

## **CONCLUSIONES**

En la preparación de la titania por el método sol-gel se pudo tener un buen control sobre el pH con la solución de ácido nítrico e hidróxido de amonio, según el pH deseado. Además se obtuvieron las fases deseadas, la fase anatasa y trazas de la fase rutilo, las cuales se pudieron corroborar por medio de la difracción de rayos X.

Los resultados de adsorción física de nitrógeno muestran que la síntesis por sol-gel produce catalizadores de mayor área específica cuando el pH de síntesis es ácido, superando incluso el TiO<sub>2</sub> comercial. Con el catalizador TiO<sub>2</sub> preparado a pH 3 se tiene un área específica de 24 m<sup>2</sup>/g. La introducción del ión sulfato en la estructura cristalina de la titania provocó un incremento del área específica, por lo tanto se puede decir que el área específica es fuertemente dependiente del pH de síntesis.

Los espectros FTIR de la titania sol-gel a pH 3 y pH 7, muestran una banda ancha localizada a 500-1000 cm<sup>-1</sup> la cual es debido a vibraciones del enlace Ti-O en la titania. Así mismo la banda localizada a 1380 cm<sup>-1</sup> se atribuye a la presencia de SO<sub>4</sub> de los materiales sulfatados.

En reflectancia difusa, de los resultados de E<sub>g</sub> se observa que no existe un efecto pronunciado sobre este parámetro por efecto del pH de síntesis, los valores son semejantes a los obtenidos para el dióxido de titanio degussa P25 (3.11). Para el caso de los materiales sulfatados se puede apreciar una disminución en la energía de banda prohibida (2.9), lo cual afecto de manera significativa la fotoactividad de estos materiales y aunque el dopado con cobre obtuvo un valor de E<sub>g</sub> similar al del comercial (3.11), tampoco obtuvo buenos resultados.

El dióxido de titanio preparado por el método sol-gel a pH ácido es más activo en la degradación del fenol que cuando se prepara a pH neutro. Aunque no supera en actividad al catalizador comercial que alcanzó un 100% de degradación a las 4

horas de reacción así como un 98% de mineralización, se puede decir que tuvo un buen porcentaje en cuanto a degradación de fenol se refiere, ya que alcanzó un 85% de degradación y un 75% de mineralización.

El  $\text{TiO}_2$  sol-gel a pH 7, así como los materiales sulfatados, no tuvieron buena degradación aunque cabe mencionar que a pesar que su degradación no fue alta, el  $\text{TiO}_2\text{-SO}_4^-$  sol-gel a pH 3 tuvo un porcentaje de mineralización muy alto del 95% alcanzando casi al catalizador comercial que tuvo el 90%. En cuanto al dopado con cobre no se obtuvieron los resultados que se esperaban, ya que en lugar de ayudar a una mayor actividad catalítica ésta disminuyó considerablemente.

La hidroquinona es el subproducto principal de la degradación de fenol independientemente del pH de síntesis, sin embargo con  $\text{TiO}_2$  Degussa P25 el fenol y los subproductos de la degradación se mineralizan completamente dentro de las primeras 4 horas de reacción. En presencia de  $\text{TiO}_2$  sol-gel la hidroquinona y otros subproductos de reacción son resistentes a la degradación.

A los catalizadores sintetizados que resultaron con mayor actividad fotocatalítica, se llevaron a reacción haciendo variar la masa de catalizador de 0.25 a 0.50 grs., en donde la actividad fotocatalítica del  $\text{TiO}_2$  sol-gel pH 3 aumentó alrededor de un 10%. Además, se controló el pH de solución al utilizar el catalizador  $\text{TiO}_2$  a pH de síntesis de 3, se observó que el pH de solución era de 5 así que se controló a pH de 3, y al utilizar el catalizador  $\text{TiO}_2\text{-SO}_4^-$  la solución presentaba un pH de 3, por lo tanto se controló a pH 5, en donde los resultados mejoraron considerablemente ya que el  $\text{TiO}_2$  sol-gel a pH 3 obtuvo el 100% de degradación a las seis horas de reacción y el  $\text{TiO}_2\text{-SO}_4^-$  sol-gel a pH 3 alcanzó el 94% al mismo tiempo de reacción. Con lo cual se concluye que la cantidad de catalizador, el pH de síntesis y de la solución afectan considerablemente las reacciones de fotodegradación.

También se realizó una reacción utilizando  $O_2/O_3$  usando los mismos catalizadores en donde la actividad fotocatalítica mejoró, el  $TiO_2$  sol-gel a pH 3 llegó a un 97% de degradación y el  $TiO_2-SO_4^-$  sol-gel pH 3 un 87%, ambos catalizadores tuvieron mayor actividad, esto debido a la presencia de  $O_3$  como agente oxidante, ya que el ozono produce una cantidad mayor de radicales  $OH\cdot$ .

Finalmente, se realizaron una serie de reacciones para evaluar estos mismos catalizadores en la degradación fotocatalítica pero ahora con 4-clorofenol, en donde se pudo observar que al utilizar el catalizador comercial Degussa P25 alcanzó el 100% de degradación a las 3 horas de reacción.

En cuanto a la actividad fotocatalítica de los materiales sintetizados, el que resultó con mayor actividad fue el  $TiO_2-SO_4^-$  sol-gel a pH 3 con un 80% de degradación a las seis horas de reacción, superando al  $TiO_2$  sol-gel a pH 3 y al  $TiO_2$  dopado con cobre los cuales tuvieron 70 y 10% de degradación, respectivamente.

Los intermediarios de reacción obtenidos en estas reacciones de degradación de 4-clorofenol fueron los mismos que en las reacciones de fenol, por lo cual los mecanismos de reacción de estas dos moléculas son muy similares.

La menor actividad de los materiales sol-gel observada en la degradación de fenol esta relacionada con el tamaño de partícula que no permite la formación de una elevada cantidad de radicales  $OH\cdot$ . Por lo cual al compararse con el catalizador comercial se observa una gran diferencia ya que sus partículas son muy finas y las de los materiales preparados son de mayor tamaño.

Como conclusión adicional, cabe mencionar que aunque los catalizadores preparados no superaron la actividad fotocatalítica del catalizador comercial Degussa P25, si lo hicieron en cuanto a sedimentación se refiere, ya que al termino de las reacciones se puso a precipitar a ambos catalizadores y los preparados tardaron

aproximadamente 12 horas en precipitar, mientras que el comercial después de tres días no precipito completamente debido a que las partículas de este son muy finas, esto podría considerarse una gran ventaja del catalizador preparado por sol-gel sobre el comercial ya que a la hora de recuperarlo sería mucho mas barato con el catalizador sintetizado.