



## “CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”

Multidisciplinario

21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

### **Actividad fotocatalítica de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> dopadas con flúor.**

*Víctor Manuel Arellano-Badillo, Sandra A. Mayén Hernández, Francisco de Moure Flores, José J. Coronel-Hernández y José Santos Cruz\**

*Materiales, Facultad de Química, Universidad Autónoma de Querétaro, Centro Universitario, Cerro de las Campanas, Querétaro 76230, México, Tel/fax +52(55)1921200 Ext. 5521*

\*[jsantos@uaq.edu.mx](mailto:jsantos@uaq.edu.mx)

#### **Resumen**

En este trabajo se sintetizaron nanopartículas de TiO<sub>2</sub> dopadas con flúor mediante el proceso sol-gel, se llevó a cabo la caracterización de las partículas mediante SEM, HRTEM, XRD, la actividad fotocatalítica se evaluó mediante la degradación del tinte azul de metileno con luz UV, resultando una mejor eficiencia con un dopaje en el rango de 0.1- 0.3 M de F con un tiempo de degradación de 25 minutos.

#### **Abstrac**

TiO<sub>2</sub> fluorine doped nanoparticles with uv-visible photocatalytic activity was synthesized via solgel process, material characterization by SEM, HRTEM, XRD, was done, the photocatalytical activity was tested in the UV degradation of metilen blue colorant, resultant in a more efficient performance for 0.1 – 0.3 range in Fluorine with a degradation time of 25 minutes.

**Palabras clave:** Fotocatálisis, Titania, degradación.



## “CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”

Multidisciplinario

21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

### Introducción

Desde el descubrimiento del fenómeno fotocatalítico por Fujishima y Honda en 1972, los materiales fotocatalíticos han tomado bastante interés por sus fascinantes propiedades y sus múltiples aplicaciones desde eliminación de bacterias y hongos hasta sanidad de superficies, oxidación de compuestos orgánicos y reducción de metales [1-7]. El dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) ha sido considerado hasta la fecha como el mejor material fotocatalítico ya que posee las siguientes características, ancho de banda prohibida directa de 3.2 eV, cristaliza en tres fases polimórficas muy conocidas el rutilo (tetragonal), brookita (ortorrómbica) y la anatasa (octaédrica), siendo ésta última la que tiene mejores propiedades fotocatalíticas [4, 7]. Se ha reportado que el dopaje con elementos halógenos mejoran el desempeño fotocatalítico del  $\text{TiO}_2$ , pues estabilizan alguna fase o favorecen el crecimiento en un plano determinado. El incrementar la eficiencia en el tratamiento de desinfección y/o degradación con luz ultravioleta permite un ahorro sustancial en el gasto de energía eléctrica y en el tiempo de uso de las lámparas, lo que se considera las principales limitantes de éstos sistemas. La técnica de sol-gel ha sido utilizada por más de 30 años, debido a que es una técnica económica, sencilla y se puede recubrir casi en cualquier tipo y forma de sustrato (conductor-aislante), el desafío actual es obtener materiales más eficientes mediante metodologías más económicas y sencillas a través del ahorro de energía, lo anterior es más probable mediante metodologías químicas que utilicen un catalizador con el cuál no se requiera del uso de un tratamiento posterior a temperaturas elevadas, en el presente trabajo de investigación se determinó el efecto del dopaje con flúor en nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas mediante la técnica de sol-gel y se evaluó la actividad fotocatalítica en la degradación del colorante azul de metileno.



## “CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”

Multidisciplinario

21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

### Metodología

La obtención de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  fue mediante la siguiente metodología: partimos de una solución precursora que contiene isopropóxido de titanio (IP), etanol (EtOH), agua desionizada y ácido fluorhídrico, en la síntesis se mantuvo fija las concentraciones en relaciones molares de IP y EtOH (2 moles y 20 moles respectivamente), y variando las concentraciones molares de HF (0.05, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.9) y de agua (1, 2, 3, 4, y 5), la síntesis fue realizada en atmósfera inerte de nitrógeno en una caja de guantes, los tiempos de formación de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  fue dependiente de la concentración de ácido fluorhídrico desde 0.5 minutos hasta 1 hora), a una parte de las nanopartículas no se les dio ningún tratamiento térmico para formar la fase anatasa, ésta fue formada espontáneamente a temperatura ambiente, a otra parte se les dio un tratamiento térmico de 4 h a 550 °C. La evaluación de la actividad fotocatalítica se realizó usando una solución de azul de metileno con una concentración de  $2 \times 10^{-5}$  molar, usando una lámpara UV (254 nm) de 9W, a tiempos de exposición de 0-120 minutos en pasos variables de 5 a 20 min.

### Resultados

Mediante la técnica de sol-gel se obtuvieron nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  a temperatura ambiente en fase anatasa, en la Figura 1 se muestran los resultados de rayos X de las nanopartículas en donde se puede observar que son policristalinas y coinciden muy bien con los picos del patrón de difracción PDF-73-1764 con fase anatasa. En la Figura 2 se muestran los resultados de TEM en donde se pueden observar varias nanopartículas con tamaños del orden de 5-10 nm y con geometría octaédrica bipiramidal truncada en el plano 001, que de acuerdo con lo reportado es estabilizado por el flúor [8]. En la Figura 3 se muestran los resultados



## “CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”

Multidisciplinario

21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

de fotocatalisis para las nanopartículas sintetizadas en donde se puede observar una máxima actividad fotocatalítica para concentraciones de 0.1 de HF en las muestras calcinadas con una constante de degradación de  $0.18 \text{ min}^{-1}$  y de 0.3M para las muestras sin calcinar con una K de  $0.015 \text{ min}^{-1}$  esto es una diferencia casi diez órdenes de magnitud, en cuanto al agua, la mayor cantidad de agua (3M), en la segunda serie la mejor actividad fue para la 0.3 moles de HF y 3M de agua, siendo esta última la que mostró la mejor actividad fotocatalítica con un tiempo de degradación de 60 minutos con una concentración de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  de  $1 \text{ g L}^{-1}$ .

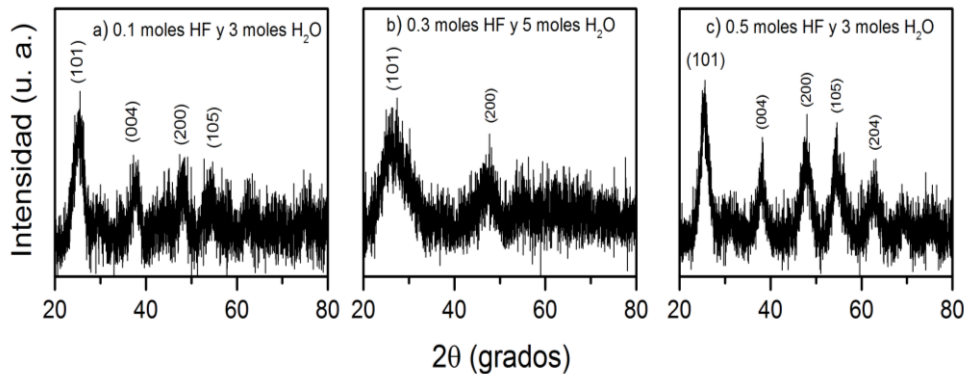


Figura 1. a) Rayos X de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ , b) Imagen TEM de la síntesis de  $\text{TiO}_2$  con 0.5 moles de HF y 5 moles de  $\text{H}_2\text{O}$

No se observó un efecto significativo en la actividad fotocatalítica al variar la cantidad de surfactante tween 20 de 1, 3, 5 y 8 M.

**“CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”**  
 Multidisciplinario  
 21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

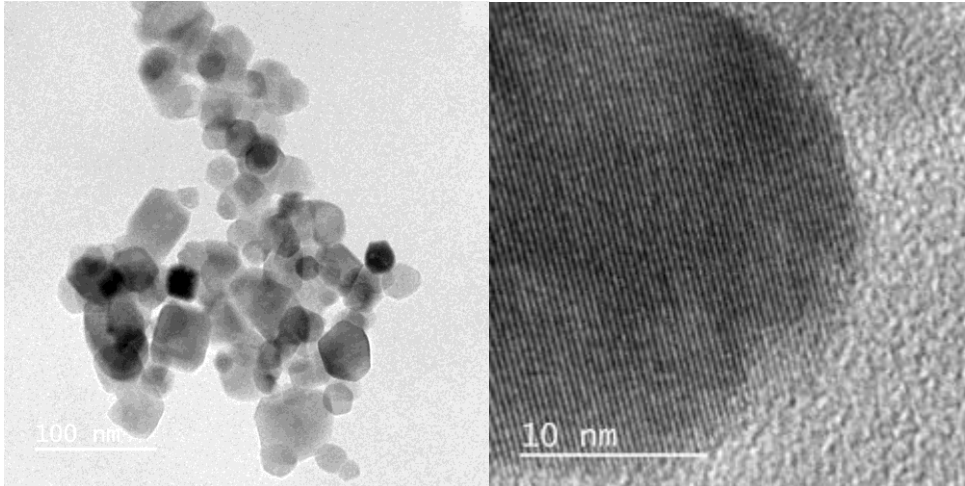


Figura 2. Imagen TEM de la síntesis de  $TiO_2$  con 0.3 moles de HF y 3 moles de  $H_2O$

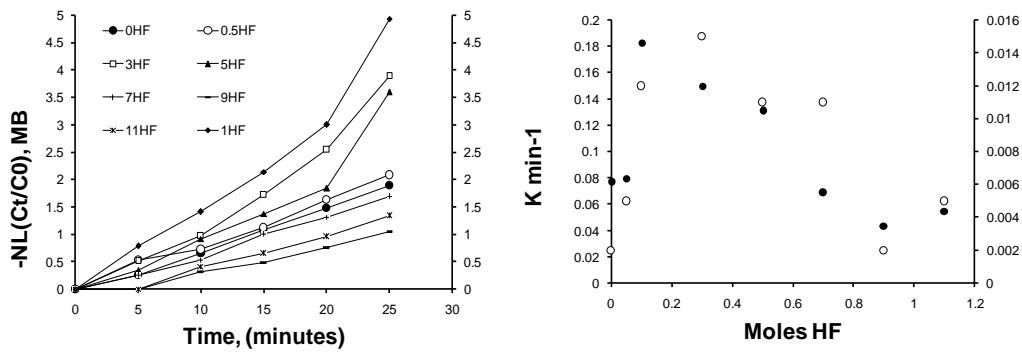


Figura 3. Actividad fotocatalítica de las nanopartículas de  $TiO_2$ , síntesis con concentración molar constante de a) calcinadas, y b) 0.1 de HF, 0.3 moles HF calcinadas y sin calcinar respectivamente.



## “CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”

Multidisciplinario

21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

### Conclusiones

Se obtuvieron nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  con tamaño de 10 nanómetros, las muestras son policristalinas con fase anatasa, la mejor actividad fotocatalítica fue para la síntesis de 0.1 moles de HF y 3 moles de agua con un tratamiento de calcinación con un tiempo de degradación de 25 minutos con respecto a 0.3 moles de HF sin calcinar con un tiempo de 50 minutos degradando el 85% de la concentración de azul de metileno, éstas nanopartículas fueron sintetizadas a temperatura ambiente sin ningún tratamiento térmico posterior a la síntesis.

### Bibliografía

- [1] Hancock, R. E. (1998). Resistance mechanisms in *Pseudomonas aeruginosa* and other nonfermentative gram-negative bacteria. *Clinical Infectious Diseases*, 27(Supplement 1), S93-S99.
- [2] Mesaros, N., Nordmann, P., Plesiat, P., Roussel-Delvallez, M., Van Eldere, J., Glupczynski, Y., & Tulkens, P. M. (2007). *Pseudomonas aeruginosa*: resistance and therapeutic options at the turn of the new millennium. *Clinical microbiology and infection*, 13(6), 560-578.
- [3] Vaisvila, R., Morgan, R. D., Posfai, J., & Raleigh, E. A. (2001). Discovery and distribution of super-integrins among *Pseudomonads*. *Molecular microbiology*, 42(3), 587-601.
- [4] A. Fujishima and K. Honda, Electrochemical photolysis of water at a semiconductor electrode. *Nature*, vol. 238, no. 5358, pp. 37–38, 1972.
- [6] Hitkova, H., Stoyanova, A., Ivanova, N., Sredkova, M., Popova, V., Iordanova, R., & Bachvarova-Nedelcheva, A. (2012). Study of antibacterial activity of nonhydrolytic synthesized  $\text{TiO}_2$  against *E. coli*, *P. aeruginosa* and *S. aureus*. *Journal of Optoelectronics and Biomedical Materials*, 4(1), 9-17.



**“CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”**

Multidisciplinario

21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México

[7] Aguilar Salinas, J. L., Pacheco Aguilar, J. R., Mayén Hernández, S. A., & Santos Cruz, J. (2013). Bactericidal Activity of TiO<sub>2</sub> on Cells of *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853. *International Journal of Photoenergy*, 2013.

[8] Dozzi, M. V., & Selli, E. (2013). Specific facets-dominated anatase TiO<sub>2</sub>: Fluorine-mediated synthesis and photoactivity. *Catalysts*, 3(2), 455-485.



**“CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”**  
Multidisciplinario  
21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México





**“CONGRESO INTERNACIONAL DE INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN 2016”**  
Multidisciplinario  
21 y 22 de abril de 2016, Cortazar, Guanajuato, México