	5,69	1,10	0,40	26,66
2,00	5,68	1,60	0,40	20,00
2,50	5,67	2,20	0,30	12,00
3,00	5,66	2,60	0,40	13,33
3,50	5,65	3,10	0,40	11,42
4,00	5,64	3,80	0,20	5,00
4,50	5,63	4,40	0,10	2,22
5,00	5,63	4,70	0,30	6,00
5,50	5,62	5,20	0,30	5,45
6,00	5,61	5,60	0,40	6,67
6,50	5,60	6,20	0,30	4,61
7,00	5,59	6,80	0,20	2,85
7,50	5,59	7,20	0,30	4,00
8,00	5,58	7,60	0,40	5,00
8,50	5,57	8,10	0,40	4,70
9,00	5,56	8,60	0,40	4,44
9,50	5,55	9,20	0,30	3,15
10,00	5,55	9,70	0,30	3,00
10,50	5,54	10,30	0,20	1,90
11,00	5,53	10,70	0,30	2,72
11,50	5,52	11,20	0,30	2,60
12,00	5,51	11,80	0,20	1,66
12,50	5,50	12,30	0,20	1,60
13,00	5,50	12,70	0,30	2,30

13,50	5,49	13,40	0,10	0,74
14,00	5,48	13,90	0,10	0,71
14,50	5,47	14,30	0,20	1,37
15,00	5,46	14,70	0,30	2,00
15,50	5,46	15,20	0,30	1,93
16,00	5,45	15,80	0,20	1,25
16,50	5,44	16,30	0,20	1,21
17,00	5,43	16,70	0,30	1,76
17,50	5,42	17,10	0,40	2,28
18,00	5,41	17,70	0,30	1,66
18,50	5,41	18,10	0,40	2,16
19,00	5,40	18,80	0,20	1,05
19,50	5,39	19,20	0,30	1,53
20,00	5,38	19,70	0,30	1,50
20,50	5,37	20,20	0,30	1,46
21,00	5,36	20,90	0,10	0,47
21,50	5,36	21,30	0,20	0,93
22,00	5,35	21,80	0,20	0,90
22,50	5,34	22,20	0,30	1,33
23,00	5,33	22,70	0,30	1,30
23,50	5,32	23,20	0,30	1,27
24,00	5,32	23,70	0,30	1,25
24,50	5,31	24,20	0,30	1,22
25,00	5,30	24,80	0,20	0,80
25,50	5,29	25,20	0,30	1,17
26,00	5,28	25,80	0,20	0,76
26,50	5,28	26,20	0,30	1,13
27,00	5,27	26,80	0,20	0,74
27,50	5,26	27,20	0,30	1,09

28,00	5,25	27,80	0,20	0,71
28,50	5,24	28,30	0,20	0,70
29,00	5,24	28,60	0,40	1,37
29,50	5,22	29,30	0,20	0,67
30,00	5,22	29,70	0,30	1,00
30,50	5,21	30,10	0,40	1,31
31,00	5,20	30,70	0,30	0,96
31,50	5,19	31,20	0,30	0,95
32,00	5,18	31,80	0,20	0,62
32,50	5,18	32,30	0,20	0,61
33,00	5,17	32,70	0,30	0,90
33,50	5,16	33,20	0,30	0,89
34,00	5,15	33,80	0,20	0,58
34,50	5,15	34,10	0,40	1,15
35,00	5,14	34,70	0,30	0,85
35,50	5,13	35,20	0,30	0,84
36,00	5,12	35,80	0,20	0,55
36,50	5,11	36,10	0,40	1,09
37,00	5,10	36,80	0,20	0,54
37,50	5,09	37,30	0,20	0,53
38,00	5,09	37,70	0,30	0,78
38,50	5,08	38,20	0,30	0,77
39,00	5,07	38,70	0,30	0,76
39,50	5,06	39,20	0,30	0,75
40,00	5,06	39,60	0,40	1,00
40,50	5,04	40,30	0,20	0,49
41,00	5,04	40,80	0,20	0,48
41,50	5,03	41,20	0,30	0,72
42,00	5,02	41,60	0,40	0,95
42,50	5,01	42,20	0,30	0,70
43,00	5,00	42,70	0,30	0,69
43,50	5,00	43,20	0,30	0,68
44,00	4,99	43,70	0,30	0,68

44,50	4,98	44,30	0,20	0,44
45,00	4,97	44,70	0,30	0,66
45,50	4,96	45,20	0,30	0,65
46,00	4,95	45,80	0,20	0,43
46,50	4,95	46,20	0,30	0,64
47,00	4,94	46,80	0,20	0,42
47,50	4,93	47,30	0,20	0,42
48,00	4,92	47,70	0,30	0,62
48,50	4,91	48,20	0,30	0,61
49,00	4,91	48,70	0,30	0,61
49,50	4,90	49,20	0,30	0,60
50,00	4,89	49,80	0,20	0,40
Promedio:			0,28	2,93

## ANEXO C

Para el cálculo de la concentración inicial de las muestras de  $H_2O_2$  se realizó una prueba de titulación por triplicado, en la tabla C.1 se presentan los valores obtenidos en las pruebas correspondientes y una concentración promedio para cada muestra, datos utilizados en éste trabajo de investigación.

Tabla C.1. *Titulación para dos muestras de peróxido de hidrógeno a dos concentraciones diferentes.*

<b>Muestra <math>H_2O_2</math> (concentración 1)</b>		<b>Muestra <math>H_2O_2</math> (concentración 2)</b>	
Muestra	Concentración (%)	Muestra	Concentración (%)
1	40,74	1	24,07
2	43,21	2	25,35
3	41,46	3	24,92
Concentración promedio	41,80	Concentración promedio	24,78



## ANEXO D

Se presentan las tablas de resultados obtenidos a partir de la toma de datos realizada por el sensor, se indica: volumen de oxígeno tomado de las líneas de graduación de la probeta, volumen de oxígeno entregado a partir de las distancias tomadas por el sensor; cada uno con su respectivo valor de moles calculado. Posteriormente, a partir de los resultados registrados en las primeras tablas, se detalla el valor calculado de concentración de peróxido de hidrógeno. Todos los datos se acompañan de la medida de tiempo en el que se tomaron.

### D.1. Ensayos sin iluminación: muestra de $H_2O_2$ – concentración: 41,80%

Tabla D.1.a. *Valores de moles de  $O_2$  para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor. ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).*

V $O_2$ probeta (mL)	Número de moles de $O_2$ probeta (mol)	V $O_2$ sensor (mL)	Número de moles de $O_2$ sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,00	0,00	0,00	0,00	10,00
0,00	0,00	0,00	0,00	20,00
0,01	$3,20 \times 10^{-7}$	0,00	0,00	30,00
0,05	$1,60 \times 10^{-6}$	0,00	0,00	40,30
0,20	$6,41 \times 10^{-6}$	0,80	$2,56 \times 10^{-5}$	50,40
0,40	$1,28 \times 10^{-5}$	0,90	$2,88 \times 10^{-5}$	61,00
0,70	$2,24 \times 10^{-5}$	0,97	$3,10 \times 10^{-5}$	70,00
0,90	$2,88 \times 10^{-5}$	1,01	$3,23 \times 10^{-5}$	80,20
1,20	$3,84 \times 10^{-5}$	1,12	$3,58 \times 10^{-5}$	94,30
1,50	$4,80 \times 10^{-5}$	1,40	$4,48 \times 10^{-5}$	105,20
1,80	$5,76 \times 10^{-5}$	1,67	$5,35 \times 10^{-5}$	111,50
2,00	$6,41 \times 10^{-5}$	1,89	$6,05 \times 10^{-5}$	122,20

Tabla D.1.b Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	0,00
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	10,00
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	20,00
0,01	0,417	0,00	0,418	1,000	30,00
0,05	0,417	0,00	0,418	1,000	40,30
0,20	0,415	0,80	0,407	0,975	50,40
0,40	0,413	0,90	0,410	0,972	61,00
0,70	0,410	0,97	0,405	0,970	70,00
0,90	0,410	1,01	0,405	0,969	80,20
1,20	0,402	1,12	0,403	0,965	94,30
1,50	0,390	1,40	0,400	0,957	105,20
1,80	0,394	1,67	0,396	0,948	111,50
2,00	0,392	1,89	0,394	0,942	122,20

Tabla D.1.c. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con TiO<sub>2</sub> ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,10	$3,20 \times 10^{-6}$	0,08	$2,56 \times 10^{-6}$	13,10
0,80	$2,56 \times 10^{-5}$	0,83	$2,66 \times 10^{-5}$	25,00
1,00	$3,20 \times 10^{-5}$	1,18	$3,78 \times 10^{-5}$	31,30
1,50	$4,80 \times 10^{-5}$	1,46	$4,67 \times 10^{-5}$	38,10
2,20	$7,05 \times 10^{-5}$	2,01	$6,44 \times 10^{-5}$	50,00
3,20	$10,25 \times 10^{-5}$	3,08	$9,87 \times 10^{-5}$	61,00
3,50	$11,21 \times 10^{-5}$	3,72	$11,92 \times 10^{-5}$	76,00
4,00	$12,82 \times 10^{-5}$	3,96	$12,69 \times 10^{-5}$	82,00
4,60	$14,74 \times 10^{-5}$	4,80	$15,38 \times 10^{-5}$	90,10
5,00	$16,02 \times 10^{-5}$	5,52	$17,69 \times 10^{-5}$	99,20
5,50	$17,62 \times 10^{-5}$	5,87	$18,81 \times 10^{-5}$	110,40
6,20	$19,87 \times 10^{-5}$	6,09	$19,51 \times 10^{-5}$	125,00

Tabla D.1.d. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo sin iluminación con  $TiO_2$  ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	0,00
0,10	0,417	0,08	0,417	0,997	13,10
0,80	0,410	0,83	0,410	0,975	25,00
1,00	0,405	1,18	0,403	0,964	31,30
1,50	0,400	1,46	0,400	0,956	38,10
2,20	0,390	2,01	0,392	0,939	50,00
3,20	0,377	3,08	0,380	0,907	61,00
3,50	0,374	3,72	0,371	0,888	76,00
4,00	0,360	3,96	0,370	0,880	82,00
4,60	0,360	4,80	0,357	0,855	90,10
5,00	0,355	5,52	0,348	0,834	99,20
5,50	0,348	5,87	0,344	0,823	110,40
6,20	0,340	6,09	0,341	0,816	125,00

Tabla D.1.e Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con ZnO ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,10	$3,21 \times 10^{-6}$	0,05	$1,60 \times 10^{-6}$	17,22
0,20	$6,43 \times 10^{-6}$	0,15	$4,82 \times 10^{-6}$	21,10
0,40	$1,28 \times 10^{-5}$	0,42	$1,35 \times 10^{-5}$	30,10
1,00	$3,21 \times 10^{-5}$	0,91	$2,92 \times 10^{-5}$	45,40
1,10	$3,53 \times 10^{-5}$	1,08	$3,47 \times 10^{-5}$	50,10
1,50	$4,82 \times 10^{-5}$	1,88	$6,04 \times 10^{-5}$	60,00
1,80	$5,78 \times 10^{-5}$	2,02	$6,49 \times 10^{-5}$	70,50
2,00	$6,43 \times 10^{-5}$	2,28	$7,33 \times 10^{-5}$	80,10
2,60	$8,36 \times 10^{-5}$	2,84	$9,13 \times 10^{-5}$	94,00
2,90	$9,32 \times 10^{-5}$	3,00	$9,64 \times 10^{-5}$	100,40
3,00	$9,64 \times 10^{-5}$	3,22	$10,30 \times 10^{-5}$	108,00
3,60	$11,50 \times 10^{-5}$	3,84	$12,30 \times 10^{-5}$	122,00

Tabla D.1.f. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo sin iluminación con ZnO ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	0,00
0,10	0,417	0,05	0,417	0,998	17,22
0,20	0,415	0,15	0,416	0,995	21,10
0,40	0,413	0,42	0,413	0,987	30,10
1,00	0,405	0,91	0,406	0,972	45,40
1,10	0,404	1,08	0,404	0,967	50,10
1,50	0,400	1,88	0,394	0,943	60,00
1,80	0,395	2,02	0,392	0,939	70,50
2,00	0,393	2,28	0,389	0,931	80,10
2,60	0,385	2,84	0,382	0,914	94,00
2,90	0,381	3,00	0,380	0,909	100,40
3,00	0,380	3,22	0,377	0,902	108,00
3,60	0,372	3,84	0,368	0,881	122,00

## D.2. Ensayos con iluminación: muestra de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> – concentración: 41,80%

Tabla D.2.a. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo con iluminación sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,50	$1,55 \times 10^{-5}$	0,91	$2,82 \times 10^{-5}$	10,00
1,00	$3,10 \times 10^{-5}$	1,22	$3,78 \times 10^{-5}$	18,40
2,00	$6,20 \times 10^{-5}$	2,09	$6,48 \times 10^{-5}$	29,20
4,00	$12,40 \times 10^{-5}$	3,31	$10,26 \times 10^{-5}$	42,00
5,50	$17,05 \times 10^{-5}$	6,04	$18,73 \times 10^{-5}$	49,50
7,50	$23,26 \times 10^{-5}$	7,05	$21,86 \times 10^{-5}$	60,00
9,00	$27,91 \times 10^{-5}$	7,91	$24,53 \times 10^{-5}$	68,00
12,00	$37,22 \times 10^{-5}$	12,46	$38,64 \times 10^{-5}$	82,00
14,00	$43,42 \times 10^{-5}$	14,21	$44,07 \times 10^{-5}$	92,00
16,00	$49,62 \times 10^{-5}$	16,22	$50,30 \times 10^{-5}$	101,00
18,00	$55,83 \times 10^{-5}$	19,32	$59,92 \times 10^{-5}$	111,30
20,00	$62,03 \times 10^{-5}$	20,28	$62,90 \times 10^{-5}$	119,30

Tabla D.2.b. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo con iluminación sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	0,00
0,50	0,411	0,91	0,406	0,998	10,00
1,00	0,405	1,22	0,403	0,972	18,40
2,00	0,393	2,09	0,392	0,941	29,20
4,00	0,369	3,31	0,377	0,908	42,00
5,50	0,351	6,04	0,344	0,867	49,50
7,50	0,327	7,05	0,332	0,812	60,00
9,00	0,310	7,91	0,321	0,785	68,00
12,00	0,272	12,46	0,266	0,738	82,00
14,00	0,247	14,21	0,245	0,682	92,00
16,00	0,223	16,22	0,220	0,615	101,00
18,00	0,199	19,32	0,183	0,567	111,30
20,00	0,174	20,28	0,171	0,494	119,30

Tabla D.2.c. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo con iluminación y TiO<sub>2</sub> ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,20	$6,16 \times 10^{-6}$	0,13	$4,00 \times 10^{-6}$	9,52
0,50	$1,54 \times 10^{-5}$	1,63	$5,02 \times 10^{-5}$	20,31
3,40	$10,47 \times 10^{-5}$	3,55	$10,94 \times 10^{-5}$	29,00
6,00	$18,49 \times 10^{-5}$	5,91	$18,21 \times 10^{-5}$	40,29
8,50	$26,19 \times 10^{-5}$	8,68	$26,75 \times 10^{-5}$	50,00
11,30	$34,82 \times 10^{-5}$	11,07	$34,11 \times 10^{-5}$	60,00
14,10	$43,45 \times 10^{-5}$	14,05	$43,29 \times 10^{-5}$	70,04
16,40	$50,54 \times 10^{-5}$	16,65	$51,31 \times 10^{-5}$	80,00
19,50	$60,09 \times 10^{-5}$	19,40	$59,78 \times 10^{-5}$	89,30
22,40	$69,03 \times 10^{-5}$	22,24	$68,53 \times 10^{-5}$	100,20
25,00	$77,04 \times 10^{-5}$	24,78	$76,36 \times 10^{-5}$	109,50
28,00	$86,29 \times 10^{-5}$	28,60	$88,13 \times 10^{-5}$	120,00

Tabla D.2.d. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo con iluminación y  $TiO_2$  ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V $O_2$ probeta (mL)	Concentración $H_2O_2$ probeta (mol/L)	V $O_2$ sensor (mL)	Concentración $H_2O_2$ sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	0,00
0,20	0,416	0,13	0,416	0,996	9,52
0,50	0,412	1,63	0,400	0,952	20,31
3,40	0,380	3,55	0,375	0,897	29,00
6,00	0,345	5,91	0,346	0,829	40,29
8,50	0,315	8,68	0,313	0,749	50,00
11,30	0,281	11,07	0,284	0,679	60,00
14,10	0,247	14,05	0,248	0,593	70,04
16,40	0,219	16,65	0,217	0,518	80,00
19,50	0,182	19,40	0,183	0,439	89,30
22,40	0,147	22,24	0,149	0,356	100,20
25,00	0,115	24,78	0,118	0,283	109,50
28,00	0,079	28,60	0,072	0,173	120,00

Tabla D.2.e. Valores de moles de  $O_2$  para el ensayo con iluminación y  $ZnO$  ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V $O_2$ probeta (mL)	Número de moles de $O_2$ probeta (mol)	V $O_2$ sensor (mL)	Número de moles de $O_2$ sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,10	$3,08 \times 10^{-6}$	0,06	$1,84 \times 10^{-6}$	8,40
1,00	$3,08 \times 10^{-5}$	0,94	$2,89 \times 10^{-5}$	25,00
2,00	$6,16 \times 10^{-5}$	2,02	$6,22 \times 10^{-5}$	31,20
3,20	$9,86 \times 10^{-5}$	3,18	$9,80 \times 10^{-5}$	40,10
4,50	$13,86 \times 10^{-5}$	4,59	$14,14 \times 10^{-5}$	49,40
6,20	$19,10 \times 10^{-5}$	6,47	$19,93 \times 10^{-5}$	61,00
7,50	$23,11 \times 10^{-5}$	7,42	$22,86 \times 10^{-5}$	69,00
9,20	$28,35 \times 10^{-5}$	9,05	$27,89 \times 10^{-5}$	79,30
11,00	$33,90 \times 10^{-5}$	10,99	$33,86 \times 10^{-5}$	89,00
13,20	$40,68 \times 10^{-5}$	13,29	$40,95 \times 10^{-5}$	100,40
15,00	$46,22 \times 10^{-5}$	14,96	$46,10 \times 10^{-5}$	109,10
17,50	$53,93 \times 10^{-5}$	17,47	$53,83 \times 10^{-5}$	120,30

Tabla D.2.f. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo con iluminación y ZnO ( $H_2O_2$  – concentración: 41,80%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,418	0,00	0,418	1,000	0,00
0,10	0,417	0,06	0,417	0,973	8,40
1,00	0,406	0,94	0,407	0,964	25,00
2,00	0,393	2,02	0,393	0,939	31,20
3,20	0,380	3,18	0,379	0,903	40,10
4,50	0,363	4,59	0,362	0,825	49,40
6,20	0,343	6,47	0,339	0,794	61,00
7,50	0,327	7,42	0,328	0,769	69,00
9,20	0,306	9,05	0,308	0,637	79,30
11,00	0,285	10,99	0,285	0,586	89,00
13,20	0,258	13,29	0,257	0,528	100,40
15,00	0,237	14,96	0,237	0,437	109,10
17,50	0,206	17,47	0,207	0,409	120,30

### D.3. Ensayos sin iluminación: muestra de $H_2O_2$ – concentración: 24,78%

Tabla D.3.a. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,00	0,00	0,00	0,00	10,00
0,00	0,00	0,00	0,00	20,50
0,01	$3,20 \times 10^{-7}$	0,03	$9,61 \times 10^{-7}$	29,20
0,08	$2,56 \times 10^{-6}$	0,05	$1,60 \times 10^{-6}$	40,20
0,10	$3,20 \times 10^{-6}$	0,08	$2,56 \times 10^{-6}$	50,00
0,20	$6,41 \times 10^{-6}$	0,14	$4,48 \times 10^{-6}$	60,10
0,40	$1,28 \times 10^{-5}$	0,27	$8,65 \times 10^{-6}$	69,40
0,50	$1,60 \times 10^{-5}$	0,38	$1,21 \times 10^{-5}$	80,20
0,60	$1,92 \times 10^{-5}$	0,45	$1,44 \times 10^{-5}$	90,00
0,80	$2,56 \times 10^{-5}$	0,70	$2,24 \times 10^{-5}$	100,10
0,90	$2,88 \times 10^{-5}$	0,88	$2,82 \times 10^{-5}$	110,00
1,00	$3,20 \times 10^{-5}$	0,96	$3,07 \times 10^{-5}$	120,20

Tabla D.3.b. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo sin iluminación y sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,240	0,00	0,240	1,000	0,00
0,00	0,240	0,00	0,240	1,000	10,00
0,00	0,240	0,00	0,240	1,000	20,50
0,01	0,248	0,03	0,247	0,998	29,20
0,08	0,248	0,05	0,247	0,997	40,20
0,10	0,246	0,08	0,247	0,995	50,00
0,20	0,245	0,14	0,246	0,992	60,10
0,40	0,243	0,27	0,244	0,986	69,40
0,50	0,241	0,38	0,243	0,980	80,20
0,60	0,240	0,45	0,242	0,976	90,00
0,80	0,238	0,70	0,239	0,963	100,10
0,90	0,236	0,88	0,237	0,954	110,00
1,00	0,235	0,96	0,236	0,950	120,20

Tabla D.3.c. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con TiO<sub>2</sub> ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,00	0,00	0,00	0,00	10,00
0,10	3,21×10 <sup>-6</sup>	0,06	1,92×10 <sup>-6</sup>	22,00
0,16	3,14×10 <sup>-6</sup>	0,11	3,53×10 <sup>-6</sup>	30,00
0,20	6,43×10 <sup>-6</sup>	0,29	9,32×10 <sup>-6</sup>	43,20
0,35	1,12×10 <sup>-5</sup>	0,32	1,02×10 <sup>-5</sup>	50,00
0,50	1,60×10 <sup>-5</sup>	0,35	1,12×10 <sup>-5</sup>	62,00
0,60	1,92×10 <sup>-5</sup>	0,42	1,32×10 <sup>-5</sup>	70,00
0,80	2,57×10 <sup>-5</sup>	0,82	2,63×10 <sup>-5</sup>	83,10
1,00	3,21×10 <sup>-5</sup>	0,95	3,05×10 <sup>-5</sup>	95,00
1,10	3,53×10 <sup>-5</sup>	1,00	3,21×10 <sup>-5</sup>	106,20
1,30	4,18×10 <sup>-5</sup>	1,22	3,92×10 <sup>-5</sup>	117,10
1,50	4,82×10 <sup>-5</sup>	1,45	4,66×10 <sup>-5</sup>	128,00



Tabla D.3.d. Valores de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo sin iluminación con  $TiO_2$  ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,248	0,00	0,240	1,000	0,00
0,10	0,240	0,06	0,240	1,000	10,00
0,20	0,246	0,29	0,247	0,996	22,00
0,50	0,245	0,35	0,246	0,994	30,00
0,80	0,245	0,82	0,244	0,985	43,20
1,00	0,243	0,95	0,244	0,983	50,00
1,10	0,241	1,00	0,243	0,982	62,00
1,30	0,240	1,22	0,242	0,978	70,00
1,50	0,237	1,45	0,237	0,958	83,10
1,90	0,235	1,79	0,235	0,951	95,00
2,00	0,233	2,04	0,235	0,949	106,20
2,20	0,231	2,17	0,232	0,938	117,10
2,50	0,228	2,55	0,229	0,926	128,00

Tabla D.3.e. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo sin iluminación con ZnO ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,00	0,00	0,00	0,00	10,00
0,10	$3,20 \times 10^{-6}$	0,02	$6,41 \times 10^{-7}$	28,00
0,20	$6,41 \times 10^{-6}$	0,18	$5,76 \times 10^{-6}$	39,20
0,30	$9,61 \times 10^{-6}$	0,25	$8,01 \times 10^{-6}$	46,30
0,40	$1,28 \times 10^{-5}$	0,30	$9,61 \times 10^{-6}$	60,00
0,50	$1,60 \times 10^{-5}$	0,34	$1,08 \times 10^{-5}$	74,00
0,60	$1,92 \times 10^{-5}$	0,59	$1,89 \times 10^{-5}$	86,10
0,80	$2,54 \times 10^{-5}$	0,89	$2,85 \times 10^{-5}$	94,00
1,00	$3,20 \times 10^{-5}$	0,96	$3,07 \times 10^{-5}$	100,00
1,10	$3,52 \times 10^{-5}$	1,05	$3,36 \times 10^{-5}$	110,00
1,50	$4,80 \times 10^{-5}$	1,34	$4,29 \times 10^{-5}$	118,50
1,60	$5,12 \times 10^{-5}$	1,53	$4,90 \times 10^{-5}$	124,00

Tabla D.3.f. Valores de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo sin iluminación con ZnO ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	0,00
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	10,00
0,10	0,246	0,02	0,247	1,000	28,00
0,20	0,245	0,18	0,245	0,990	39,20
0,30	0,244	0,25	0,245	0,987	46,30
0,40	0,243	0,30	0,244	0,984	60,00
0,50	0,246	0,34	0,243	0,982	74,00
0,60	0,240	0,59	0,240	0,970	86,10
0,80	0,237	0,89	0,236	0,954	94,00
1,00	0,235	0,96	0,236	0,951	100,00
1,10	0,234	1,05	0,235	0,946	110,00
1,50	0,229	1,34	0,231	0,932	118,50
1,60	0,228	1,53	0,228	0,922	124,00

#### D.4. Ensayos con iluminación: muestra de $H_2O_2$ – concentración: 24,78%

Tabla D.4.a. Valores de moles de O<sub>2</sub> para el ensayo con iluminación sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> probeta (mol)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Número de moles de O <sub>2</sub> sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,00	0,00	0,00	0,00	10,00
0,00	0,00	0,00	0,00	21,30
0,10	$3,10 \times 10^{-6}$	0,02	$6,20 \times 10^{-7}$	30,20
0,40	$1,24 \times 10^{-5}$	0,24	$7,44 \times 10^{-6}$	40,50
0,60	$1,86 \times 10^{-5}$	0,42	$1,30 \times 10^{-5}$	49,50
0,70	$2,17 \times 10^{-5}$	0,50	$1,55 \times 10^{-5}$	59,30
0,90	$2,79 \times 10^{-5}$	0,76	$2,35 \times 10^{-5}$	70,30
1,50	$4,65 \times 10^{-5}$	1,33	$4,12 \times 10^{-5}$	78,00
2,20	$6,82 \times 10^{-5}$	2,11	$6,54 \times 10^{-5}$	88,10
3,00	$9,30 \times 10^{-5}$	2,99	$9,27 \times 10^{-5}$	104,10
3,20	$9,92 \times 10^{-5}$	3,05	$9,46 \times 10^{-5}$	111,50
3,60	$11,10 \times 10^{-5}$	3,31	$10,20 \times 10^{-5}$	121,50

Tabla D.4.b. Valores de variación de concentración de  $O_2$  para el ensayo con iluminación sin semiconductor ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V $O_2$ probeta (mL)	Concentración $H_2O_2$ probeta (mol/L)	V $O_2$ sensor (mL)	Concentración $H_2O_2$ sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	0,00
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	10,00
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	21,30
0,10	0,246	0,02	0,247	0,999	30,20
0,40	0,242	0,24	0,244	0,988	40,50
0,60	0,240	0,42	0,242	0,979	49,50
0,70	0,239	0,50	0,241	0,975	59,30
0,90	0,236	0,76	0,238	0,962	70,30
1,50	0,229	1,33	0,231	0,933	78,00
2,20	0,220	2,11	0,221	0,894	88,10
3,00	0,210	2,99	0,210	0,850	104,10
3,20	0,208	3,05	0,209	0,847	111,50
3,60	0,203	3,31	0,206	0,834	121,50

Tabla D.4.c. Valores de moles de  $O_2$  para el ensayo con iluminación y  $TiO_2$  ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V $O_2$ probeta (mL)	Número de moles de $O_2$ probeta (mol)	V $O_2$ sensor (mL)	Número de moles de $O_2$ sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,30	$9,24 \times 10^{-6}$	0,73	$2,24 \times 10^{-5}$	14,00
1,20	$3,69 \times 10^{-5}$	20,3	$3,39 \times 10^{-5}$	20,34
2,50	$7,70 \times 10^{-5}$	2,38	$7,33 \times 10^{-5}$	30,42
3,40	$10,47 \times 10^{-5}$	3,37	$10,38 \times 10^{-5}$	40,30
5,10	$15,71 \times 10^{-5}$	5,03	$15,50 \times 10^{-5}$	50,00
5,80	$17,87 \times 10^{-5}$	5,83	$17,96 \times 10^{-5}$	60,00
6,50	$20,03 \times 10^{-5}$	6,31	$19,46 \times 10^{-5}$	70,10
7,80	$24,03 \times 10^{-5}$	7,82	$24,10 \times 10^{-5}$	80,40
9,00	$27,73 \times 10^{-5}$	8,90	$27,42 \times 10^{-5}$	91,30
9,80	$30,20 \times 10^{-5}$	9,75	$30,04 \times 10^{-5}$	100,00
11,40	$35,13 \times 10^{-5}$	11,34	$34,94 \times 10^{-5}$	110,10
12,20	$37,59 \times 10^{-5}$	12,08	$37,28 \times 10^{-5}$	120,00

Tabla D.4.d. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo con iluminación y  $TiO_2$  ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V $O_2$ probeta (mL)	Concentración $H_2O_2$ probeta (mol/L)	V $O_2$ sensor (mL)	Concentración $H_2O_2$ sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	0,00
0,30	0,244	0,73	0,239	0,964	14,00
1,20	0,233	20,3	0,234	0,946	20,34
2,50	0,217	2,38	0,219	0,883	30,42
3,40	0,207	3,37	0,207	0,835	40,30
5,10	0,186	5,03	0,187	0,754	50,00
5,80	0,177	5,83	0,177	0,715	60,00
6,50	0,169	6,31	0,171	0,692	70,10
7,80	0,153	7,82	0,153	0,618	80,40
9,00	0,139	8,90	0,140	0,565	91,30
9,80	0,129	9,75	0,130	0,524	100,00
11,40	0,110	11,34	0,111	0,446	110,10
12,20	0,100	12,08	0,102	0,410	120,00

Tabla D.4.e. Valores de moles de  $O_2$  para el ensayo con iluminación y  $ZnO$  ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V $O_2$ probeta (mL)	Número de moles de $O_2$ probeta (mol)	V $O_2$ sensor (mL)	Número de moles de $O_2$ sensor (mol)	Tiempo (min)
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
0,10	$3,08 \times 10^{-6}$	0,35	$1,07 \times 10^{-5}$	19,30
0,50	$1,54 \times 10^{-5}$	0,57	$1,75 \times 10^{-5}$	25,20
0,80	$2,46 \times 10^{-5}$	0,85	$2,61 \times 10^{-5}$	32,20
1,20	$3,69 \times 10^{-5}$	1,13	$3,48 \times 10^{-5}$	38,20
2,50	$7,70 \times 10^{-5}$	2,54	$7,82 \times 10^{-5}$	51,30
4,00	$12,32 \times 10^{-5}$	3,94	$12,14 \times 10^{-5}$	60,00
6,00	$18,49 \times 10^{-5}$	5,91	$18,21 \times 10^{-5}$	70,40
7,90	$24,36 \times 10^{-5}$	7,60	$23,42 \times 10^{-5}$	79,50
9,20	$28,35 \times 10^{-5}$	9,00	$27,73 \times 10^{-5}$	90,00
10,00	$30,81 \times 10^{-5}$	10,27	$31,65 \times 10^{-5}$	98,50
11,00	$33,90 \times 10^{-5}$	11,18	$34,45 \times 10^{-5}$	109,40
11,80	$36,36 \times 10^{-5}$	11,59	$35,71 \times 10^{-5}$	119,00

Tabla D.4.f. Valores de variación de concentración de  $H_2O_2$  para el ensayo con iluminación y ZnO ( $H_2O_2$  – concentración: 24,78%).

V O <sub>2</sub> probeta (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> probeta (mol/L)	V O <sub>2</sub> sensor (mL)	Concentración H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sensor (mol/L)	C/C <sub>0</sub> (sensor)	Tiempo (min)
0,00	0,247	0,00	0,247	1,000	0,00
0,10	0,246	0,35	0,243	0,982	19,30
0,50	0,242	0,57	0,240	0,972	25,20
0,80	0,238	0,85	0,237	0,958	32,20
1,20	0,233	1,13	0,234	0,944	38,20
2,50	0,217	2,54	0,217	0,876	51,30
4,00	0,199	3,94	0,200	0,807	60,00
6,00	0,175	5,91	0,176	0,711	70,40
7,90	0,152	7,60	0,156	0,629	79,50
9,20	0,136	9,00	0,139	0,561	90,00
10,00	0,127	10,27	0,124	0,499	98,50
11,00	0,115	11,18	0,113	0,454	109,40
11,80	0,105	11,59	0,108	0,434	119,00

## ANEXO E

### RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

1. Para el correcto funcionamiento del reactor fotocatalítico AMP1, tener en cuenta que la muestra a descomponer es exclusivamente peróxido de hidrogeno ( $H_2O_2$ ), además el volumen de la muestra no debe exceder los 5 mL.
2. De acuerdo al espectro en el que opera el reactor se sugiere evaluar semiconductores con  $E_g$  menores o cercanos a 3,0 eV, ya que de acuerdo a los resultados obtenidos en este trabajo de investigación son los que permiten llevar a cabo una mayor liberación de oxígeno.
3. Realizar nuevas investigaciones evaluando la descomposición de peróxido de hidrógeno a partir de diferentes concentraciones de catalizador, de esta manera será posible encontrar la cantidad ideal para la cual se obtiene una velocidad de reacción óptima de trabajo para cada semiconductor.
4. Desarrollar mejoras y/o adaptaciones al prototipo final construido de acuerdo a la configuración tipo batch del foto-reactor, de esta manera el sistema también podría ser adaptado a procesos con recirculación, teniendo una descomposición que se daría en rangos de tiempo menores a los utilizados en éste trabajo de investigación.
5. Evaluar otros métodos de medición y cuantificación del oxígeno liberado en las reacciones que se dan al interior del reactor fotocatalítico AMP1.