

INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE OCCIDENTE
Departamento de Procesos Tecnológicos e Industriales

Sustentabilidad y tecnología

PROYECTO DE APLICACIÓN PROFESIONAL (PAP)
Programa de Apoyo a Centros de Investigación Externos



ITESO, Universidad
Jesuita de Guadalajara

PAP 4G03 Apoyo a Centros de Investigación Externos I

**“Síntesis y caracterización de multicapas de CdS/ZnO para la fotodegradación
de azul de metileno” en el Centro Universitario de Ciencias Exactas e
Ingenierías de la Universidad de Guadalajara, Guadalajara.**

PRESENTAN

Programas educativos y Estudiantes

Ing. En Nanotecnología. José Guadalupe López Lamas
Profesor PAP: José Guadalupe Quiñones Galván

Tlaquepaque, Jalisco, julio de 2019

ÍNDICE

Contenido

REPORTE PAP	1
Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional	1
Resumen	2
1. Introducción.....	2
1.1. Objetivos.....	2
1.2. Justificación.....	3
1.3 Antecedentes.....	4
1.4. Contexto	5
2. Desarrollo	6
2.1. Sustento teórico y metodológico.....	6
2.2. Planeación y seguimiento del proyecto.....	8
3. Resultados del trabajo profesional	21
4. Reflexiones del alumno o alumnos sobre sus aprendizajes, las implicaciones éticas y los aportes sociales del proyecto	31
5. Conclusiones.....	33
6. Bibliografía.....	34

REPORTE PAP

Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional

Los Proyectos de Aplicación Profesional (PAP) son una modalidad educativa del ITESO en la que el estudiante aplica sus saberes y competencias socio-profesionales para el desarrollo de un proyecto que plantea soluciones a problemas de entornos reales. Su espíritu está dirigido para que el estudiante ejerza su profesión mediante una perspectiva ética y socialmente responsable.

A través de las actividades realizadas en el PAP, se acreditan el servicio social y la opción terminal. Así, en este reporte se documentan las actividades que tuvieron lugar durante el desarrollo del proyecto, sus incidencias en el entorno, y las reflexiones y aprendizajes profesionales que el estudiante desarrolló en el transcurso de su labor.

Resumen

En este documento se reporta la síntesis de multicapas de ZnO y CdS sobre un sustrato de vidrio utilizando sol-gel por inmersión y deposición por baño químico para las síntesis respectivamente. Se utilizaron diferentes combinaciones en el orden de las capas y del tratamiento térmico aplicado resultando así en un total de 9 muestras. Las cuales fueron analizadas mediante espectroscopia UV-vis y difracción de Rayos-X. Durante el proceso de síntesis, una muestra resultó tener CdO presente, que, aunque no se tenía planeado, esta presentó propiedades fotocatalíticas que destacaron de entre todas las muestras.

Las síntesis tuvieron el propósito de hacer pruebas de fotodegradación de azul de metileno en presencia de radiación ultravioleta con un rango de longitud de onda de 350 a 390 nm. Se hicieron seis mediciones de la absorbancia durante un periodo de 180 min para así cuantificar la disminución en la concentración del azul de metileno. En las mejores combinaciones, se lograron porcentajes de degradación del 49.15%, 36.03%, y 36.84%. Así mejorando la degradación del ZnO y CdS por sí solos que solo lograron un 28.39% y 17.58% respectivamente. De tal forma que se logró la combinación adecuada de ambos los materiales para la mejora de sus propiedades fotocatalíticas, así como un método de síntesis para capas de CdO, no antes probado en CUCEI.

1. Introducción

1.1. Objetivos

Este proyecto tiene como propósito el incrementar y fortalecer la colaboración académica y profesional entre el ITESO y la Universidad de Guadalajara, para así abordar temas de relevancia y de gran impacto social mediante el uso de la ciencia y la tecnología. Se persigue la colaboración entre personal de diferentes niveles académicos para desarrollar canales de aprendizaje y vínculos profesionales.

Como objetivo general, este proyecto pretende desarrollar un método para la síntesis de multicapas de óxido de zinc y sulfuro de cadmio sobre un sustrato, con el propósito de después probar sus propiedades fotocatalíticas para la fotodegradación de azul de metileno. Para lograrlo, es necesario el desarrollo de habilidades de síntesis y caracterización que conlleven al diseño de experimentos adecuados, el análisis correcto de los resultados, así como de las posibles aplicaciones del proyecto.

De manera más específica, será necesario tener un entendimiento teórico sobre los materiales semiconductores, su comportamiento, y los fenómenos que surgen a partir de trabajar con dichos materiales, tal como la fotocatalisis. Una vez hecho esto, se usará la información adquirida para escoger las condiciones del proyecto y así sintetizar y caracterizar multicapas de sulfuro de cadmio y óxido de zinc sobre un sustrato.

1.2. Justificación

En un primer plano, este proyecto es de gran beneficio para los estudiantes del ITESO, puesto a que permite un primer acercamiento al área de la investigación. De esta manera, se amplían los panoramas para los posibles campos de trabajo de los estudiantes. Además, este proyecto es una oportunidad para que los estudiantes apliquen sus habilidades y lo aprendido durante la licenciatura en un ámbito profesional y así medir su nivel de preparación en comparación a la demanda laboral.

Es importante mencionar que para la síntesis de ZnO y CdS, se usaran los métodos de solgel y deposición por baño químico respectivamente. Se reporta que las síntesis por sol-gel muestran beneficios como alta pureza, ideal para películas delgadas, factibles a bajas temperaturas, y un buen control de tamaños, estructuras, y propiedades fisicoquímicas (1). Mientras que la deposición por baño químico, conocida como CBD por sus siglas en inglés, es un método simple, se lleva a cabo a bajas temperaturas, es poco costoso, y permite el control de parámetros químicos tal como el pH, concentración molar, velocidad de reacción, entre otros (2). Estos métodos de síntesis son ventajosos en comparación a otros métodos de deposición de capas y películas delgadas tal como sputtering y deposición química de vapor, puesto a que su simplicidad permitirá la obtención de resultados fácilmente replicables sobre un tema de gran interés actual. Mientras que otros métodos, aunque pueden proporcionar un mayor control de parámetros, requieren de equipo y material costoso para su procedimiento.

El óxido de Zinc es un semiconductor de gran interés y altamente estudiado debido a sus interesantes propiedades tal como su alta energía de unión de excitón de 60 meV (3), bajo costo de producción, estabilidad, y naturaleza no tóxica (4). Desafortunadamente, algunas de las aplicaciones de ZnO están limitadas debido a que este es considerado un semiconductor de banda ancha (5), teniendo una brecha de energía prohibida de aproximadamente 3.3 eV. Esto significa que el óxido de zinc solo puede absorber luz en el rango ultravioleta, que solo conforma alrededor del 5% de la radiación solar (6).

Se ha encontrado que algunas de las limitaciones del ZnO pueden ser solucionadas al combinarlo con otro semiconductor, tal como el CdS, que tiene una brecha de energía prohibida de 2.4 eV. Así mejorando el rango de absorción del compuesto, lo que resulta en un aumento de la eficiencia fotocatalítica (6). Se reporta que todavía hay poca información

con respecto al ZnO combinado con CdS. (5) Esto recalca la relevancia del desarrollo de este proyecto, que, al llevarse a cabo, se estaría contribuyendo a la expansión de un tema de interés tal como la combinación del ZnO y el CdS y también, se haría una contribución hacia las posibles aplicaciones de la fotocatalisis, como lo es la eliminación de contaminantes orgánicos en aire y agua. (5)

Una de las grandes ventajas de la fotocatalisis en comparación a otros métodos para la eliminación de contaminantes, es que en el proceso fotocatalítico, las moléculas de los contaminantes son descompuestas de manera gradual, por lo que no existe un residuo del material contaminante. Este es eliminado y, por lo tanto, el agente contaminante no se desecha en otro lugar, previniendo así otros posibles sitios de contaminación (7).

Es claro que el aumento en la eficiencia fotocatalítica de los semiconductores es de gran relevancia para la sociedad hoy más que nunca. El exceso de contaminación y residuos en aire y agua es una problemática que debe ser atendida de manera inmediata. Aunque este proyecto este inicialmente enfocado en el proceso de síntesis y pruebas preliminares de fotodegradación, este es el primer paso en la búsqueda y contribución colectiva para la limpieza y recuperación del medio ambiente. Es por esto, que el sintetizar multicapas de ZnO Y CdS, es un proyecto que beneficia al estudiante, a las instituciones involucradas, y primordialmente a la sociedad actual.

1.3 Antecedentes

Este proyecto PAP está dirigido por el Dr. José Guadalupe Quiñones Galván, profesor e investigador del Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías de la Universidad de Guadalajara. El Doctor Quiñones desempeña su trabajo en el Departamento de Física de dicha institución y anteriormente ha colaborado con varios estudiantes del ITESO para el desarrollo de otros proyectos PAP. Además, el doctor Quiñonez apoya a estudiantes para la realización de trabajos de tesis. Actualmente, por ejemplo, el Dr. Quiñones trabaja con el estudiante de Licenciatura en física Clark Koffroth, para la realización de pruebas catalíticas con TiO_2 . Previamente, el estudiante del ITESO Gregorio [Álvarezs](#), ya había realizado síntesis de ZnO y de igual manera, otro estudiante del ITESO, Issac Vega Hernández, se enfocó en la síntesis de CdS, por lo que ya se tienen registros y experiencia en las síntesis de dichos materiales. Como es de esperarse, también se han hecho caracterizaciones de los materiales mencionados, estas incluyen espectroscopia UV-vis para medir rangos de absorbancia, transmitancia, y el cálculo de la brecha de energía prohibida. También, se ha hecho difracción de rayos-X para obtener información de la composición química y de la estructura cristalina de los materiales sintetizados.

Aunque ya se tiene conocimiento sobre ambos materiales mencionados, hasta el momento no se había intentado la combinación de ambos sobre un sustrato. Como ya se conoce bastante sobre ambos materiales, en el proyecto actual, se busca encontrar un método para combinarlos en forma de multicapas delgadas sobre un sustrato. Para esto, se tiene planeado usar los conocimientos adquiridos en previos proyectos, y experimentar con factores como el orden de las capas y concentraciones usadas para lograrlo.

Es importante mencionar que a pesar de que ya se ha trabajado con materiales semiconductores, hasta el momento no se han hecho pruebas de fotocátalisis de estos materiales. Aunque este primer proyecto está enfocado primordialmente en la síntesis, se espera poder usar los resultados obtenidos para comenzar a experimentar con fotocátalisis para pruebas de fotodegradación de alguna sustancia.

1.4. Contexto

Es ya muy bien sabido, que la contaminación y degradación del medio ambiente es una problemática que debe ser atendida de manera inmediata. Se reporta que el incremento en la contaminación ambiental, así como el excesivo consumo de combustibles fósiles, ha creado la necesidad de que la comunidad científica actual desarrolle no solo fuentes de energía limpias sino también alternativas más eficaces para la limpieza y purificación del aire y del agua (8).

Para abordar el tema desde un enfoque más local, La secretaria de ambiente y desarrollo territorial (SEMADET), publicó un informe sobre el plan de educación y cultura ambiental en el estado de Jalisco. Este informa que, debido a las altas actividades productivas del estado, Jalisco enfrenta una ola de degradación y contaminación del medio ambiente nunca antes vista. Esta ola incluye el uso inadecuado del suelo, degradación química, física, y biológica del ambiente, vertidos de contaminantes a cuerpos de agua, manejo inadecuado de residuos, entre otros. Se reporta que todos los factores anteriores tienen un efecto negativo en la vida de los habitantes, tal como el aumento de enfermedades, incremento en el desempleo, así como la vulnerabilidad a fenómenos climáticos de carácter extremo debido a la severa degradación de los ecosistemas (9).

Es claro que lo antes mencionado, son problemas que no están limitados al estado de Jalisco, estos problemas pueden ser vistos en toda la República Mexicana. Como es de esperarse, un problema de dicha magnitud involucra un gran gasto para la sociedad. En el 2018, el INEGI publicó un reporte estadístico a propósito del día mundial del medio ambiente. En este se reportan cifras muy valiosas sobre la cantidad de dinero invertido a nivel nacional hacia este tipo de problemáticas. Se nota que, en el 2016, el impacto por los efectos de la contaminación y degradación de suelos y aire fue equivalente al 4% del PIB. Se indica que los gastos del sector público a favor del medio ambiente fueron aproximadamente 130, 770 millones de pesos. Se calcula que 8.5% del gasto fue designado a la gestión de residuos tal como su captación y tratamiento (10).

Recientemente, se comenzó a brindar atención a un nuevo tipo de contaminante que se encuentra presente en muy bajas concentraciones, más, sin embargo, cada vez es más ubicuo. El Instituto Mexicano de Tecnología del Agua ya ha comenzado a reportar sobre estos contaminantes y su peligro para el medio ambiente. Se les conoce como contaminantes emergentes, estos están compuestos de fármacos, productos de cuidado personal tal como bloqueadores solares y fragancias, entre otros. Estos son vertidos cotidianamente al medio ambiente, pero todavía no se encuentran a altas concentraciones, por lo que su detección puede ser difícil. Se reporta que los métodos de tratamiento de aguas convencionales no siempre son eficaces para la remoción de estos contaminantes. Por lo que la IMTA, lista algunas de las alternativas de tratamiento, las cuales incluyen la biodegradación, y de más relevancia para este proyecto, métodos de oxidación mediante radiación electromagnética tal como la fotocátalisis (11).

En la actualidad, ya se reporta información valiosa sobre la fotocátalisis heterogénea para la eliminación de contaminantes orgánicos. La SEMARNAT, en colaboración con el Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA), reporta que actualmente, existe un gran énfasis a nivel internacional sobre el uso de la fotocátalisis heterogénea usando semiconductores tal como el TiO_2 para la eliminación de contaminantes. Se busca aprovechar la luz solar para llevar a cabo estos procesos y así minimizar el gasto energético. En este mismo reporte se informa que El Instituto Mexicano de Tecnología del Agua, ya ha comenzado a elaborar experimentos con respecto a este tema. Se reporta que el costo por tratamiento de aguas mediante este método es de $\$97/\text{m}^3$. En el ámbito internacional, el costo para este tipo de procesos es de alrededor de 4.5 euros/ m^3 , que equivale a aproximadamente 98 pesos mexicanos. Por lo que el desarrollo de este tipo de proyectos está a la par con la de otros países. Sin embargo, este proceso todavía requiere de más investigación para reducir costos, generar tecnología competitiva y tener la habilidad de industrializar el proceso de manera efectiva. (12)

El ITESO es una institución reconocida por el cuidado del medio ambiente. Es la universidad mejor evaluada en el GreenMetric Ranking en el estado de Jalisco, ha trabajado junto a la SEMADET para la mejora de la normatividad ambiental y desarrolla proyectos para la tecnología al cuidado ambiental (13). Por lo que este proyecto se lleva a cabo teniendo en cuenta la filosofía que dicha institución fomenta en sus estudiantes, llevando siempre en mente el bienestar social que este proyecto podría brindar.

2. Desarrollo

2.1. Sustento teórico y metodológico

En las últimas décadas, el interés por el estudio de la fotocátalisis heterogénea ha aumentado de manera drástica. Este comenzó la década de los 70's, cuando Fujishima y Honda lograron separar agua en hidrógeno y oxígeno usando el semiconductor dióxido de titanio, TiO_2 como catalizador. En la actualidad, el interés de la fotocátalisis empleando materiales semiconductores está centrado en la eliminación de contaminantes en agua y aire. En general, la fotocátalisis heterogénea puede ser definida como la aceleración de una

fotorreacción en presencia de un catalizador, en donde el catalizador está en diferente fase a los reactivos y es activado mediante radiación electromagnética (14).

Para poder entender de mejor manera el proceso de fotocatalisis, es importante primero entender la naturaleza de los materiales semiconductores y su rol en dicho proceso. La teoría de bandas establece que los electrones deslocalizados se mueven a través del traslape de orbitales moleculares. La banda de valencia es el nivel más alto de energía ocupado por electrones, mientras que la banda de conducción es el nivel de energía por encima de la banda de valencia que permite el flujo de electrones. Los materiales semiconductores, pueden conducir corriente eléctrica solo bajo ciertas condiciones. En los semiconductores, la separación entre la banda de valencia y la banda de conducción, conocida como la brecha de energía, banda prohibida o brecha de bandas, es menor que en la de materiales aislantes y mayor que la de los conductores, por lo que, si se les suministra energía de igual o mayor tamaño a la de su brecha de energía prohibida, puede haber transferencia electrónica y conducir corriente (15).

La fotocatalisis heterogénea puede conllevar una gran variedad de reacciones tal como oxidación parcial o total, deshidrogenación, transferencia de hidrógenos, entre otras. Sin embargo, la fotocatalisis heterogénea puede ser descrita de manera general en 5 pasos. El primero es la transferencia de los reactivos en fase fluida a la superficie. Es decir, como la mayoría de las reacciones, la fotocatalisis es un fenómeno superficial. El segundo paso es la adsorción de los reactivos. El proceso de adsorción es la adhesión de los átomos del reactivo, en este caso el contaminante, a la superficie de semiconductor. El tercer paso es la reacción en la fase absorbida, es aquí donde ocurre la reacción fotocatalítica, la cual se da mediante activación fotónica. El cuarto paso es la desorción de los productos de la reacción una vez terminado el paso 3. Por último, el paso 5 es la remoción de los productos de la región de interfaz, terminando así el proceso de fotocatalisis heterogénea (16). En la figura 1, se ejemplifica como un material semiconductor, al ser irradiado con luz ultravioleta, la cual proporciona energía mayor o igual a la brecha prohibida de energía, lleva a cabo el proceso de fotocatalisis.

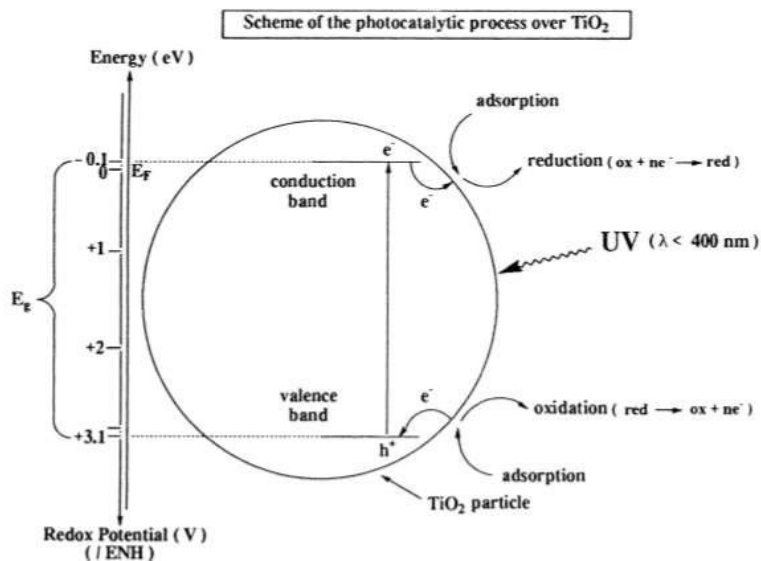


Figura 1. Diagrama de energía de una partícula de TiO_2 irradiada con luz ultravioleta, transfiriendo electrones y formando huecos que dan paso a reacciones de oxidación-reducción (16).

Como resumen, cuando un semiconductor es irradiado con fotones, cuya energía es mayor o igual a la brecha prohibida de energía del material, habrá una absorción en la superficie del material tanto de los fotones como de los reactivos presentes (17). Los electrones de la banda de valencia pasan a la banda de conducción, generando huecos y electrones libres, lo que conlleva a reacciones de oxidación-reducción con los reactivos previamente absorbidos (18). Esto resulta en la oxidación y mineralización de los contaminantes, resultando en productos y compuestos inofensivos (16).

Los huecos formados debido al movimiento electrónico pueden ser capturados por agua o grupos OH^- , lo cual puede generar la formación radicales hidroxilos, $\text{OH}\cdot$. Estos radicales son altamente reactivos, por lo que, a través de reacciones, los compuestos orgánicos presentes se oxidan formando así otros compuestos tales como agua y dióxido de carbono (19).

2.2. Planeación y seguimiento del proyecto

□ Descripción del proyecto

En esta sección, se describe la metodología usada para la síntesis de multicapas de óxido de zinc y sulfuro de cadmio, así como una explicación detallada de las variables con las que se trabajaron para el desarrollo de este. De igual manera, se detallan las caracterizaciones que se realizaron. Como ya se sabe, en este proyecto se sintetizaron multicapas de los 2 materiales semiconductores ya mencionados mediante el método sol-gel y deposición por baño químico. Sin embargo, se hicieron diferentes pruebas variando el orden de las capas y el tiempo de reacción de cada una. Esto con el propósito de tener una selección de muestras más amplia y hacer una comparación de como cada variación afecta las propiedades del producto final. Primero, se hará una descripción de cada método de síntesis y luego se hablará del orden y las variaciones que se hicieron para cada muestra.

Antes de iniciar el depósito de las capas, se tuvo que llevar a cabo la preparación de los sustratos. En este caso, los sustratos usados fueron portaobjetos de vidrio. Estos fueron cortados utilizando un indentador con punta de diamante a dimensiones de 0.5"x1.5". Una vez cortados los sustratos, se lavaron para eliminar posibles contaminaciones y/o impurezas en la superficie. Estos fueron sumergidos en extran, un detergente para utensilios de laboratorio y fueron metidos a baño ultrasónico durante 10 min. Después, fueron enjuagados con agua desionizada. El mismo proceso se repitió 3 veces más utilizando agua desionizada, acetona y etanol, enjuagando entre cada inmersión al baño ultrasónico, para así garantizar una limpieza óptima. Una vez terminados los lavados, los sustratos se colocaron en un recipiente con etanol para ser utilizados posteriormente.

La limpieza mediante baño ultrasónico se basa en la remoción de contaminantes sobre un objeto sumergido en una sustancia líquida mediante el uso de ondas sonoras de alta frecuencia. La energía ultrasónica llega al líquido a altas velocidades, causando un fenómeno llamado cavitación ultrasónica. Este presenta la formación y colapso de pequeñas burbujas, las cuales implosionan con la superficie del objeto sumergido liberando energía. Este proceso causa la remoción de contaminantes de la superficie del objeto sumergido (20). En la figura 2, se muestra esquema del funcionamiento de un baño ultrasónico, el cual está conformado por un tanque, agua y los generadores de las ondas ultrasónicas.

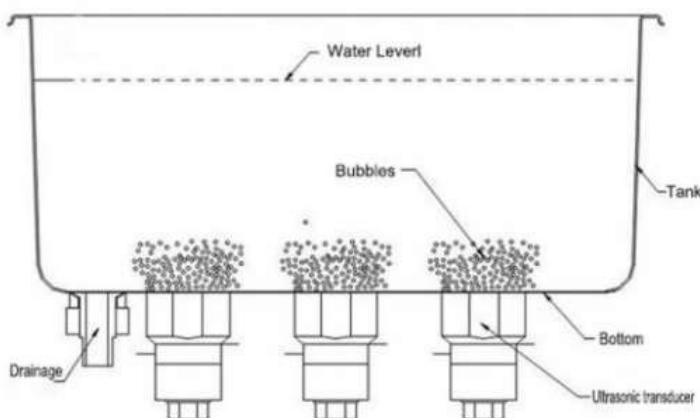


Figura 2. Componentes de un baño ultrasónico (21).

Síntesis sol-gel para la síntesis de capas de ZnO

El método de sol-gel tiene 2 fases. La primera es la Sol, la cual consta de un líquido coloidal que hace una transición a un estado sólido, la fase gel. En el caso de películas o capas, el método sol-gel proporciona 2 opciones. Estas pueden ser depositadas mediante recubrimiento por centrifugación (spin-coating) o recubrimiento por inmersión (dipcoating) (22). Para este proyecto, el método utilizado para la síntesis de capas de ZnO fue el recubrimiento por inmersión, el cual forma capas en ambos lados del sustrato, a diferencia

del recubrimiento por centrifugación. En la síntesis aquí realizada, el gel obtenido se conoce como un xerogel, el cual se obtiene, cuando la fase líquida del gel es removida mediante evaporación (23). En la figura 3, se muestra una representación visual de ambos métodos de deposición, sus fases, y su funcionamiento.

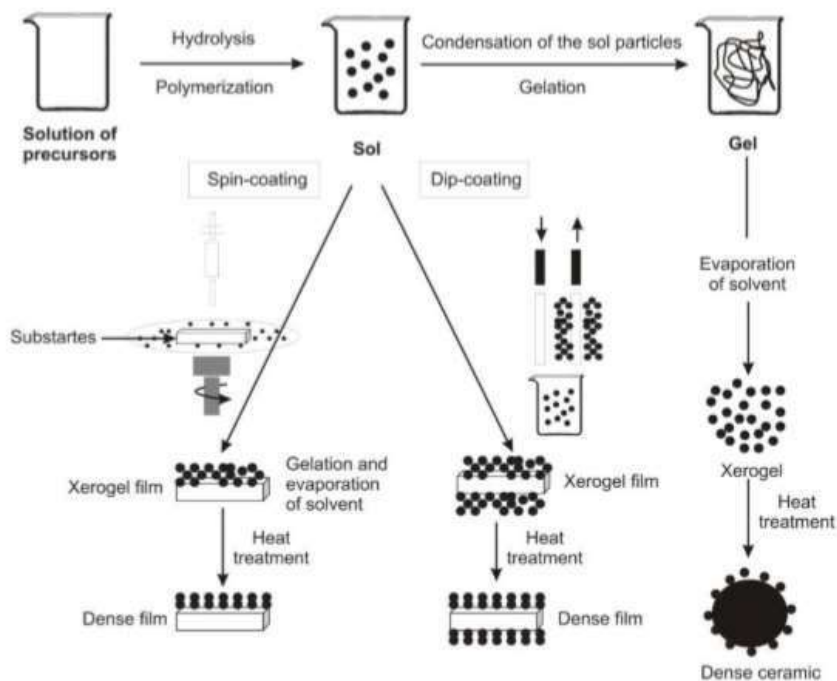


Figura 3. Ilustración esquemática del método sol-gel utilizando recubrimiento por inmersión y centrifugación (24).

Para esta síntesis primero se preparó una solución agregando 1 g de acetado de zinc dihidratado, $Zn(CH_3COO)_2 \cdot (H_2O)_2$, en 20 mL de metanol y se mezcló durante 20 minutos con agitación magnética. Una vez hecho esto, se utilizó una pinza de 3 dedos para sostener el vaso con la solución a un soporte universal. Se tomó un sustrato de vidrio ya limpio y se colocó en un extremo de un brazo mecánico. El brazo mecánico bajaba el sustrato a la solución, se hacía la inmersión e inmediatamente subía. Después, este bajaba a un tubo de cobre con una temperatura en sus paredes de 150 °C, la cual fue registrada con un multímetro, para el proceso de evaporación. El sustrato permanecía dentro del tubo por 2 minutos. Por último, el sustrato se mantenía arriba expuesto al aire durante un minuto, para después repetir el proceso. Esto se hizo 5 veces para cada sustrato. Como se puede observar en la figura 3, el siguiente paso sería un tratamiento térmico. Este paso no se hizo en todos los sustratos. Más adelante se explicará esto a detalle.

El tratamiento térmico fue en una mufla marca Barnstead Thermolyne. Este consistió en meter los sustratos a la mufla con una rampa de una hora de duración, y una meseta de tres horas a 450 °C.

Síntesis de deposición por baño químico de capas de CdS

Por el otro lado, para la síntesis de capas de CdS, se utilizó el método de deposición por baño químico. Esta es una técnica en la cual se depositan capas delgadas de materiales semiconductores sobre sustratos que son sumergidos en soluciones con iones metálicos y fuentes de hidróxidos, sulfuros, o seleniuros (25). En general, el método de deposición por baño químico es simple, la figura 4 ejemplifica dicho método, en el cual, el sustrato se deja inmerso en la solución, la cual, al reaccionar, deposita los átomos de CdS en capas uniformes.

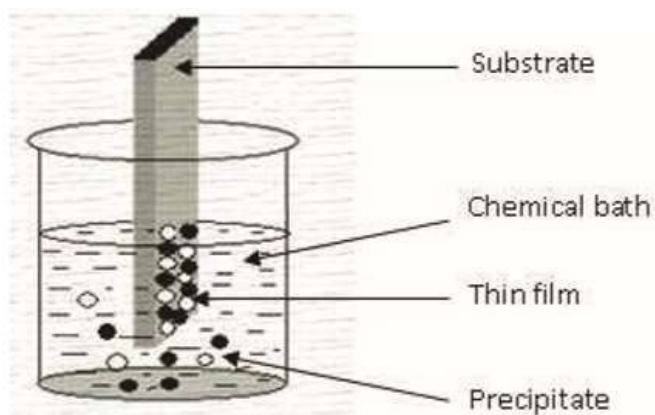


Figura 4. Deposición por baño químico sobre un sustrato (26).

Para la síntesis de capas de CdS se utilizaron 4 soluciones acuosas. En la tabla 1, se presenta de manera desglosada los detalles de cada solución utilizada.

Tabla 1. Soluciones utilizadas para la síntesis de capas de CdS (27).

Reactivo	Volumen de solución (mL)	Molaridad (M)	Peso de soluto (g)
CdCl ₂	20	0.025	0.114
NH ₄ OH	10	-	-
NH ₄ Cl	20	0.100	0.107
SC(NH ₂) ₂	20	0.050	0.076

Una vez que se tenían las soluciones de la tabla 4, estas fueron combinadas en un recipiente de plástico que se podía cerrar herméticamente. Antes de sellar, la mezcla fue irradiado con microondas con una potencia de 20 W, con el propósito de proporcionar energía para dar comienzo a la reacción. Una vez hecho esto, los sustratos sostenidos por una base, fueron inmersos en la solución. El contenedor fue cerrado herméticamente y se guardó -en un lugar seco y sin presencia de luz para permitir que la reacción sucediera. Algunos sustratos fueron sacados después de 24 horas y otros después de 48 horas. Más adelante se explicará a detalle este proceso.

Las reacciones para el depósito constaron de 2 reacciones de disposición de iones de Cd y S, y otra de formación de CdS.

- $CdCl_2 \rightarrow Cd^{+2} + 2Cl^-$
- $(NH_2)_2CS + 2OH^- \rightarrow S^{2-} + CN_2H_2 + 2H_2$
- $Cd^{+2} + S^{2-} \rightarrow CdS$

Ahora que ya se sabe cómo se realizan las síntesis de cada material, ya se puede hacer una explicación de los diferentes ordenes utilizados durante este proyecto. En la tabla 2, se presenta cada muestra hecha durante este proceso, y los procesos de síntesis en orden cronológico de cada una. Los diferentes pasos serán, recubrimiento por inmersión, tratamiento térmico, deposición por baño químico durante 1 o 2 días. En la tabla 3, se muestra la simbología de cada método necesario para leer la tabla 2.

Tabla 2. Orden de las síntesis sobre cada sustrato

Muestra	Nombre	Primera actividad	Segunda actividad	Tercera actividad
1	Zno	RI	TT	N/A
2	Zno/Cds 1d	RI	TT	DBQ1D
3	Zno/Cds 2d	RI	TT	DBQ2D
4	Cds/ZnO 1d	DBQ1D	RI	TT
5	Cds/ZnO 2d	DBQ2D	RI	TT
6	Cds 1d	DBQ1D	N/A	N/A
7	CdS 2d	DBQ2D	N/A	N/A
8	Inmersión/CdS 1d	RI	DBQ1D	TT
9	Inmersión/CdS 2d	RI	DBQ2D	TT

Tabla 3. Código de cada actividad

Simbología	Actividad
RI	Recubrimiento por inmersión
TT	Tratamiento térmico
DBQ1D	Deposición por baño químico 1 día
DBQ2D	Deposición por baño químico 2 días

Caracterización

Para la parte de caracterización, el uso de espectroscopia ultravioleta-visible fue una herramienta primordial para el desarrollo de este proyecto. La espectroscopia ultravioleta-visible, conocida comúnmente como UV-vis, mide la intensidad de la luz que pasa a través de una muestra y la compara con la intensidad de la luz antes de que la atraviese. Como su nombre lo implica, este dispositivo funciona principalmente con luz ultravioleta y visible, aunque también tiene un poco de alcance con radiación infrarroja. Los componentes más simples de espectrofotómetro UV-vis son una fuente de iluminación, un porta muestras, y un detector (28). En la figura 5 se muestra el funcionamiento básico y los componentes de un espectrofotómetro UV-vis.

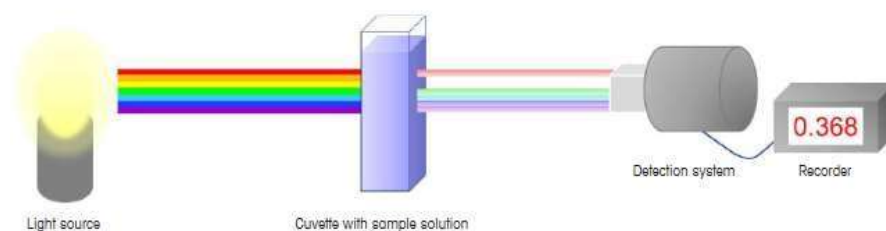


Figura 5. Principio de medición del UV-vis (28)

Un espectrofotómetro UV-vis brinda información muy valiosa sobre la muestra que se mide. Dos de las mediciones más relevantes que pueden ser obtenidas son la transmitancia y la absorbancia de la muestra. El detector mide la intensidad de la luz que pasó a través de la muestra, a este dato se le llama I , mientras que, a la intensidad original, antes de atravesar la muestra se le conoce como I_0 . De tal forma que el cociente de estos valores se le conoce como transmitancia, T , y es la cantidad de luz que se transmite (28) (ecuación 1).

$$T = \frac{I}{I_0} \quad \text{ecuación 1}$$

Por el otro lado, también existe el fenómeno llamado absorbancia, A que representa la cantidad de luz absorbida por la muestra a diferentes longitudes de onda. La absorbancia se calcula con el logaritmo negativo de la transmitancia (ecuación 2) (28).

$$A = -\log T \quad \text{ecuación 2}$$

La espectroscopia UV-vis es de gran relevancia al trabajar con materiales semiconductores, puesto a que esta proporciona una manera rápida y sencilla de calcular la brecha prohibida de energía. Para hacer eso, se utiliza el Modelo de Tauc, comúnmente conocido como Tauc's plot. Este modelo permite graficar 2 valores: $h\nu$ y $(\alpha h\nu)^2$, los cuales son proporcionales entre sí, y en donde h es la constante de Planck, ν es la frecuencia, y α es el coeficiente de

absorción. Ambos valores son proporcionados por el espectrofotómetro UVvis. Al graficar ambos valores, y extrapolar la parte lineal de la gráfica al eje horizontal, se calcula el valor de brecha prohibida de energía (29). En la figura 6, se muestra un ejemplo de una medición de la brecha prohibida de energía de muestras de ZnO y CdS reportadas en la literatura.

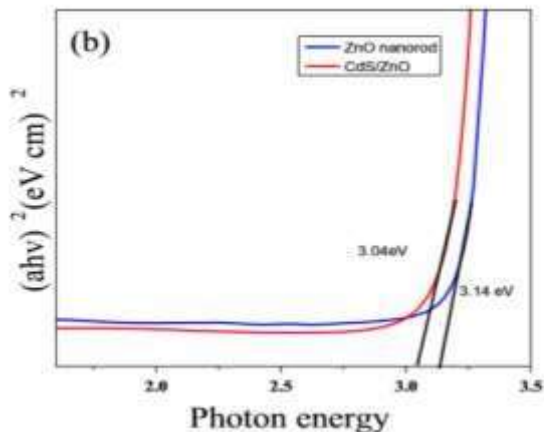


Figura 6. Medición de la brecha prohibida de energía usando el Modelo de Tauc (5).

En este proyecto, se hicieron mediciones UV-vis de todas las muestras presentadas en la tabla 2. A cada una se le midió la gráfica de absorbancia, así como el cálculo de la brecha prohibida de energía mediante el modelo de Tauc.

Es importante mencionar que la medición de la absorbancia es especialmente ventajosa para las pruebas de fotodegradación de algún contaminante. Esto se debe a que los picos de absorbancia pueden ser usados para cuantificar la concentración de una muestra. Es decir, entre más alto sea el pico de absorbancia, más alta es la concentración (28). Por lo que, al intentar degradar una muestra, la medición de la absorbancia será una herramienta clave para saber si se está degradando el contaminante o no. En la figura 7 se ejemplifica como los picos de absorbancia disminuyen conforme lo hace la concentración.

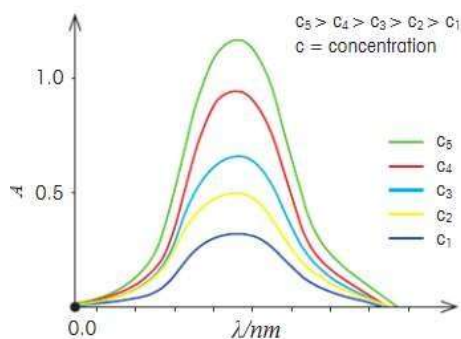


Figura 7. Picos de absorbancia que disminuyen conforme lo hace la concentración (28).

Como ya se sabe, la absorbancia está directamente relacionada con la concentración de una sustancia. Esta ley establece que la absorbancia de un material es proporcional a su concentración en solución. Esta relación puede ser explicada mediante la ley de Beer-

Lambert.

$$A = \epsilon bc \quad \text{ecuación 3}$$

Donde A es la absorbancia, b es la longitud del camino óptico, c es la concentración, y ϵ es la absorptividad molar, es decir, la cantidad de radiación que absorbe a una longitud de onda determinada por unidad de concentración (28).

Debido a la proporcionalidad que existe entre la concentración y la absorbancia, el porcentaje de degradación de una sustancia puede ser calculado mediante la ecuación 4. % *de degradación* = $(\frac{Abs_0 - Abs_t}{Abs_0}) \times 100$ ecuación 4

Abs_0

Donde Abs_0 es la absorbancia en el tiempo cero y Abs_t es la absorbancia en un tiempo t (30).

La otra técnica de caracterización que se utilizó fue difracción de Rayos-X, conocida comúnmente como XRD. La difracción de Rayos-X da información sobre la estructura cristalina de la muestra, espacios interatómicos, así como de la composición de la muestra. La interacción de los rayos incidentes sobre la muestra produce interferencia constructiva y un rayo difractado, cuyas condiciones satisfacen la ley de Bragg (31).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{ecuación 5}$$

Donde n es un entero, λ es la longitud de onda del rayo, d es el espacio inter planar y θ es el ángulo de difracción. La ley de Bragg relaciona la longitud de onda de la radiación electromagnética al ángulo de difracción y la separación de la red en una muestra cristalina. Una vez que los rayos interactúan con la mezcla y son difractados, estos llegan a un detector donde son procesados. En la figura 8 se presenta un esquema general del funcionamiento de un difractómetro de rayos X (31).

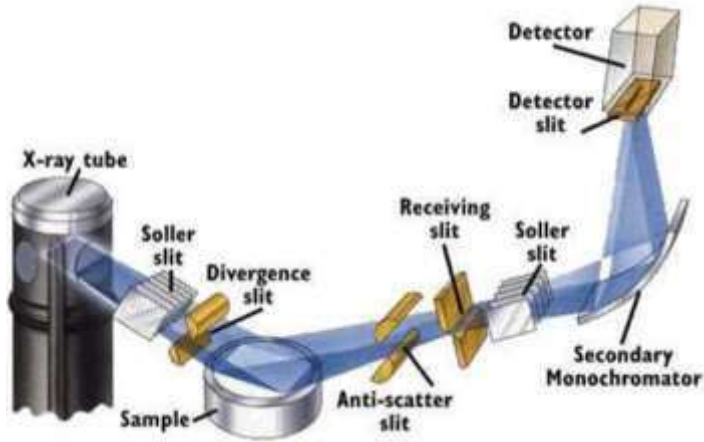


Figura 8. Componentes de un difractómetro de Rayos-X (32).

Todos los sustratos con las multicapas también serán analizados mediante XRD, para así obtener los difractogramas de las multicapas depositadas en los sustratos. En la figura 10, se presenta un ejemplo de un difractograma XRD de muestras de ZnO y CdS reportado en la literatura. Como se puede ver en esta figura, el difractograma presenta picos de difracción pertenecientes a cada componente que está en la muestra. De esta manera se puede saber si la síntesis que se hizo fue la correcta. Por lo que se esperaría que los resultados obtenidos fueran similares a este.

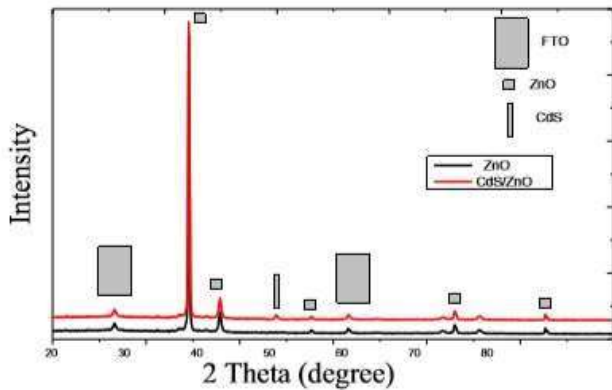


Figura 10. Difractograma de estructura de ZnO y CdS (5)

Pruebas de fotodegradación

Para realizar las pruebas de fotodegradación, se preparó una solución de azul de metileno con una concentración de 7.3×10^{-3} g/L. Para cada sustrato sintetizado, se colocaron 20 mL de la solución en un vaso de precipitado, se inmergió el sustrato en el azul de metileno, este fue irradiado con una lámpara ultravioleta. Cada media hora, se hizo una medición de la

Cálculo de gráficos de absorbancia y brecha <u>prohibida</u> de energía	PP, LO, UV, PO, C	Completado								
Caracterización XRD	PP, XRD, SO,	Completado								
Análisis de datos de UV-vis	LO, PO, C, PP	Completado								
Análisis de datos de XRD	LO, PO, C, PP	Completado								
Pruebas de degradación	LO, CLS, PP, UV, C, PO	Completado								
Análisis de resultados y conclusiones.	C, PP	Completado								
Presentación final	C	Completado								

absorbancia, para monitorear el cambio en concentración. Para cada sustrato, se hicieron un total de 6 mediciones, por lo que cada muestra fue irradiada un total de 180 minutos.

En la figura 11 se muestra el espectro de irradiación de la lampara ultravioleta utilizada.

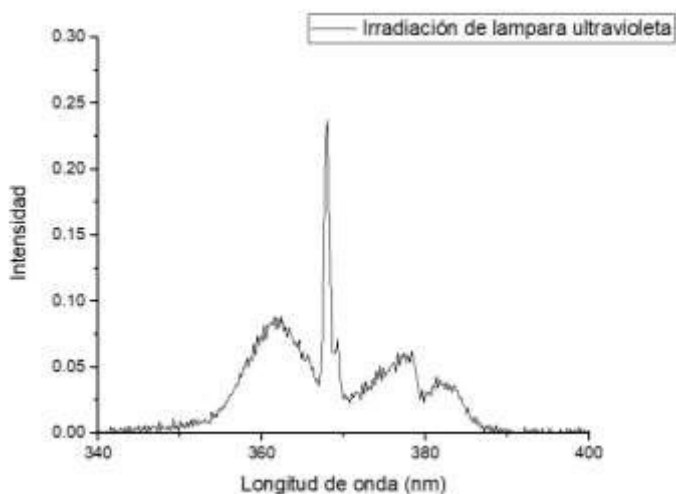


Figura 11. Rango de irradiación de lampara ultravioleta utilizada para pruebas de fotoderadación.

- Plan de trabajo

En esta sección, se presenta un cronograma de las actividades realizadas durante este proyecto, así como de los recursos utilizados. En la tabla 3 se muestra el cronograma organizado por semana. Mientras que en la tabla 4 se muestran los recursos utilizados y su abreviatura para la tabla 3.

Tabla 3. Cronograma y plan de trabajo de proyecto PAP I

Tarea	Recursos	Estado Actual	Semana							
			1	2	3	4	5	6	7	8
Elección de métodos y materiales.	PP, C	Completado								
Corte y limpieza de sustratos	PP, LO	Completado								
Síntesis de capas de ZnO	PP, BM, CLS, M, LM	Completado								
Síntesis de capas de CdS	PP, CLS	Completado								

Tabla 4. Descripción de los recursos utilizados en PAP I

Código del recurso	Descripción
PP	Asistencia del profesor PAP. Dr. José Quiñones.
BM	Brazo mecánico para sol-gel
CLS	Campana y laboratorio de síntesis
UV	Equipo UV-vis
LM	Laboratorio de materiales
SO	Asistencia del técnico Sergio Olivia
XRD	Difractómetro de rayos X
LO	Laboratorio de óptica
PO	Programa Origin
C	Computadora
M	Mufla

- Desarrollo de propuesta de mejora

En las secciones anteriores, ya se ha hecho una descripción detallada de la metodología y los conceptos teóricos necesarios para entender cada paso de este proyecto. De igual manera, se hizo un desglose general de las actividades hechas en orden cronológico. En esta sección, se presentan evidencias de las actividades hechas durante este proyecto.

La primera síntesis hecha, fueron los depósitos por inmersión mediante el método sol-gel. En la figura 12, Se muestra el dispositivo utilizado para dicha inmersión. Se puede ver que este

consta de un brazo mecánico que sostiene el sustrato de vidrio. Bajo el sustrato se encuentra un contenedor plástico con la solución de acetado de zinc, y por atrás, se observa claramente el tubo de cobre, en el cual se lleva a cabo el proceso de evaporación.

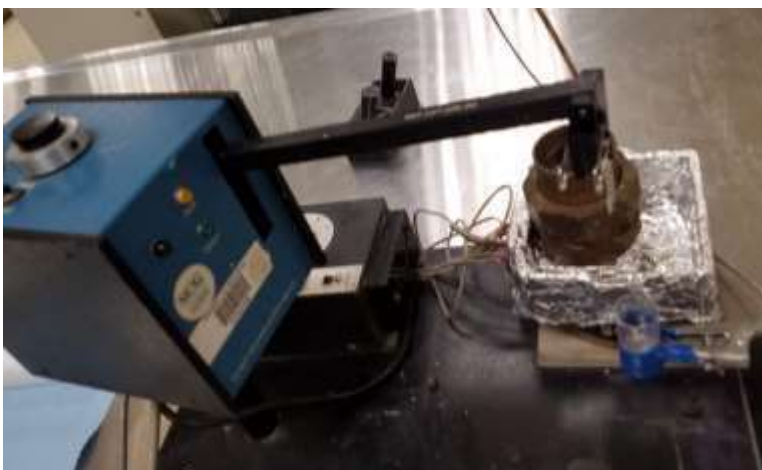


Figura 12. Dispositivo utilizado para el recubrimiento por inmersión, Autoría propia.

En la tabla 2, se presentaron el orden de las capas sobre cada sustrato. En la figura 13 se muestra una imagen de los sustratos con las multicapas ya sobre ellos. Esta figura es de gran relevancia, puesto que estos son el producto de las síntesis hechas en este proyecto.



Figura 13. Sustratos de vidrio depositados con multicapas de ZnO Y CdS en almacenamiento individual según su tipo y orden de síntesis. Autoría Propia

Una vez obtenidos, los sustratos con las multicapas. Lo siguiente fue la caracterización. Primero se realizaron análisis UV-vis. En la figura 14, se muestra el espectrofotómetro UVvis utilizado. Las mediciones se hicieron en un rango de 300 a 1100 nm con un paso de 2 nm.



Figura 14. Espectrofotómetro UV-vis Genesys 10U en el laboratorio de óptica del Centro Universitario de Ciencias Exactas e Ingenierías de la Universidad de Guadalajara. Autoría Propia

En esta fase del proyecto, el UV-vis se utilizó para sacar las gráficas de absorbancia y hacer el cálculo de la brecha prohibida de energía. En la sección tres de resultados se presentará un desglose de cada muestra con sus respectivas gráficas de absorbancia y del modelo de Tauc, evaluando así los resultados obtenidos para cada muestra.

La otra técnica de caracterización utilizada fue difracción de Rayos-X. El difractómetro utilizado se presenta en la figura 15. En este, se hicieron mediciones con un 2θ de 20 a 60°.



FO-DGA-CPAP-0017

En la sección 3, se realizará el análisis de los difractogramas, relacionando así los resultados obtenidos para la brecha-prohibida de energía con los de los componentes presentes en cada muestra. Así como los resultados de las pruebas de fotodegradación.

3. Resultados del trabajo profesional

En esta sección, se presentarán los resultados de las caracterizaciones y las pruebas de fotodegradación obtenidos para cada sustrato de la tabla 2. Es importante recalcar que, aunque se realizaron caracterizaciones XRD, por ser películas, no todas mostraron picos de difracción. Esto se debe a que las capas son delgadas y cuentan con poca cantidad de material, haciendo que la interacción con el láser no sea buena.—Por lo que, se repitieron las mediciones XRD utilizando incidencia rasante, después de las pruebas de fotodegradación, solo a las muestras que resultaron ser más relevantes. A continuación, se presentarán las caracterizaciones de cada muestra.

Muestra 1: ZnO

En la figura 16, se muestran los resultados de las caracterizaciones UV-vis y XRD para esta muestra. Esta, al ser uno de los 2 materiales utilizados por si solos, es de gran relevancia para el análisis de los resultados. Por lo que se le realizó análisis XRD con incidencia rasante. Así obteniendo los picos de difracción correspondientes al ZnO. Así como también se muestra la brecha de energía prohibida obtenida.

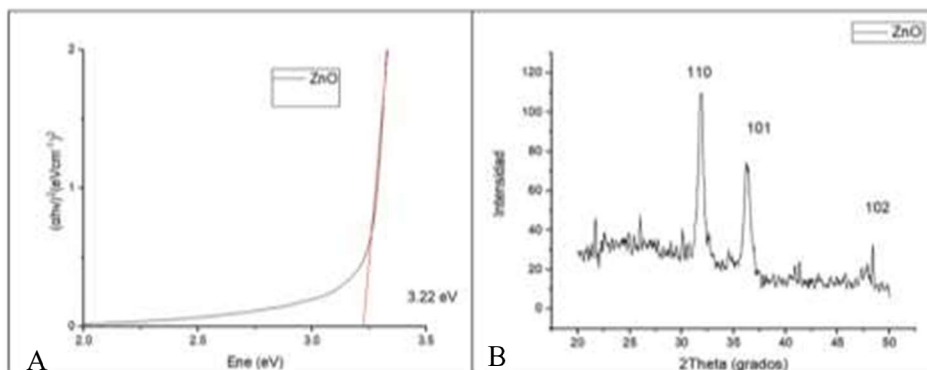


Figura 16. A. Obtención de la brecha de energía prohibida con un valor de 3.22 eV. B Difractograma de capas de ZnO.

Muestra 2: ZnO/CdS 1 día

En la figura 17 se muestran las caracterizaciones de la muestra 2. Los picos de difracción corresponden al CdS, debido a que este es el que se encuentra en la superficie.

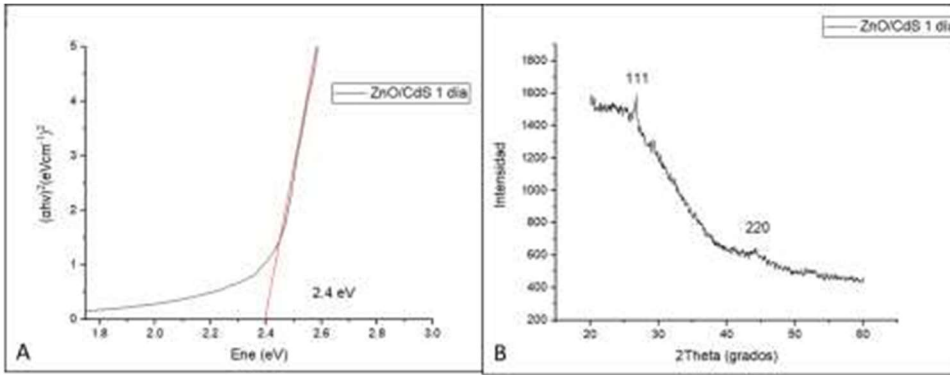


Figura 17. Obtención de la brecha de energía prohibida con un valor de 2.4 eV. B Difractograma de multicapas.

Muestra 3: ZnO/CdS 2 días

En la figura 18 se presentan los resultados de las caracterizaciones de la muestra 3. De nuevo, el difractograma muestra picos de difracción del CdS.

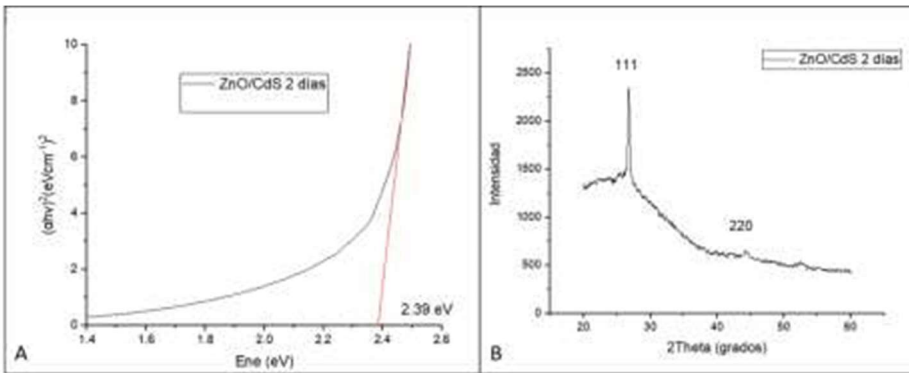
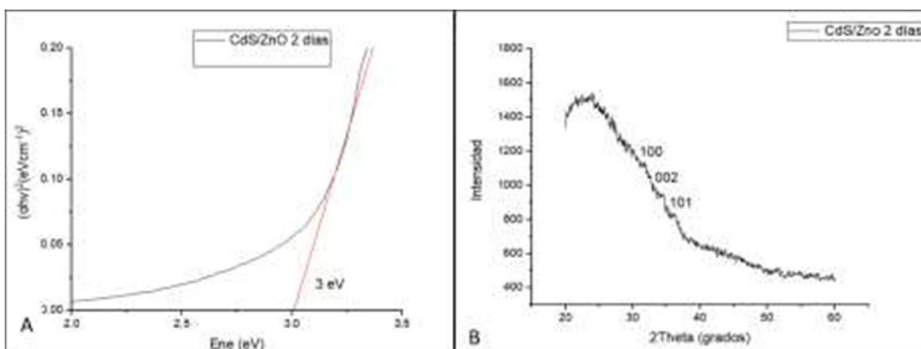


Figura 17. Obtención de la brecha de energía prohibida con un valor de 2.39 eV. B Difractograma de multicapas.

Muestra 4: CdS/ZnO 1 día

En la figura 18, están los resultados de las caracterizaciones de la muestra 4. La caracterización XRD se hizo utilizando incidencia rasante. Mostrando así picos de difracción pertenecientes al ZnO.



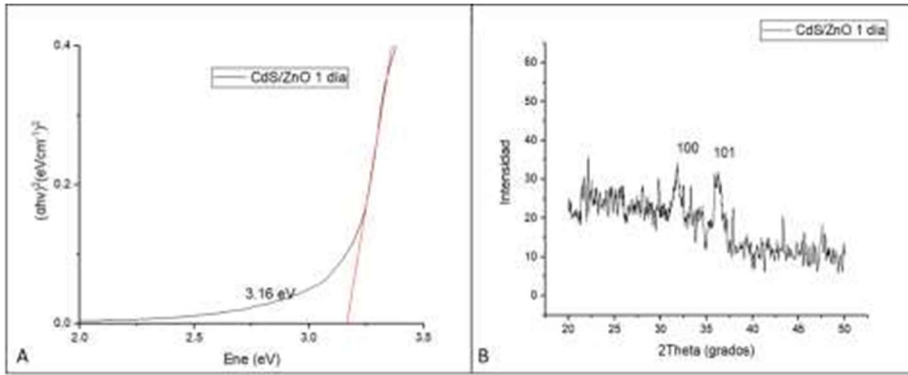


Figura 18. Obtención de la brecha de energía prohibida con un valor de 3.16 eV. B Difractograma de multicapas.

Muestra 5: CdS/ZnO 2 días

En la figura 19, se muestran las caracterizaciones de la muestra 5. En este caso, el análisis XRD presentó los picos de difracción pertenecientes al ZnO.

Figura 19. Obtención de la brecha de energía prohibida con un valor de 3 eV. B Difractograma de multicapas.

Muestra 6: CdS 1 día

En la figura 20, están los resultados de la muestra 6. La cual solo contiene CdS. Se presenta un pico de difracción correspondiente al CdS así como una brecha de energía correspondiente al de dicho material.

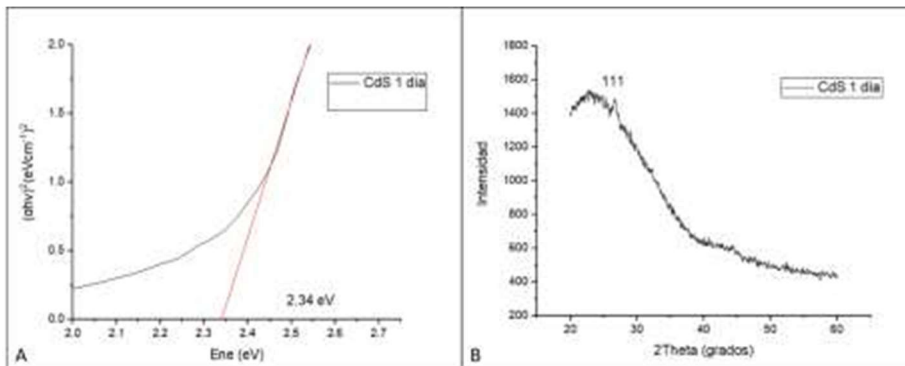


Figura 20. Obtención de la brecha de energía prohibida con un valor de 2.34 eV. B Difractograma de multicapas de CdS.

Muestra 7: CdS 2 días

En la muestra 7, de manera similar a la anterior, se muestran caracterizaciones de multicapas de CdS, solo que, en este caso, este sustrato permaneció 48 horas en baño químico. Se

muestra la brecha de energía correspondiente, así como el difractograma de dicha muestra. Estos resultados se muestran en la figura 21.

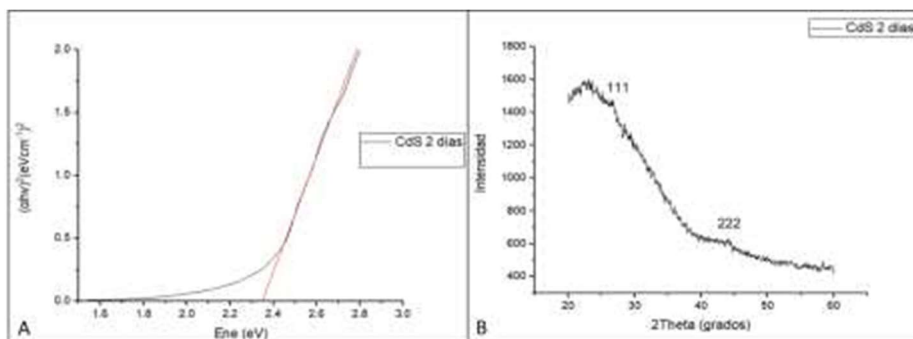


Figura 21. Obtención de la brecha de energía prohibida de CdS con valor de de 2.37 eV. B Difractograma de multicapas de CdS.

Muestra 8: Inmersión/CdS 1 día

En la figura 22, se muestran los resultados de las caracterizaciones de la muestra 8. Estos resultados fueron muy peculiares. Los picos de difracción obtenidos no corresponden al ZnO, ni al CdS. Estos picos corresponden al óxido de cadmio. En esta muestra, el tratamiento térmico se aplicó una vez que sulfuro de cadmio ya estaba sobre el sustrato. Esto causó que el oxígeno desplazara al azufre. Originalmente, no se tenía planeada la síntesis de este material, puesto a que, hasta este punto, el Dr. Quiñones no había sintetizado este material de esta manera. De igual manera, se siguió trabajando con dicha muestra. Las mediciones XRD se hicieron con incidencia rasante.

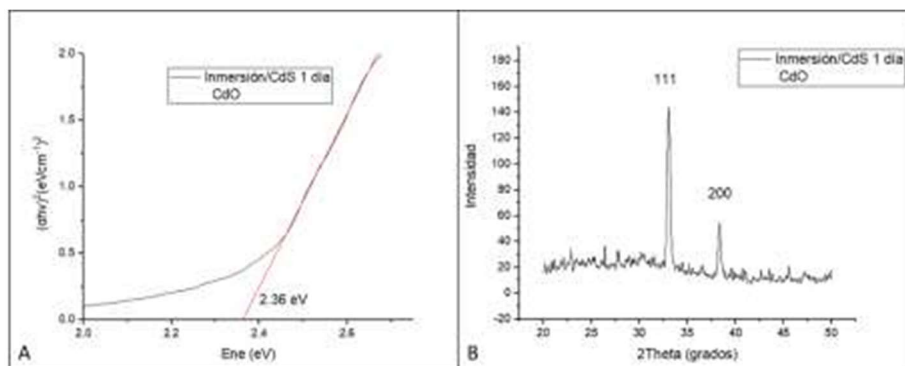


Figura 22. Obtención de la brecha de energía prohibida de CdO con valor de de 2.36 eV. B Difractograma de CdO.

Muestra 9: Inmersión/CdS 2 días

En la figura 23, se muestran las caracterizaciones de la muestra 9. Esta muestra, también fue medida la mufla una vez que el sulfuro de cadmio estaba presente. En este caso, las mediciones XRD no se hicieron con incidencia rasante, por lo que no hay picos de difracción claros. Mas, sin embargo, debido a la similitud con la muestra anterior, es probable que también se haya formado CdO.

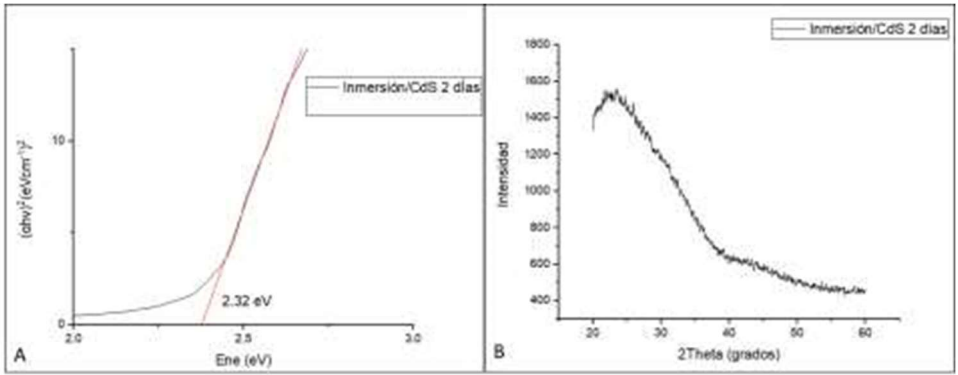


Figura 23. Obtención de la brecha de energía prohibida de con valor de 2.32 eV. B Difractograma de multicapas de ZnO/CdS

Pruebas de fotodegradación:

Como ya se sabe, para las pruebas de degradación se hicieron mediciones de absorbancia cada 30 minutos durante la irradiación con luz ultravioleta. En esta sección se muestran las gráficas de absorbancia y como cambiaron con respecto al tiempo. En la imagen 24, se muestra el control, es decir, solo azul de metileno irradiado durante 180 minutos. Par facilitar el análisis de los resultados, para cada medición, se tomó la absorbancia máxima y se graficaron dichos valores para así visualizar el decremento en las mediciones. Esta última gráfica también se muestra en la figura 24.

Control: Muestra con azul de metileno sin ningún fotocatalizador presente

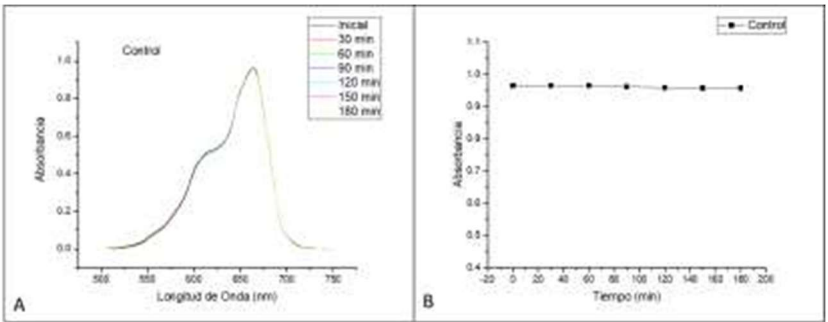


Figura 24. A: mediciones de absorbancia del control de azul de metileno. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 1: ZnO

En la figura 25, se muestran los resultados de las mediciones de ZnO. Mostrando una disminución en las gráficas de absorbancia conforme pasa el tiempo. Mostrando las propiedades fotocatalíticas del ZnO.

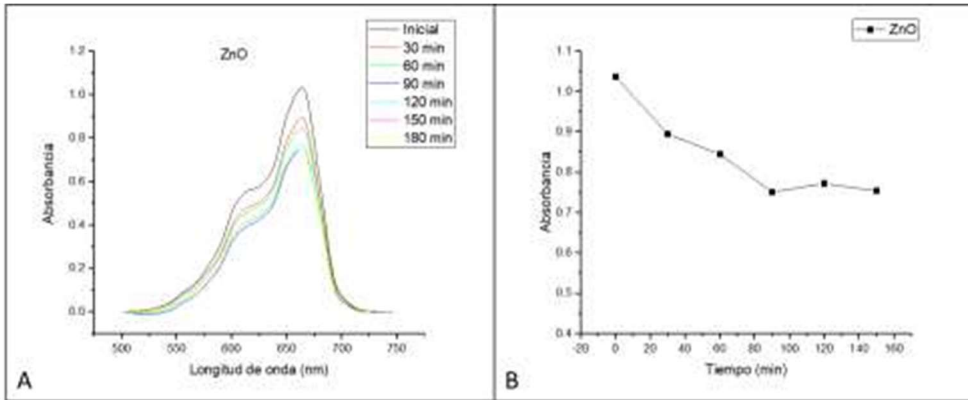


Figura 25. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de ZnO. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 2: ZnO/CdS 1 día

En la figura 26, se presentan las mediciones de absorbancia de la muestra con ZnO/CdS 1 día. En esta muestra, se presentó un poco de disminución en la absorbancia durante la primera hora, y después se mantuvo constante.

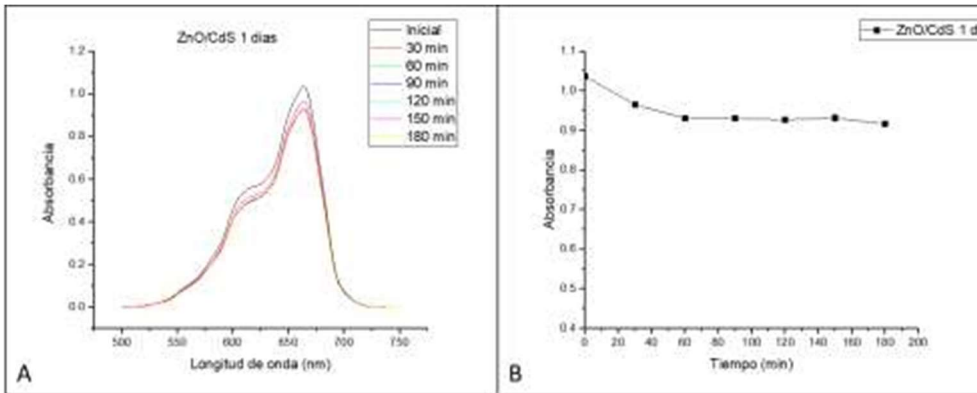


Figura 26. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de ZnO/CdS 1 día. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 3: ZnO/CdS 2 días:

En la figura 26, se muestran las mediciones para la muestra ZnO/CdS 2 días. Se presentó una disminución relevante en la primera media hora. Después, la disminución fue casi nula.

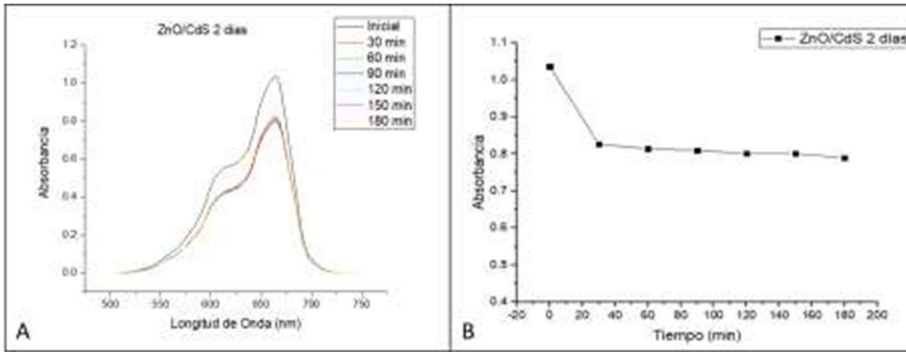


Figura 26. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de ZnO/CdS 2 días.
B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 4: CdS/ZnO 1 día

En la figura 27, se muestran los resultados de las pruebas hechas con la muestra 4, CdS/ZnO 1 día. Como se puede observar, esta muestra presentó una muy buena eficiencia en la fotodegradación de azul de metileno. Hubo disminuciones significativas en todas las mediciones hechas. Aunque por la grande cantidad de muestras, solo se midieron los primeros 180 minutos, es claro que esta muestra probablemente hubiera continuado degradando con más tiempo de irradiación. Esta muestra es de gran importancia, puesto que en esta se ve como la combinación de ambos materiales –mejoró las propiedades fotocatalíticas en comparación a los materiales por si solos.

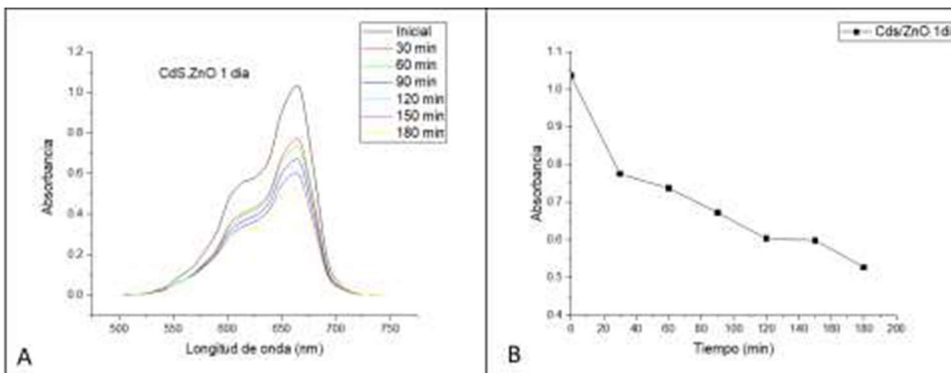


Figura 27. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de CdS/ZnO 1 día.
B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 5: CdS/ZnO 2 días

En la figura 28 se muestran los resultados de las mediciones de la muestra 5. Aunque no fue tan eficiente como la muestra 4, el sustrato de CdS/ZnO 2 días, también presentó una buena eficiencia para la foto degradar azul de metileno. La disminución en la absorbancia se mantuvo constante y también sería interesante incrementar el tiempo de irradiación para medir los límites de degradación de esta muestra.

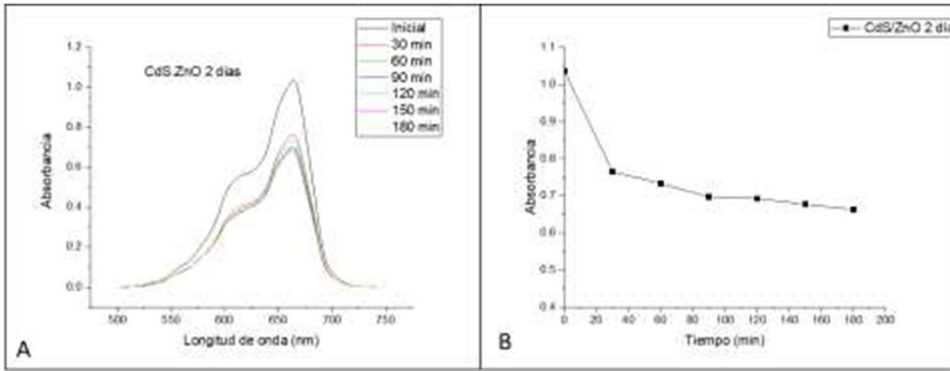


Figura 28. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de CdS/ZnO 2 día. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 6: CdS 1 día

En la figura 29, se muestran las mediciones hechas para el sustrato CdS 1 día. Esta muestra es importante, puesto a que nos permite hacer una comparación entre las propiedades de los materiales por si solos, y los materiales combinados. Como se puede ver, el CdS por sí solo, no presenta buenas propiedades fotocatalíticas, puesto a que la disminución en la absorbancia fue muy poca, lo que significa que la concentración no disminuyó de manera significativa.

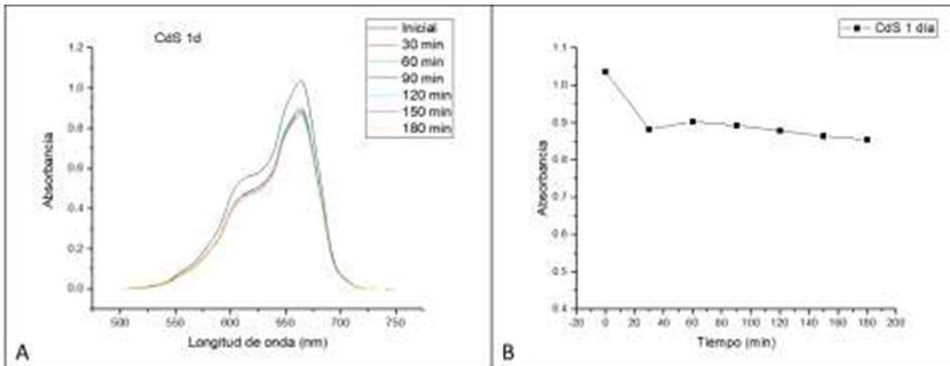


Figura 29. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de CdS 1 día. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 7: CdS 2 días

De manera similar a la muestra anterior, la muestra 7 solo contenía CdS, solo que más con más cantidad puesto a que esta estuvo 2 días en el baño químico. De nuevo se puede observar que la degradación con esta muestra fue casi nula. Las mediciones se muestran en la figura 30.

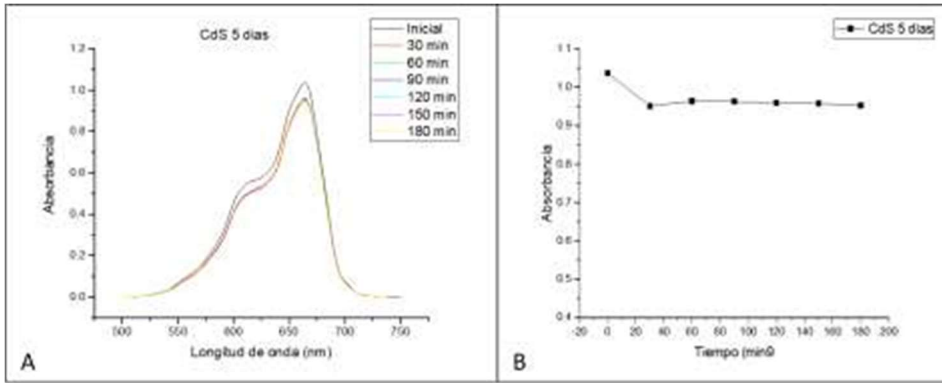


Figura 30. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de CdS 2 día. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 8: Inmersión/CdS 1 día (CdO)

La muestra 8, como ya se sabe, es en la que se obtuvo un compuesto no esperado, CdO. De igual manera, las pruebas de fotodegradación se llevaron a cabo. Tal como se puede ver en la figura 31, esta muestra resultó tener una buena actividad fotocatalítica, mostrando una buena degradación del azul de metileno. Como se puede observar, las mediciones de absorbancia disminuyen en cada medición. Aunque este material no estaba planeado en los objetivos del proyecto, es interesante el aprender que también consta de buenas propiedades que sirven para los fines de este proyecto.

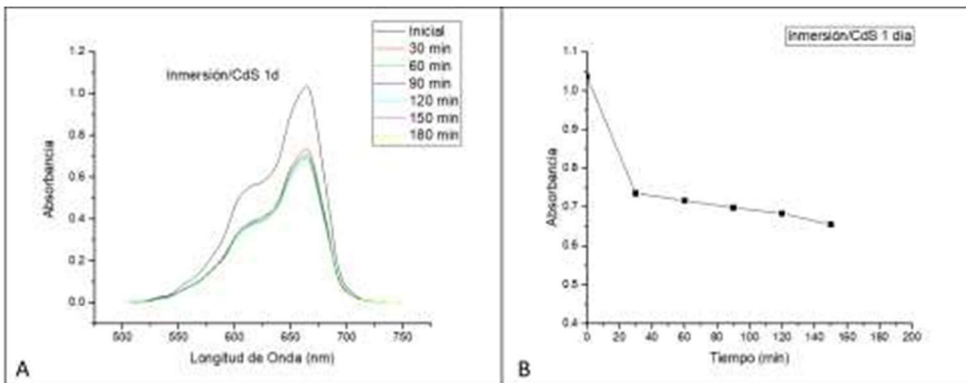


Figura 31. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de Inmersión/CdS 1 día (CdO). B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Muestra 9: Inmersión/CdS 2 días

Por último se tiene la muestra 9. En la figura 32 se muestran las mediciones de esta muestra. Se nota que, aunque hubo una disminución en la absorbancia durante la primera media hora. Después, no hubo ningún cambio significativo.

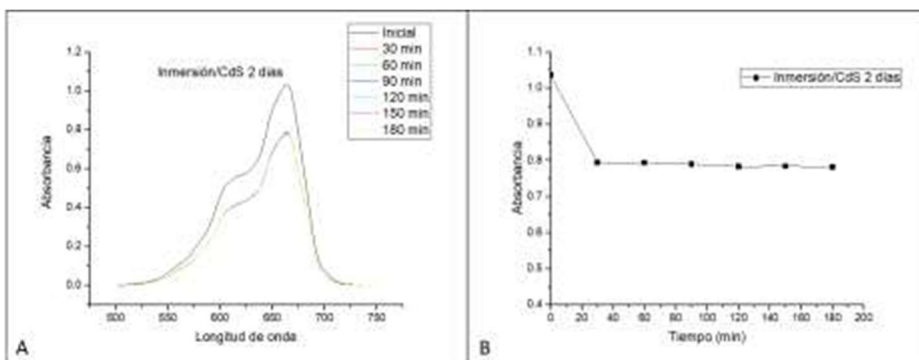


Figura 32. A: mediciones de absorbancia de pruebas de fotodegradación de azul de metileno con multicapas de Inmersión/CdS 2 días. B: Cambio en la absorbancia con respecto al tiempo

Para poder hacer una comparación de la eficiencia fotocatalítica de cada muestra, se calculó el porcentaje de degradación de azul de metileno, utilizando la ecuación 4. Para esto, se utilizaron los valores de absorbancia iniciales y finales de cada muestra. Estos fueron tomados en el pico máximo de absorbancia del azul de metileno, que se encuentra a 664 nm. Estos valores se muestran en la tabla 5.

Tabla 5. Valores iniciales y finales de absorbancia y % de degradación

Muestra	Nombre	Absorbancia en t=0 min	Absorbancia en t=180 min	% de degradación
1	ZnO	1.0362	0.742	28.39
2	ZnO/CdS 1 día	1.0362	0.9161	11.59
3	ZnO/CdS 2 días	1.0362	0.7895	23.81
4	CdS/ZnO 1 día	1.0362	0.527	49.14
5	CdS/ZnO 2 días	1.0362	0.6628	36.03
6	CdS 1 día	1.0362	0.854	17.58
7	CdS 2 días	1.0362	0.9520	8.13
8	Inmersión/CdS 1 día (CdO)	1.0362	0.6545	36.84
9	Inmersión/CdS 2 días	1.0362	0.7870	24.05

Para poder apreciar mejor los valores de la tabla 1, en la figura 33 se muestra una gráfica de barras, en la cual, se aprecian los porcentajes de degradación de cada muestra. En esta figura se puede observar el contraste entre las multicapas combinadas y las no combinadas.

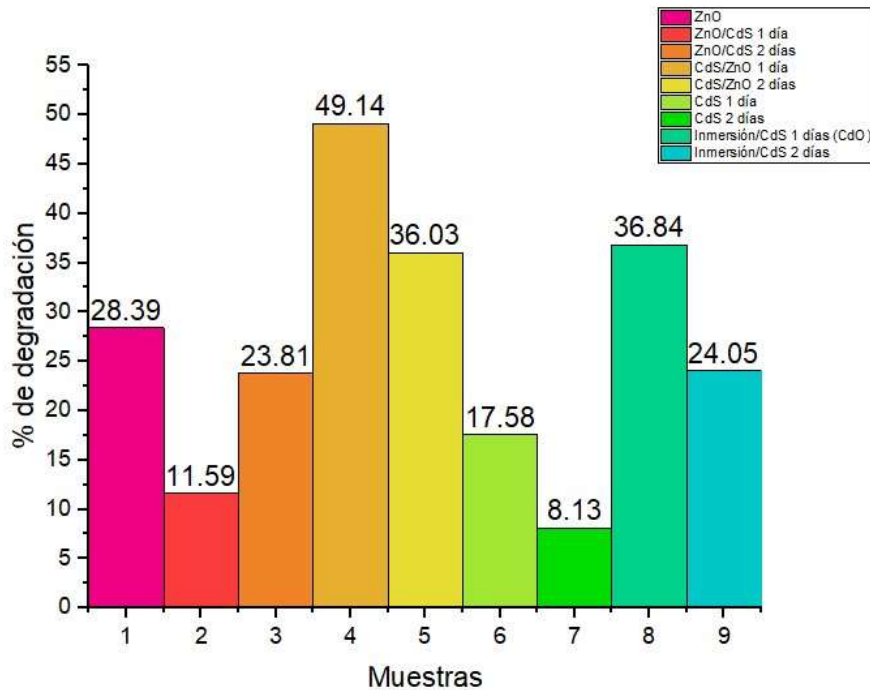


Figura 33. Gráfica de porcentaje de degradación de cada muestra

En general, es claro que la combinación adecuada de los 2 materiales si puede presentar una mejora en las propiedades fotocatalíticas del ZnO y el CdS. Este efecto se puede ver en las muestras 4, 5, y 8, las cuales presentaron un mayor porcentaje de degradación. Lo que implica que la combinación de diferentes materiales semiconductores en las condiciones adecuadas tiene el efecto deseado en las propiedades fotocatalíticas. Sin embargo, este no siempre es el caso, la combinación inadecuada de los materiales también puede afectar la fotocatalisis de manera negativa, esto se observó en la muestra 2, la cual presentó el menor porcentaje de degradación de todas las muestras probadas.

4. Reflexiones del alumno o alumnos sobre sus aprendizajes, las implicaciones éticas y los aportes sociales del proyecto

Durante el desarrollo de este proyecto, uno de mis aprendizajes más relevantes fue el uso, funcionamiento e importancia de la espectroscopia UV-vis. Aunque esta es una técnica de caracterización relativamente sencilla, sin ella, es desarrollo de este proyecto no hubiera sido posible. Al aprender y conocer sobre UV-vis, puse en práctica mis conocimientos en óptica y

caracterización de materiales. De esta manera, me familiaricé con el funcionamiento de este dispositivo y le pude sacar el mayor provecho.

Una de las técnicas de caracterización más comunes es la difracción de Rayos X. Desde el inicio de la carrera se habla sobre esta técnica y la información que proporciona. Sin embargo, hasta este proyecto tuve la oportunidad de caracterizar mis muestras mediante esta técnica y procesar y analizar los datos de la misma. Creo que estas habilidades son clave para mi formación como ingeniero en nanotecnología y es gracias a este proyecto que tuve mi primer acercamiento a esta técnica de caracterización.

Por último, uno de mis aprendizajes profesionales más importante fue el trabajo independiente. Durante este proyecto, tuve la oportunidad de ser guiado cuando es necesario y cuando lo necesité, pero también se me dio la oportunidad de tomar decisiones sobre el desarrollo del proyecto. Esto me ayudó a fomentar la búsqueda de información para la toma de decisiones adecuada, así como analizar situaciones y decidir la mejor ruta de trabajo.

- Aprendizajes sociales

Durante el desarrollo de este proyecto, me di cuenta de que la limpieza y remoción de contaminantes es un tema mucho más complejo de lo que parece. Las soluciones propuestas no solo deben ser efectivas de manera directa, sino que también deben tener en cuenta los efectos a largo plazo, así como balancear el bien que hace con las posibles consecuencias negativas. Es decir, no basta decir que ciertos materiales son capaces de limpiar un contaminante con tal eficiencia. Es importante pensar si la síntesis de esos materiales es un proceso sustentable, así como si el desecho de los mismos una vez usados causara más daños o contaminación adicional. El desarrollar un proyecto socialmente responsable requiere de planeación antes, durante y después de la ejecución, de otra manera nunca veremos los cambios que en realidad deseamos.

De igual manera, en el proceso de investigación, se trabajó con dichos contaminantes y se hacen muchas y variadas pruebas con ellas. Es importante recordar que, aunque se usan a poca escala, es necesario tener métodos apropiados de desecho, para así contribuir a las posibles soluciones si hacer más daño.

- Aprendizajes éticos

La ética y la moral se aplican en nuestra vida cotidiana. En este proyecto aprendí que para que la investigación cumpla su deber social, este debe llevarse a cabo con valores éticos y morales. En lo personal, este proyecto me ayudó a recordar que mi formación profesional está dirigida a contribuir a la mejora de la sociedad en la que vivo. México necesita más y mejor educación en sus ciudadanos. Por lo que, durante el resto de mi licenciatura, mis estudios posteriores y mi vida profesional deben estar enfocadas en promover y mejorar la educación tanto en mí como en los que me rodean.

- Aprendizajes en lo personal

Durante la licenciatura, entre clases y el paso de los semestres, a veces es fácil perder la visión de lo que queremos hacer y cómo queremos llegar ahí. Este proyecto me ayudó a recordar porque elegí mi carrera, así como mi pasión y gusto por ella. Recordé tengo muchas opciones de enfoque y que no es necesario ahogarme en un mar de posibilidades para tomar una decisión. El informarte, conocer y platicar con personas sobre diferentes temas es de gran ayuda para guiarte en tu desarrollo académico y profesional.

5. Conclusiones

El desarrollo de este proyecto fue satisfactorio y con un ritmo y comportamiento fijo y constante. Desde un inicio, se plantearon objetivos claros y concisos para este proyecto, y esto ayudó a tener un orden bien estructurado. Desde un inicio, la colaboración entre el personal del CUCEI e ITESO fue bastante eficiente, lo que permitió dar paso a un proyecto con buenos resultados.

Desde un inicio, uno de los objetivos más importantes era la combinación de los 2 materiales con los que se trabajó, para la mejora de sus propiedades fotocatalíticas. Se probaron muchas combinaciones para lograr esto, pero al final, se logró encontrar cuales fueron las más eficaces y cuales no lo son. En las mejores muestras, CdS/ZnO 1 día, inmersión/CdS 2 días, y CdS/ZnO 2 días, se lograron porcentajes de degradación del 49.14, 36.84, y 36.03 respectivamente, del azul de metileno presente, logrando combinar las propiedades de ambos materiales de manera exitosa. Aunque estas cifras sean bastante significativas, se espera una degradación mayor que el proceso sea realmente efectivo. Durante este proyecto, la irradiación fue de solamente 180 minutos. Ahora que se sabe cuáles son las muestras más efectivas, queda como trabajo a futuro el probar los límites de estas muestras, irradiando durante periodos de tiempo más largos y así conocer el verdadero potencial de ellas.

De igual manera, en procesos de fotocatálisis modernos, se busca que este proceso se dé con irradiación de luz visible, por así poder utilizar luz solar, lo que ayudaría al gasto energético y la facilidad del proceso. Queda también como trabajo pendiente el realizar pruebas de fotodegradación en presencia de luz visible.

En este proyecto, aunque no estuvo planeado, también se hicieron pruebas de fotodegradación con CdO. Este resultó ser un muy buen fotocatalizador, presentando el segundo mayor porcentaje de degradación. Anteriormente, en CUCEI no se había realizado la síntesis de capas de CdO usando este método, pero ahora ya se sabe que este es causado por la temperatura en la que se da el tratamiento térmico. Este es nuevo conocimiento que se deja para proyectos futuros. Se planea, en la segunda parte de este proyecto, el realizar pruebas de fotocatálisis con los mismos materiales, pero en forma de polvos, puesto a que estos también presentan un gran potencial. Ahora que ya se sabe sobre el proceso de síntesis de CdO, se planea replicar las síntesis aquí hechas, pero aplicas a polvos, y así observar cómo

diferentes temperaturas del tratamiento térmico afectan el compuesto que se forma y las propiedades fotocatalíticas del mismo.

En fin, este proyecto permitió que el estudiante adquiriera aprendizajes profesionales, éticos y sociales, que le ayudaron en su desarrollo personal y humano. De igual manera, se dio paso al desarrollo de habilidades de experimentación y obtención de resultados sobre un tema de gran relevancia social e interés científico. Por último, se abrieron más panoramas para siguientes proyectos que seguirán fomentando la investigación, la sustentabilidad y el compromiso social de desarrollar proyectos de esta naturaleza.

6. Bibliografía

1. *Sol-Gel-Derived Doped ZnO Thin Films: Processing, Properties, and Applications*. **Naeem, Asad Mahmood and Abdul**. s.l. : IntechOpen, 2017. 10.5772/67857.
2. *Effect of Annealing on the Properties of Nanocrystalline CdS Thin Films Prepared by CBD Method*. **Djelloul, A., Adnane, M., Larbah, Y., Zerdali, M., Zegadi, C., & Messaoud, A.** s.l. : Journal of nano- and electronic physics, 2016. 2, 02005.
3. *A comprehensive review of ZnO materials and devices*. **Özgür, Ü., Alivov, Y. I., Liu, C., Teke, A., Reshchikov, M., Doğan, S., ... & Morkoc, H.** s.l. : Journal of applied physics., 2005. 98(4), 11.
4. *Recent advances in low temperature, solution processed morphology tailored ZnO nanoarchitectures for electron emission and photocatalysis applications*. **Maiti, S., Pal, S., & Chattopadhyay, K. K.** s.l. : CrystEngComm, 2015. 17(48), 9264-9295..
5. *Synthesis, characterization and application of cds/zno nanorod heterostructure for the photodegradation of rhodamine b dye*. **Adegoke, K. A., Iqbal, M., Hitler, L., & Bello, O. S.** s.l. : Materials Science for Energy Technologies., 2019.
6. *Hollow Zn x Cd 1– x S nanospheres with enhanced photocatalytic activity under visible light*. **in, Y., Zhang, H., Song, C., Wang, L., Lu, Q., & Gao, F.** s.l. : Scientific reports, 2016. 6, 29997..
7. *Heterogeneous Photocatalysis: Recent Advances and Applications*. **Ibhadon, A., & Fitzpatrick, P.** s.l. : Catalysts, 2013. 3(1), 189-218.
8. *Fotocatálisis: inicio, actualidad y perspectivas a través del tio2*. **Nevárez-Martínez, M. C., Espinoza-Montero, P. J., Quiroz-Chávez, F. J., & Ohtani, B.** s.l. : Avances en Química , 2017. 12(2-3), 45-59.
9. **SEMADET**. *Plan de Educación y Cultura Ambiental del Estado de Jalisco*. . 2018. ISBN 978-607-97786-9-9.
10. **INEGI**. *ESTADÍSTICAS A PROPÓSITO DEL DÍA MUNDIAL DEL MEDIO AMBIENTE (5 DE JUNIO)*. 2018. Comunicado de prensa num. 260/18.
11. *Eliminación de contaminantes orgánicos emergentes mediante fotocátalisis heterogénea con TiO2, empleando luz solar* . **Brito, Silvia Gelover Santiago y Agustín Montes**. s.l. : IMTA.
12. **IMTA, SEMARNAT &**. *Eliminación de contaminantes orgánicos emergentes mediante fotocátalisis heterogénea con TiO2, empleando luz solar*. n/a. <https://www.imta.gob.mx/eliminacion-de-contaminantes-organicos-emergentes-mediante-fotocatalisis-heterogenea-con-tio2-empleando-luz-solar>.
13. **Gonzales, Enrique**. *El ITESO y la Semadet trabajan en norma ambiental*. 2014. https://noticias.iteso.mx/fr/web/general/detalle?group_id=1233139.
14. *Heterogeneous photocatalysis: recent advances and applications*. **Ibhadon, A., & Fitzpatrick, P.** s.l. : Catalysts 3, 2013, Vols. 189-218.

15. **Goldsby, Raymond Chang & Kenneth.** *Química* . s.l. : McGrawHill, 2017.
16. *Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants.* . **Herrmann, J. M.** s.l. : Catalysis today, , 1999, Vols. 53(1), 115-129.
17. *Nanomaterials as Catalysts.* **Ashik, U. P. M., Viswan, A., Kudo, S., & Hayashi, J. I.** s.l. : Applications of Nanomaterials , 2018.
18. *Heterogeneous photocatalysis: recent advances and applications.* . **Ibhadon, A., & Fitzpatrick, P.** s.l. : Catalysts, 2018, Vols. 3(1), 189-218.
19. *PELÍCULAS DELGADAS DE TiO₂ MODIFICADO CON Co PARA SU APLICACIÓN EN SISTEMAS ELECTROCATALÍTICOS Y FOTOCATALÍTICOS.* **ALVAREZ, JONATAN PÉREZ.** s.l. : Universidad autónoma del Estado de México.
20. **Ultrawave.** What is ultrasonic cleaning? *Ultrawave.* [Online] [Cited: 06 28, 2019.] <https://www.ultrawave.co.uk/support/ultrasonic-technology/>.
21. **Limplus Clinical Lab Instruments** Ultrasonic Cleaning System 900W With Heater Adjust. *Limplus.* [Online] [Cited: 06 28, 2019.] <http://www.limplusonic.com/sale-8457364sonication-bath-6l-liter-lab-ultrasonic-cleaner-for-surgical-instruments.html>.
22. *Sol-gel process and its application in Nanotechnology* . **Sajjadi, Seyed Pooyan.** s.l. : Journal of Polymer Engineering and Technology, 2005, Vol. 13.
23. *SÍNTESIS DE XEROGELES DE SÍLICE COMO SOPORTE DE PARTÍCULAS DE HIDRO(ÓXIDOS) DE HIERRO PARA LA ADSORCIÓN DE ARSÉNICO PRESENTE EN SOLUCIÓN ACUOSA* . **Espinosa, Guillermo Andrade.** s.l. : INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y TECNOLÓGICA, A.C., 2011.
24. *Zinc Oxide—From Synthesis to Application: A Review* . **Kołodziejczak-Radzimska, A., & Jesionowski, T.** s.l. : Materials, 2014. 7(4), 2833-2881..
25. **Nair, P. K., Nair, M. T. S., Garcia, V. M., Arenas, O. L., Pena, Y., Castillo, A., ... & Hu, H.** . applications, Semiconductor thin films by chemical bath deposition for solar energy related. s.l. : Solar Energy Materials and Solar Cells, 1998. 52(3-4), 313-344.. 26. *Annealing effect on Cu₂S thin films prepared by chemical bath deposition.* . **More, P., Dhanayat, S., Gattu, K., Mahajan, S., Upadhye, D., & Sharma, R.** 2016 : AIP Conference Proceedings, Vol. Vol. 1728. No. 1, p. 020489.
27. **Huang, Jiaming.** *Síntesis de CdTe y contactos metálicos por láser pulsado para celdas solares del sistema CdS/CdTe.* s.l. : Universidad de Guadalajara, 2016.
28. **De Caro, Cosimo and Haller, Claudia.** *UV/VIS Spectrophotometry - Fundamentals and Applications.* 2015.
29. *Dark and photo-conductivity of doctor-bladed CZTS films above room temperature.* **Ghediya, P. R., & Chaudhuri, T. K.** s.l. : Journal of Physics D: Applied Physics, , 2015. 48(45), 455109..
30. *Degradation of Commercial Textile Dye by Fenton's Reagent under Xenon Beam Irradiation in Aqueous Medium* . **Rahman, M. M., Hasnat, M. A., & Sawada, K.** s.l. : Journal of Scientific Research, 2009. 1(1), 108-120..
31. *Ray Diffraction: Instrumentation and Applications.* **Bunaciu, Andrei A., Gabriela Udriștioiu, Elena and Aboul-Enein, Hassan.** s.l. : Critical reviews in analytical chemistry, 2015.
32. **Moore, L.E.** *Smart and. Solid State Chemistry An Introduction 4th edition.* 2012 : CRS Press.