

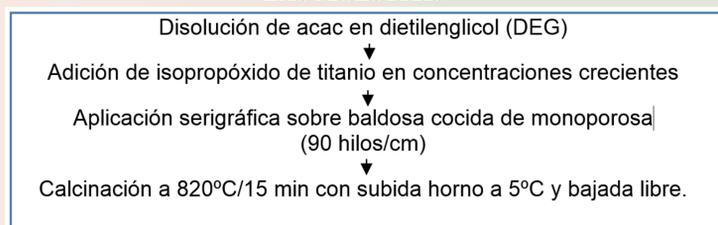
INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Los procesos de oxidación avanzada permiten destruir una gran variedad de compuestos tóxicos que son persistentes a la degradación natural. El óxido de titanio es la referencia como material fotocatalizador en la actualidad, dada su alta actividad, relativa estabilidad, bajo coste y baja toxicidad, aunque presenta muchas veces problemas asociados a su baja velocidad de fotocatalisis, generación de intermedios de degradación tóxicos, desactivación del material y necesidad de irradiación UV al no acoplarse su band gap con la luz solar: la utilización de vidriados cerámicos puede mejorar estos aspectos (1), la de películas sobre vidriados (2) o también la utilización de otros óxidos semiconductores como óxido de estaño (3). Además Cerro y col. han aplicado vidriados cerámicos y composites cerámicos como fotocatalizadores, con interesantes resultados en la fotodegradación de substratos tales como Naranja II en disolución y NO_x dispersados en el aire (3). En el presente trabajo se compara el comportamiento fotocatalítico frente a Naranja II, un colorante modelo resistente a la oxidación convencional, de las películas de hematita con las obtenidas por procedimientos similares en anteriores trabajos de casiterita y anatasa.

EXPERIMENTAL

Se depositaron películas de óxidos metálicos por serigrafía de una tinta Sol-Gel de composición molar 40DEG-x(acac)-xM (donde DEG es dietilenglicol utilizado como vehículo serigráfico y acac es acetilacetona necesaria como complejante moderador de la hidrólisis al utilizar alcóxido de titanio y M es el metal introducido en forma de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en el caso de la hematita, SnCl_2 (en el caso de la casiterita (4)) y el isopropóxido de titanio para el caso de la anatasa (7) elaborada de acuerdo con el diagrama de flujo de la Figura 2. con aumento de la concentración de metal (evaluado como óxido Fe_2O_3 , SnO_2 o TiO_2) en la propia tinta.

PROCESADO SOL-GEL DESARROLLADO EN LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS



Las muestras se caracterizaron por difracción de rayos x de incidencia rasante, espectroscopia UV-Vis-NIR de reflectancia difusa, microscopía electrónica de barrido SEM con análisis de dispersión de energía de rayos X asociado EDX y fotocatalisis sobre Naranja II. El Naranja II es un persistente colorante sulfonato monoazo $\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{SO}_4\text{Na}$ resistente a la degradación mediante técnicas de oxidación convencionales(4).

FIGURA 1. Fotografía de la tinta (izquierda), de las películas con la muestra 0,6% de hierro depositada con malla de 90 hilos y calcinada a 820°C (centro) y montaje para la irradiación de las baldosas (derecha).



TABLA I. Parámetros calculados de las películas de hematita comparadas con el vidriado base y películas de anatasa y casiterita de estudios anteriores (5,6).

% Fe_2O_3	E_g (eV)	R^2	$t_{1/2}$ (min.)	Brillo(85°)	R_a (μm)
7	3,72 UV 2,02 Vis	0,932	134	90,8	0,13
2	3,72 UV 2,07 Vis	0,957	134	93,3	0,14
0,2	3,71 UV 2,10 Vis	0,891	131	98,3	0,08
Vidriado base	3,71	0,994	130	97,7	0,11
Película anatasa (4% en peso TiO_2)	3,03	0,931	34,5	138,8	0,09
Película casiterita (0,2% en peso SnO_2)	3,59	0,900	110	89,7	0,09

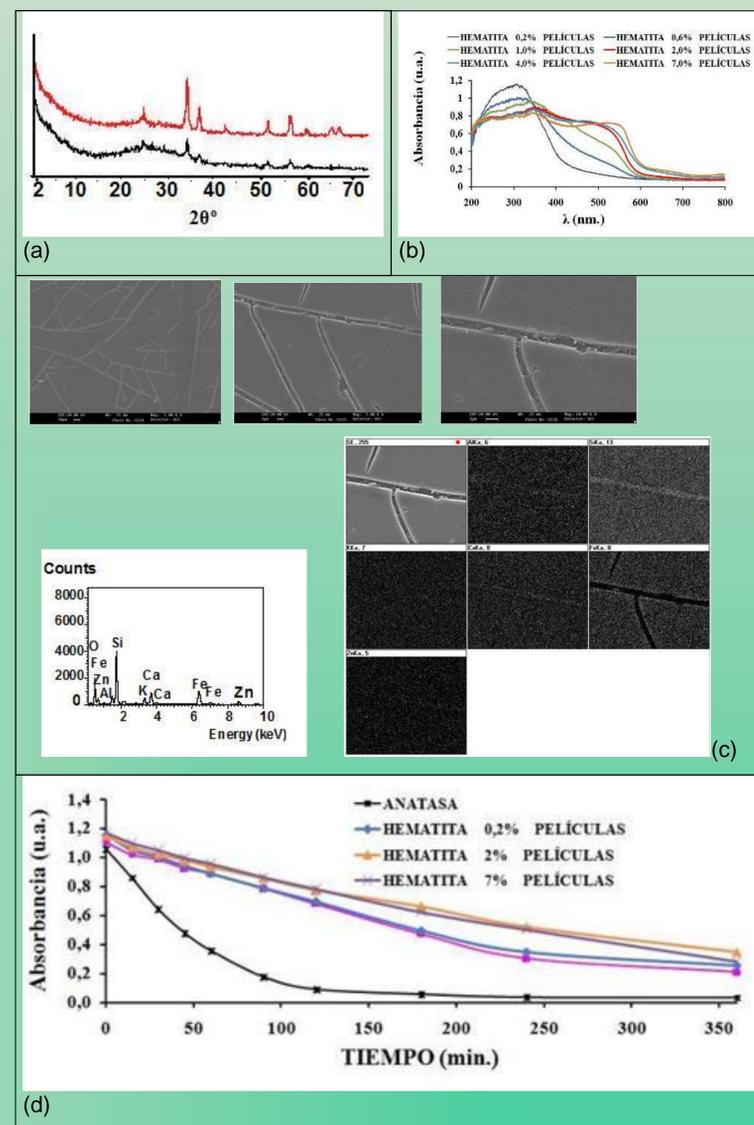
CONCLUSIONES

Se han depositado películas de hematita por deposición serigráfica (90 hilos) de tintas de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ disueltas en dietilenglicol sobre baldosas vidriadas con una fritada transparente $\text{SiO}_2\text{-ZnO-CaO-B}_2\text{O}_3$. Las películas tratadas a 820°C producen lustre de color rojo con un hombro de absorbancia en el amarillo-naranja de band gap en torno a 2,10 eV que disminuye a 2,02 eV con concentraciones en la tinta superiores al 4% en Fe_2O_3 . Las películas son muy homogéneas aunque se observan grietas de acoplamiento al aumentar la concentración de hierro en la tinta. La irradiación con luz UV de una lámpara de mercurio de media presión de 125 W de potencia, con espectro de emisión que presenta tres líneas características a 254, 313 y 365 nm, en un reactor cilíndrico presenta periodos de semivida de degradación sobre Naranja II similares a los del vidriado base (130 min.) e inferiores a las películas de casiterita (110 min) y anatasa (34,5 min) obtenidas por el mismo procedimiento.

Agradecimientos. Los autores agradecen la financiación de la Universidad Jaume I (Proyecto *PI.1B2015-19*), al Ministerio de Educación (Proyecto *MAT2015-69443-P*) y al Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED) a través de REDISA.

RESULTADOS

FIGURA 2. (a) Difracción de rayos X de las películas con el 2% y 7% en peso formal de Fe_2O_3 ; (b) Espectro de UV-Vis de las películas de hematita, Fe_2O_3 ; (c) Micrografías SEM, análisis EDX y Mapping de la película esmaltada al 7% en Fe_2O_3 ; (d) Ensayo de fotodegradación de naranja II para las películas esmaltadas (0,2, 2 y 7% en peso Fe_2O_3)



REFERENCIAS

- Gargori C., Galindo R., Llusar M., Tena M.A., Monrós G., Badenes J. A. (2009) Photocatalytic degradation of Orange II by titania addition to sol-gel glasses, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 50,314-320.
- Cerro S., Galindo R., García A., Monrós A., Badenes J. (2012) Gargori C., Monrós G., Photocatalysts in ceramics, *Ceramic Forum International*, 89,5, E143-E149
- S. Cerro, R. Galindo, A. García, A. Monrós, J. Badenes, C. Gargori, G. Monrós, *Fotocatalizadores de y en cerámica*, Qualicer 2012, ISBN: 978-84-95931-38-2.
- O. Ruiz, F. Sanmiguel, C. Gargori, F. Galindo, G. Monrós, Estudio de la capacidad de degradación fotocatalítica de vidriados cerámicos, *QUALICER 2008*, ISBN 978-84-95931-31-, PBC15-33.