

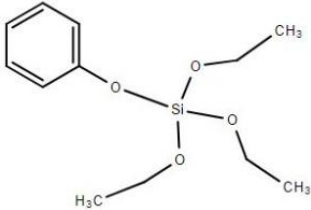
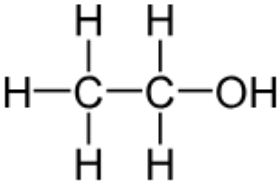
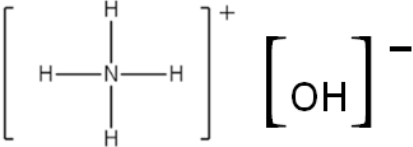
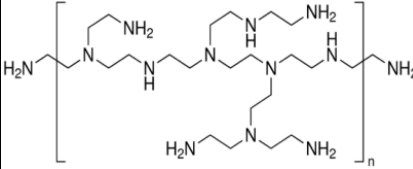
ANEXOS

1	ANEXO I- Reactivos empleados.....	2
2	ANEXO II- Descripción de los equipos empleados	3
2.1	Descripción completa de la planta de ensayos fotocatalíticos	3
2.1.1	Gases de entrada.....	3
2.1.2	Tipos de radiación	4
2.1.3	Formas de trabajo: Continuo o discontinuo	4
2.1.4	Pulmón de la planta	4
2.1.5	Condiciones de la planta	4
2.1.6	Modo de trabajo	5
3	ANEXO IV- Fundamentos de las técnicas de caracterización empleadas	6
3.1	Espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR,Fourier transform infrared spectroscopy)	6
3.2	Espectroscopia Raman	7
3.3	Microscopia electrónica de transmisión y barrido (STEM, Transmission Electron Microscopy).....	7
3.4	Difracción de rayos X (XRD,X-Ray Diffraction).....	7
3.5	Análisis termogravimétrico (TGA, Thermo-Gravimetric Analysis)	8
3.6	Espectrofotometría de absorción UV-VIS.....	8
3.7	Dispersión de luz dinámica (DLS)	8
3.8	Microscopía electrónica de barrido (SEM, Scanning Electron Microscopy).....	9

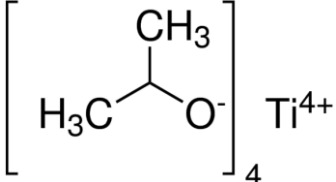
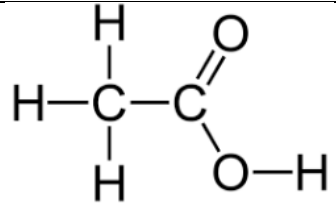
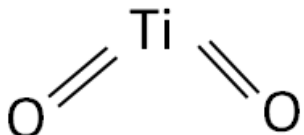
Síntesis de nanopartículas "core-shell" SiC-TiO₂ para su uso en procesos fotocatalíticos: eliminación de COVs en aire. ANEXOS

1 ANEXO I- Reactivos empleados

Tabla 1 - Reactivos usados

Nombre completo	Formula abreviada	Fórmula química	Estructura química	Proveedor	Pureza
Feniltrietoxysilano	PhTEOS	C ₆ H ₅ Si(OC ₂ H ₅) ₃		SIGMA-ALDRICH	98%
Ácido clorhídrico	HCl	HCl	H—Cl	SIGMA-ALDRICH	37%
Etanol absoluto	EtOH	CH ₃ CH ₂ OH		SIGMA-ALDRICH	99%
Hidróxido de amonio	NH ₄ OH	NH ₄ OH		SIGMA-ALDRICH	26%
DURAMAX D-3005.	-	-	-	-	-
Carburo de silicio	SiC	SiC		US Research Nanomaterials Inc.	-
Polietilenimina	PEI	(C ₂ H ₅ N) _n		SIGMA-ALDRICH	-

Síntesis de nanopartículas "core-shell" SiC-TiO₂ para su uso en procesos fotocatalíticos: eliminación de COVs en aire. ANEXOS

Isopropóxido de titanio (IV)	Ti(O ⁱ Pr) ₄	Ti(O ⁱ Pr) ₄		SIGMA-ALDRICH	97%
Ácido acético	AA	CH ₃ COOH		SIGMA-ALDRICH	99.85 %
P-25	P-25	P-25		SIGMA-ALDRICH	-

2 ANEXO II- Descripción de los equipos empleados

2.1 Descripción completa de la planta de ensayos fotocatalíticos

La planta usada para la realización de estos experimentos consta de 4 entradas de gas mediante tuberías de acero de 1/8' de diámetro conectadas a la celda donde está la membrana con el fotocatalizador depositado. El flujo de dichas entradas pasa en paralelo sobre la membrana.

La celda está tapada, para evitar el escape del gas, por una ventana de plexi (cuarzo), material que no absorbe longitud de onda. Sobre esta celda se encuentra la fuente de luz que irradia el fotocatalizador.

A continuación se detallara las distintas partes de esta planta: La entrada de gases, las diferentes formas de radiación posibles, las formas de trabajo de esta planta, el pulmón de esta, la determinación de la composición de los gases que pasan por la planta, las condiciones a las que se encuentra y el modo de trabajo.

2.1.1 Gases de entrada

La corriente de entrada está formada por una mezcla de nitrógeno (N), oxígeno (O₂) y argón (Ar) y aire cuya composición final es semejante a las del aire.

2.1.2 Tipos de radiación

La realización de los ensayos se puede realizar mediante dos tipos de iluminación:

- Luz irradiada por un simulador solar, este equipo equivale a la energía emitida por un Sol, aproximadamente 100 mW/cm². Dicha luz tiene un rango de longitud de onda de 250-1100 nm, es decir, consta de radiación de luz visible y ultravioleta (UV-VIS). El simulador usado es el Zolix SS150-Solar Simulation
- Luz irradiada por LEDs blancos, dichos LEDs iluminan en todo el espectro visible, 410-800 nm. Los LEDs empleados reciben el nombre de LZ4-00CW00 Cool White LED.

2.1.3 Formas de trabajo: Continuo o discontinuo

Se llevará a cabo dos tipos de experimentos:

- ◆ Experimento en continuo: En estos ensayos se determina la estabilidad en estado estacionario y si el catalizador se desactiva. Para estos ensayos se hace uso del simulador solar, es decir, hay emisión de luz visible y ultravioleta.
- ◆ Experimento en discontinuo (batch): La finalidad de este experimento es la determinación de la eficacia del fotocatalizador ante la luz visible.

2.1.4 Pulmón de la planta

Es un depósito de volumen 500 mL conectado con el cromatógrafo de gases y la celda de la membrana, su función es similar a la de un tanque de almacenamiento para cuando se trabaje con la planta cerrada, circulando todo el rato la misma corriente de gas y con los caudales de entrada cerrados para que al absorber los 2 ml el cromatógrafo de gases para analizar la composición no se queda sin caudal durante en el ensayo.

2.1.5 Condiciones de la planta

Durante los ensayos la planta alcanza una temperatura de 100 °C, esto es debido a la presencia del semiconductor SiC.

Síntesis de nanopartículas "core-shell" SiC-TiO₂ para su uso en procesos fotocatalíticos: eliminación de COVs en aire. ANEXOS

La planta se encuentra funciona con una sobrepresión respecto a la atmosférica de 0.1 bar.

2.1.6 Modo de trabajo

Se realiza en primer lugar una medida del caudal por fuera de la celda donde se encuentra la membrana para determinar la corriente de entrada que se introduce en la planta de manera continua, posteriormente se ajusta la planta para que dicho caudal de gases pase por dentro de la celda, volviendo a medir el caudal para realizar la comprobación de que la planta está libre de fugas.

A continuación se cambia el modo de trabajo a modo discontinuo, se quita la alimentación que le llega a la planta y se realizan un par de medidas con el cromatógrafo de gases para verificar que la entrada de gas una vez ha empezado el experimento es constante. Por último se programa la planta para que el cromatógrafo de gases realice una medida cada 10,6 minutos (tiempo en modo discontinuo) y mediante un balance de materia al carbono determinar la conversión que ofrece el fotocatalizador.

Para la determinación del caudal se usa un burbujímetro conectado a venteo y un cronómetro. Además se tienen en cuenta las variables más significativas que afectan al caudal: la temperatura y presión del laboratorio. Determinando el caudal en condiciones normales mediante la siguiente expresión:

$$Q(C.N) = \frac{P_{laboratorio}(bar)}{101325} \cdot \frac{273.15}{T_{laboratorio}} \cdot Q_{burbujímetro} \left(\frac{ml}{min} \right)$$

El esquema completo de la planta usada queda detallado en la Figura 1

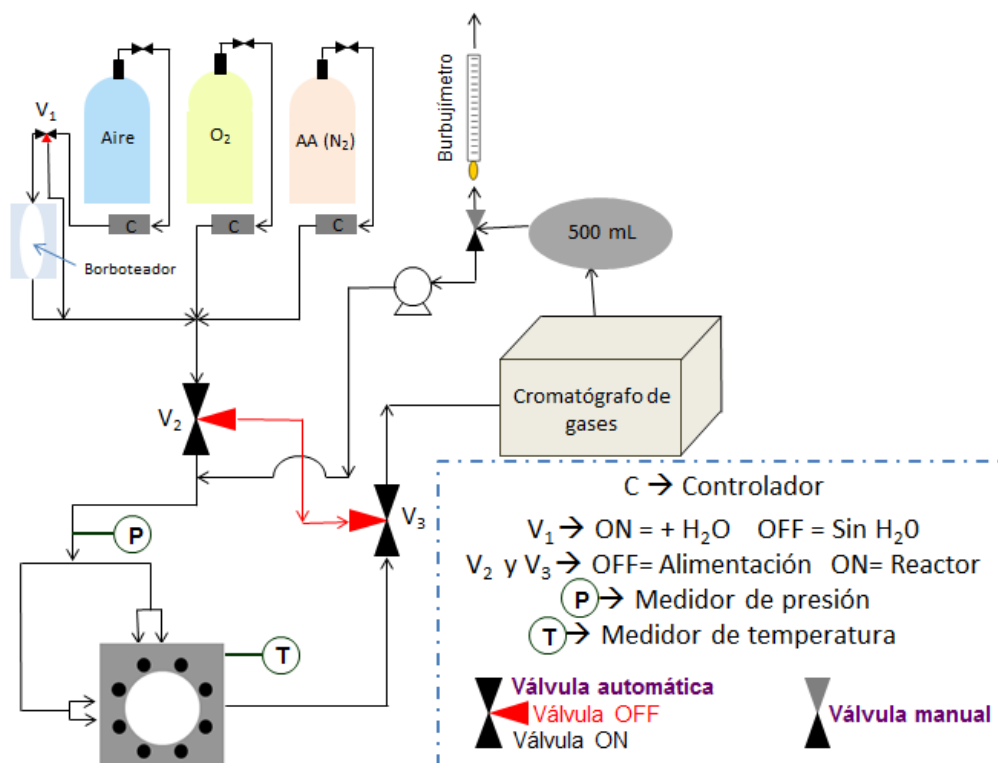


Figura 1-Esquema completo de la planta de fotocatalisis

3 ANEXO IV- Fundamentos de las técnicas de caracterización empleadas

3.1 Espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR, Fourier transform infrared spectroscopy)

Está basado en la absorción de la energía de la luz de las moléculas en longitudes de ondas específicas, lo que es conocido como frecuencias de resonación o vibraciones.

La muestra a estudiar se somete a una luz infrarroja que abarca las longitudes de onda desde 4000 hasta 600 cm⁻¹. La intensidad de la luz transmitida través de la muestra es medida en cada número de onda, permitiendo calcular por la diferencia de intensidades antes y después de colocar la muestra la cantidad de luz absorbida. Este parámetro es conocido como espectro infrarrojo.

3.2 Espectroscopia Raman

Esta técnica permite el análisis cualitativos y cuantitativos de sistemas inorgánicos, orgánicos y biológicos. Su fundamento es similar al FTIR, se basa en irradiar la muestra a caracterizar con una fuente láser de radiación monocromática visible o infrarroja produciendo una dispersión de la radiación.

El espectrofotómetro registra la radiación dispersada a un cierto ángulo (que suele ser de 90 °) La intensidad máxima de las líneas Raman es el 0,001% de la intensidad de la fuente, por lo que su detección y medición resulta difícil.

La ventaja de este tipo de análisis es que, a diferencia del infrarrojo, el agua no interfiere, por lo que en Raman se pueden obtener espectros de disoluciones acuosas.

3.3 Microscopia electrónica de transmisión y barrido (STEM, Transmission Electron Microscopy)

El fundamento de la microscopía electrónica de transmisión está basado en la transmisión de un haz de electrones sobre la muestra a través de un filamento y detectando los electrones que atraviesan la muestra para formar una imagen.

En el STEM la muestra ha de ser transparente a los electrones y de un espesor menor a 100 nm.

3.4 Difracción de rayos X (XRD,X-Ray Diffraction)

Este método realiza el análisis cualitativo y cuantitativo de las fases cristalinas de cualquier compuesto, tanto natural como sintético. Se basa en incidir un haz de rayos X sobre la muestra a estudiar que interacciona con los electrones que la conforman. Para un determinado ángulo de incidencia (2θ) se produce un fenómeno en el que la onda que se difracta en un plano y la onda que se difracta en un plano inferior después de la difracción, están en fase. Cuando se cumple esta condición, determinada por la Ley de Bragg (Ecuación 1) se produce un reforzamiento de las ondas difractadas produciendo una señal de rayos X muy intensa; con esta señal detectada y su ángulo de incidencia correspondiente (2θ) se forma el espectro de difracción de la muestra, el cual determina la cristalinidad de la muestra.

$$n\lambda = 2 \cdot d \cdot \text{sen}\theta \quad [\text{Ecuación 1}]$$

Siendo:

n: número entero de veces la longitud de onda

λ : Longitud de onda de los rayos X.

d: distancia entre planos paralelos.

θ : Ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión.

3.5 Análisis termogravimétrico (TGA, Thermo-Gravimetric Analysis)

El análisis TGA mide la cantidad de cambio de peso de un material, ya sea en función del aumento de la temperatura o isotérmicamente como una función del tiempo, en una atmósfera de nitrógeno, helio, aire, otro gas o al vacío.

3.6 Espectrofotometría de absorción UV-VIS

La espectrofotometría de absorción UV-Vis se basa en analizar la cantidad de radiación UV-Vis que es capaz de absorber una muestra en función de los compuestos presentes, utilizando la luz en los rangos visible y adyacentes (el ultravioleta (UV) cercano y el infrarrojo (IR) cercano).

La absorción de dicha radiación provoca la promoción de un electrón a un estado excitado. Los electrones que son excitados al absorber la radiación UV-Vis son los electrones de enlace de las moléculas, por lo que de esta manera se pueden conocer los distintos tipos de enlaces de un compuesto.

Esta técnica está basada en la Ley de Lambert-Beer en la cual se enuncia que la absorbancia es directamente proporcional a la longitud de la trayectoria a través de la muestra y a la concentración de la especie absorbente.

3.7 Dispersión de luz dinámica (DLS)

La dispersión de luz dinámica (DLS), también denominada dispersión de luz cuasi elástica (QELS). Se trata de una técnica no invasiva y bien establecida para la determinación del tamaño de las partículas la dispersión de luz dinámica. No tiene en cuenta la dependencia del ángulo, sino la variación de la intensidad de dispersión con el tiempo.

3.8 Microscopía electrónica de barrido (SEM, Scanning Electron Microscopy)

La microscopía electrónica de barrido (SEM) está basada en el principio de la microscopía óptica en la que se sustituye el haz de luz por un haz de electrones. El equipo consta de un filamento para generar el haz de electrones que ilumina la muestra. La muestra está generalmente (salvo si ya es conductora) recubierta por una fina capa de un metal conductor, otorgándole propiedades conductoras. Al alcanzar el haz de electrones en la superficie de la muestra se generan, principalmente, electrones retrodispersados y electrones secundarios, además de rayos X; dichos electrones son recogidos por una serie de detectores creando la imagen de la superficie de la muestra.