

**UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ**

**Colegio de Ciencias e Ingeniería**

**Síntesis de un fotoánodo de Vanadato de Bismuto ( $\text{BiVO}_4$ )  
con Óxido de Hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y su Aplicación en la  
Degradación Foelectroquímica de Fenol**

**Olguer Saamy Salazar Pérez**

**Ingeniería Química**

Trabajo de fin de carrera presentado como requisito  
para la obtención del título de  
Ingeniero Químico

Quito, 13 de mayo del 2022

# **Universidad San Francisco de Quito USFQ**

**Colegio de Ciencias e Ingeniería**

## **HOJA DE CALIFICACIÓN DE TRABAJO DE FIN DE CARRERA**

**Síntesis de un fotoánodo de Vanadato de Bismuto ( $\text{BiVO}_4$ ) con  
Óxido de Hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y su Aplicación en la Degradación  
Fotoelectroquímica de Fenol**

**Olguer Saamy Salazar Pérez**

**Nombre del profesor, Título académico**

**José Ramón Mora, PhD**

Quito, 13 de mayo del 2022

**© DERECHOS DE AUTOR**

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en la Ley Orgánica de Educación Superior del Ecuador.

Nombres y apellidos: Olguer Saamyr Salazar Pérez

Código: 00200303

Cédula de identidad: 172571029-5

Lugar y fecha: Quito, 13 de mayo del 2022

## ACLARACIÓN PARA PUBLICACIÓN

**Nota:** El presente trabajo, en su totalidad o cualquiera de sus partes, no debe ser considerado como una publicación, incluso a pesar de estar disponible sin restricciones a través de un repositorio institucional. Esta declaración se alinea con las prácticas y recomendaciones presentadas por el Committee on Publication Ethics COPE descritas por Barbour et al. (2017) Discussion document on best practice for issues around theses publishing, disponible en <http://bit.ly/COPETHeses>.

## UNPUBLISHED DOCUMENT

**Note:** The following capstone project is available through Universidad San Francisco de Quito USFQ institutional repository. Nonetheless, this project – in whole or in part – should not be considered a publication. This statement follows the recommendations presented by the Committee on Publication Ethics COPE described by Barbour et al. (2017) Discussion document on best practice for issues around theses publishing available on <http://bit.ly/COPETHeses>.

## **Agradecimientos**

Gracias a mis padres por brindarme siempre apoyo en todo sentido con el fin de siempre cumplir mis sueños. Gracias al Dr. José Mora y Dr. Juan Diego Fonseca por guiarme en mi camino universitario. Estoy muy agradecido con la USFQ por toda esa increíble etapa de mi vida y ser un dragón. A mis amigos de la misma universidad que siempre estuvieron a mi lado en las buenas y malas.

Gracias al Dr. Patricio Espinoza por abrirme sus puertas y permitirme ser parte de su grupo GEFA de electroquímica. Gracias a la Ing. Paulina Alulema por haber sido mi guía en toda esta nueva etapa de vida y siempre ayudarme incondicionalmente.

En especial, gracias a mi mentor Eren Yeager el cual me mostro que nunca debo mirar atrás a pesar de haber perdido todo. Siempre debo seguir firme y mantener mis ideales hasta tener la tan ansiada libertad.

**SHINZO WO SASAGEYO!**

## Resumen

La contaminación del agua es uno de los problemas de mayor preocupación a nivel mundial, ya que solo el 0,02% del agua total es agua dulce del planeta se encuentra disponible. Por este motivo, es importante el desarrollo de procesos de tratamiento que permitan eliminar eficientemente una gran variedad de contaminantes orgánicos presentes en el agua. Entre estos contaminantes, se destacan los compuestos fenólicos, los cuales son ampliamente utilizados en la industria, por lo que, su presencia en el agua es muy común. Entre los métodos de tratamiento estudiados se destacan los Procesos de Oxidación Avanzada (POAs), específicamente fotoelectrocatalisis (FEC), la cual ha mostrado ser eficiente para eliminar contaminantes orgánicos en el agua. En este trabajo se fabricó un fotoánodo de vanadato de bismuto ( $\text{BiVO}_4$ ) con óxido de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) sobre un electrodo de diamante dopado con boro (BDD) y su aplicación en la degradación de fenol.

Estos materiales fueron depositados utilizando un recubrimiento por el método de spin-coating y método SILAR, respectivamente. El fotoánodo de BDD/ $\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  se caracterizó mediante diversas técnicas de microscopia. mientras que su actividad fotoelectroquímica se investigó mediante voltamperometría cíclica y fotocorriente. Las caracterizaciones fisicoquímicas muestran que las nanopartículas de  $\text{BiVO}_4$  presentan elevada cristalinidad, con una morfología cuasi esférica y una composición porcentual de masa de 65,1% Bi, 17,70% V y 9,98% O. Adicionalmente, el electrodo modificado BDD/ $\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  muestra una mejor respuesta electroquímica, con un incremento de 40,0% en la respuesta de fotocorriente (0,145 mA), en comparación con el electrodo de BDD sin modificación (0,105 mA). Finalmente, el fotoánodo

estudiado muestra una excelente actividad fotoelectrocatalítica en el proceso de degradación de 100 mg L<sup>-1</sup> de fenol, alcanzando una eficiencia del 82,40 % a una intensidad de corriente de 0,002 A.

**Palabras Clave:** Tratamiento de agua, Fenol, Electroquímica, Fotoelectrocatalisis, Fotoánodo, Vanadato de bismuto, Óxido de Hierro.

## Abstract

World water is extremely limited, only 0.02% is fresh water. However, even though this percentage is extremely low, 4% of this total is contaminated. For this reason, it's necessary to find a method to remove contaminants within the water. Phenol is one of the most common molecules used in industry, so its presence in places where there is water is very common. Electrochemical methods such as advanced oxidation have been shown to be efficient in removing organic contaminants from water. For these reasons, a bismuth vanadate ( $\text{BiVO}_4$ ) photoanode was fabricated with an ultrathin layer of iron oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) on a boron-doped diamond (BDD) electrode for degradation or mineralization of organic contaminants. The BDD electrode has a better electroactive capacity, extremely useful for this study. The  $\text{BiVO}_4$  material is characteristic for favoring the degradation of organic components, while  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  favors the transfer of holes, efficiently avoiding recombination. These materials were deposited using spin coating method and successive ion layer reaction and adsorption based on spin coating (SILAR method) respectively. The  $\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  photoanode was characterized using techniques such as scanning electron microscopy, X-ray diffraction and X-ray photoelectron spectroscopy while its photoelectrochemical activity was investigated by cyclic voltammetry and photocurrent. The photoanode already characterized passed a phenol degradation test in which it showed an efficiency of 82.40% when degrading an initial concentration of 100 mg/L to 17.59 mg/L of phenol, respectively, with a current intensity of 0.002 A.

**Keywords:** Water pollution, water treatment, phenol, electrochemistry, advanced oxidation methods, photo electrocatalysis, photoanode, Bismuth Vanadate.



## TABLA DE CONTENIDO

1. Introducción.....	13
2. Metodología.....	18
2.1 Fabricación del fotoánodo BDD/BiVO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	18
2.1.1 Preparación del sustrato BDD.....	18
2.1.2 Preparación del BDD modificado con BiVO <sub>4</sub> .....	19
2.1.3 Preparación del BDD modificado con BiVO <sub>4</sub> .....	19
2.2 Caracterización Superficial y Electroquímica del fotoánodo BDD/BiVO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	20
2.2.1 Caracterización superficial.....	20
2.2.2 Caracterización electroquímica.....	20
2.3 Aplicación del fotoánodo.....	21
3. Resultados...../.....	21
3.1 Fabricación del fotoánodo (BDD/BiVO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	21
3.2 Caracterización Superficial y Electroquímica del (BDD/BiVO <sub>4</sub> /Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) .....	22
3.3 Degradación de fenol empleando el fotoánodo preparado.....	27
4. Observaciones y Recomendaciones.....	28
5. Conclusiones.....	29
6. Referencias.....	31
7. Anexos.....	35

7.1. Anexo A: Voltamperometría Cíclica en un medio 2 nM ( $C_6N_6FeK_3$ ), ( $C_6FeK_4N_6$ ) para comprobar la estabilidad del tratamiento catódico al BDD .....	35
7.2. Anexo B: Tabla de una Voltamperometría Cíclica en un medio 2 nM ( $C_6N_6FeK_3$ ), ( $C_6FeK_4N_6$ ) para la obtención del área electroactiva .....	35
7.3. Anexo C: Resultados EDS para el fotoánodo BDD/ $BiVO_4$ .....	36
7.4. Anexo D: Tabla de promedio del tamaño de partícula EDS para el fotoánodo BDD/ $BiVO_4$ .....	36
7.5. Anexo E: Tabla de Resultados micrografía SEM para el fotoánodo BDD/ $BiVO_4$ .....	38
7.6. Anexo F: Valores de micrografía SEM para el fotoánodo BDD/ $BiVO_4$ de elementos dentro del BDD.....	38
7.7. Anexo G: Formula empírica para el fotoánodo BDD/ $BiVO_4$ .....	39
7.8. Anexo H: Curva de calibración $Na_2SO_4$ .....	39
7.9. Anexo I: Concentración y eficiencia de la degradación del BDD/ $BiVO_4$ .....	40

## ÍNDICE DE TABLAS

1.	Tabla 1. Resultados EDS BDD/BiVO <sub>4</sub> .....	36
2.	Tabla 2. Promedio del tamaño de partícula EDS para el fotoánodo BDD/BiVO <sub>4</sub> .....	36
3.	Tabla 3. Resultados micrografía SEM para el fotoanodo BDD/BiVO <sub>4</sub> .....	38
4.	Tabla 4. Valores de micrografía SEM para el fotoanodo BDD/BiVO <sub>4</sub> de elementos dentro del BDD.....	38
5.	Tabla 5. Formula empírica para el fotoanodo BDD/BiVO <sub>4</sub> .....	39
6.	Tabla 6. Concentración y eficiencia de la degradación del BDD/BiVO <sub>4</sub> .....	40

## ÍNDICE DE FIGURAS

1. Figura 1. Posiciones de bandas del $\text{BiVO}_4$ y $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .....	17
2. Figura 2. Fotografías de los Fotoánodo ( $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) a escala normal.....	22
3. Figura 3. Voltamperograma de 0,1 M $\text{Na}_2\text{SO}_4$ en BDD (azul), $\text{BDD}/\text{BiVO}_4$ (rojo) y $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ (negro).....	24
4. Figura 4. Fotocorriente a +1,5 V (vs. $\text{Ag}/\text{AgCl}$ ) en BDD, $\text{BDD}/\text{BiVO}_4$ y $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ en $\text{Na}_2\text{SO}_4$ en un potencial de +1,50 V.....	24
5. Figura 5: Difractograma XRD de BDD $\text{BiVO}_4$ .....	25
6. Figura 6: Imágenes SEM del electrodo BDD y $\text{BDD}/\text{BiVO}_4$ .....	26
7. Figura 7: Micrografía SEM para BDD/ $\text{BiVO}_4$ , caracterización EDS para BDD/ $\text{BiVO}_4$ .....	26
8. Figura 8: Espectro de Absorción de degradación del Fenol en el electrolito $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .....	27
9. Figura 9: Degradación del fenol en el electrolito $\text{Na}_2\text{SO}_4$ con un fotoánodo $\text{BDD}/\text{BiVO}_4$ .....	27
10. Figura 10: Voltoamperometria Ciclica en un medio 2 nM ( $\text{C}_6\text{N}_6\text{FeK}_3$ ), ( $\text{C}_6\text{FeK}_4\text{N}_6$ ) para comprobar la estabilidad del tratamiento catódico al BDD.....	35
11. Figura 11: Tabla de una Voltamperometría Ciclica en un medio 2 nM ( $\text{C}_6\text{N}_6\text{FeK}_3$ ), ( $\text{C}_6\text{FeK}_4\text{N}_6$ ) para la obtención del área electroactive.....	35
12. Figura 12: Curva de calibración $\text{Na}_2\text{SO}_4$ .....	39

## 1. Introducción

La contaminación del agua es uno de los principales problemas ambientales en el mundo, aproximadamente el 2.4% del agua total es agua dulce, la cual está distribuida en glaciares, acuíferos, ríos y arroyos (WWAP, 2019); es decir, el agua dulce disponible es muy limitada. Esto representa un problema importante considerando especialmente que este es un recurso vital para todos los seres vivos. Adicionalmente, el agua es un recurso invaluable no renovable, sin embargo, existe un alto grado de contaminación de fuentes hídricas. Se estima que diariamente se contaminan alrededor de 600 litros de agua debido a la descarga de efluentes industriales sin un tratamiento previo (WWAP, 2019). Por este motivo, se han detectado una amplia variedad de contaminantes orgánicos persistentes en el agua, lo cual representa un riesgo para los ecosistemas y la salud humana.

Entre los contaminantes orgánicos más encontrados en ecosistemas acuáticos se encuentran los compuestos fenólicos, los cuales son ampliamente utilizados en actividades industriales (Espinoza et al., 2020). Por esta razón, su presencia en el agua es una de las problemáticas más frecuentes a nivel mundial, debido a que se han identificado diversos efectos toxicológicos en seres humanos y organismos acuáticos (Espinoza et al., 2020). Por tal motivo, es importante el desarrollo de procesos de tratamiento que permitan eliminar eficientemente los compuestos fenólicos presentes en el agua.

A lo largo del tiempo, se han desarrollado técnicas convencionales de tratamiento de agua para eliminar el fenol, entre ellos se destacan la filtración por membranas, filtración por carbón activado, ozonización, biodegradación, entre otros (Villegas et al., 2016). Generalmente, los procesos convencionales de tratamiento no alcanzan una eficiente remoción de compuestos orgánicos complejos, además, tienden a ser procesos aditivos, es decir, transfieren un contaminante de una matriz a otra, y requieren de un alto costo de mantenimiento. Por ende, se requiere de procesos de tratamientos que faciliten la remoción de compuestos orgánicos de una manera eficiente. Entre estos procesos se destacan las técnicas electroquímicas o también conocidos como Procesos de Oxidación Avanzada (POAs), los cuales han demostrado ser procesos eficientes para eliminar compuestos orgánicos del agua (Espinoza et al., 2017).

Los POAs reúnen numerosas técnicas basadas en la formación *in situ* de oxidantes fuertes. Entre estos, se destaca el radical hidroxilo ( $\cdot\text{OH}$ ) el cual juega un rol importante en los POAs debido a sus altos potenciales de oxidación (2.8 V vs. ENH). Este es altamente reactivo y no selectivo por lo que puede oxidar y descomponer la materia orgánica hasta su total mineralización, es decir, convertir los compuestos orgánicos en  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  y sales inorgánicas. Entre los POAs, se destaca la fotoelectrocatalisis (FEC), la cual consiste en la aplicación de un potencial a una película semiconductor formada sobre un ánodo que actúa como conductor para evitar la recombinación de los pares electrón/hueco generados por la irradiación del fotocatalizador con energía igual o superior al band-gap, de esta forma se favorece la formación de  $\cdot\text{OH}$  que son los responsables de la degradación o mineralización de contaminantes orgánicos en medio acuoso (Alulema et al., 2021).

En la FEC, se conoce la importancia de los fotoánodos, los cuales están constituidos por un material conductor, sobre el cual se deposita un material semiconductor con propiedades fotocatalíticas. Este semiconductor posee una banda de conducción (BC) y una banda de valencia (BV) separadas por una diferencia de energía conocido como band-gap. Cuando el semiconductor es irradiado con energía igual o superior al band-gap, los electrones de la BV migran hacia la BC generando de esta forma pares electrón/hueco. Sin embargo, estos pares electrón/hueco tienden a recombinarse, lo cual afecta a la efectividad de un proceso fotocatalítico. Por tanto, al evitar la recombinación de cargas en la FEC se favorece la formación de huecos en la BV, donde se generan especies oxidantes como los  $\cdot\text{OH}$  (Nahed et al., 2018). De esta manera, la FEC permite evitar la recombinación de las cargas y optimizar un proceso de degradación de contaminantes (Alulema et al., 2017).

Se ha encontrado que para maximizar la eficiencia de la PEC existen materiales que facilitan y optimizan los resultados de este nuevo método de tratamiento de aguas. Entre estos materiales se destacan los electrodos de diamante dopado con boro (BDD, por sus siglas en inglés), los cuales son efectivos en el desempeño del tratamiento de aguas. Esto es debido a que los electrodos de BDD poseen un ancho de banda más amplio, es buen conductor, posee una estabilidad microestructura, una resistencia a la adsorción molecular y una amplia ventana de potencial de trabajo (Cornejo et al., 2019). Con el fin de optimizar la eficiencia de los electrodos de BDD, este electrodo se ha modificado con materiales fotocatalíticos como el  $\text{TiO}_2$  (Matloz, 2010), sin embargo, para este fotocatalizador se requiere luz ultravioleta para favorecer la respuesta fotocatalítica del semiconductor, lo cual podría dificultar la escalabilidad de un proceso. Por tal

motivo, se requieren de materiales que presentan actividad fotocatalítica bajo incidencia de luz visible (Sigcha-Pallo et al., 2022).

Entre estos materiales, se destaca el vanadato de bismuto ( $\text{BiVO}_4$ ), el cual es un semiconductor tipo-n que se ha destacado en la degradación de contaminantes orgánicos debido a su característica de absorción de luz visible significativa y su banda de valencia minúscula (2,4 eV) (Xia et al., 2017). Similarmente, el compuesto de óxido de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) a más de tener un bajo costo y ser amigable con el medio ambiente, tiene su banda de valencia (band-gap) por debajo del  $\text{BiVO}_4$  como se puede ver en la Fig. 1. De esta forma, se ha encontrado que la heterunión de dichos materiales facilitará la separación de carga (Xia et al., 2017). Esto ocasiona que la recombinación de los pares electrón/hueco disminuya. Además, el nivel Fermi de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  es más bajo que el de  $\text{BiVO}_4$ , por lo que, en la formación de contacto los electrones mencionados serán transferidos de tal manera que se genere un equilibrio termodinámico, generando una zona de agotamiento de electrones y facilitando la transferencia de pares electrón/hueco (Xia et al., 2017). Gracias a esto, inclusive se puede bajar el requerimiento energético y vencer la brecha de energía del band-gap mencionada anteriormente.



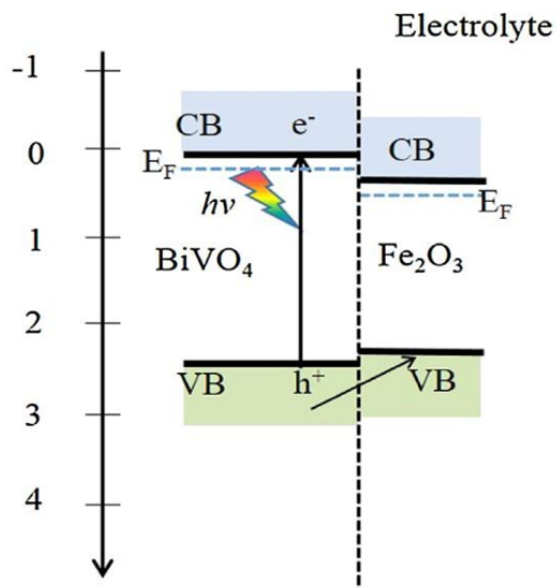


Figura 1: Posiciones de bandas del  $\text{BiVO}_4$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (Xia et al., 2017).

Con base en lo antes mencionado, el presente trabajo consistió en estudiar la síntesis de un fotoánodo de BDD modificado con  $\text{BiVO}_4$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ( $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y su aplicación en la degradación de fenol. Este trabajo se dividió en tres etapas: i) preparación de un fotoánodo de  $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  mediante el método de spin – coating y el método de adsorción y reacción de capas iónicas sucesivas (SILAR), ii) caracterización electroquímica y morfológica del fotoánodo mediante voltamperometría cíclica ( $i$  vs.  $E$ ) y cronoamperometría ( $i$  vs.  $t$ ), Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Difracción de Rayos-X (XRD) y Espectroscopía de Energía Dispersa (EDS), los cuales fueron necesarios para comprender las propiedades y características del BDD y ( $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) preparado, y finalmente, iii) degradación de fenol en medio acuoso a fin de determinar la funcionalidad del fotoánodo ( $\text{BDD}/\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) en un proceso de degradación de contaminantes orgánicos.

## 2. Metodología

Los análisis fueron realizados en los laboratorios de Química del Paseo San Francisco de la Universidad San Francisco de Quito y en los laboratorios del Grupo de Electroquímica Fundamental y Aplicada (GEFA) de la Pontificia Universidad Católica del Ecuador. Los experimentos se dividen en: preparar un fotoánodo combinado de vanadato de bismuto con óxido de hierro, caracterizar la respuesta electroquímica y propiedades morfológicas del fotoánodo, y finalmente determinar la efectividad del fotoánodo en la degradación del fenol en el agua.

### - Reactivos

Los reactivos empleados en el proceso experimental fueron adquiridos en Sigma Aldrich. Ácido Perclórico ( $\text{HClO}_4$ , 69%), Metavanadato de Amonio ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ , 97%), Nitrato de Bismuto pentahidratado ( $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , 98%), Ferrocianuro de Potasio ( $\text{C}_6\text{N}_6\text{FeK}_3$ , 98%), Ferricianuro de Potasio ( $\text{C}_6\text{FeK}_4\text{N}_6$ , 98%), Sulfato de Sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , 99%), Ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ , 65%), Nitrato de Hierro nanohidratado ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , 99%) e Hidróxido de Sodio ( $\text{NaOH}$ , 98%).

### 2.1 Fabricación del fotoánodo BDD/ $\text{BiVO}_4$ / $\text{Fe}_2\text{O}_3$

#### 2.1.1. Preparación del sustrato BDD

Previo a la modificación, el sustrato (BDD) se preparó mediante sonicación y limpieza electroquímica. Esto consistió en un lavado en 0,5 M  $\text{HClO}_4$  por 20 min en el ultrasonido marca Branson Ultrasonics™ CPX-952-138R y una limpieza electroquímica catódica en 0,5 M  $\text{HClO}_4$

por 1 hora utilizando grafito como contraelectrodo manteniendo valores estables de 0,02 A y 4,8 V en una fuente de poder DC marca Gw Instek GPR- 3510HD de 350 watts. Finalmente, se dejó secar en aire por 20 min para su posterior caracterización.

### ***2.1.2. Preparación del BDD modificado con $\text{BiVO}_4$***

Se preparó una solución precursora con 0,3 M de bismuto y vanadato respectivamente. Esto se lo realizó disolviendo  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  y  $(\text{NH}_4\text{VO}_3)$  en 2M de  $\text{HNO}_3$  en solución acuosa. La solución precursora fue aplicada mediante spin-coating sobre el BDD en un Spin Coating System (SCS) para formar el fotoánodo de BDD/ $\text{BiVO}_4$ . Posteriormente, la muestra fue dejada secar en una plancha marca MTOPE<sup>R</sup> MS300HS a 450 °C sobre un crisol por 20 min. Como último paso, la muestra fue calcinada en un horno de secado 20L marca Goldburn de 450 W a 450 °C por 3 h con una velocidad de calentamiento y enfriado de 1 °C/min.

### ***2.1.3. Preparación del BDD modificado con $\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$***

El fotoánodo BDD/ $\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  fue fabricado utilizando el método SILAR. Para ello, fue necesario preparar 2 soluciones precursoras, la primera fue 0,1 M  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  y la segunda 0,1 M de NaOH; ambas soluciones en solución acuosa. Seguidamente, estas dos soluciones fueron depositadas sucesivamente sobre el electrón ya modificado con  $\text{BiVO}_4$  mediante spin-coating para formar 1 capa del material. Luego, por cada capa depositada, la muestra fue secada en el aire por 20 min y calcinada en un horno de secado 20 L marca Goldburn de 450 W a 450 °C por 2 h con una velocidad de calentamiento y enfriado de 1 °C/min.

## **2.2 Caracterización superficial y electroquímica del fotoánodo BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

### ***2.2.1 Caracterización superficial***

Las imágenes SEM y EDS del electrodo de BDD y el fotoánodo de BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> fueron realizadas en un microscopio electrónico TESCA N MIRA 3. Posteriormente, el patrón de difracción de rayos X fue realizado en un Difractómetro Empírico Panalytical.

### ***2.2.2 Caracterización electroquímica***

La caracterización electroquímica, se realizó en una celda electroquímica de 10 mL compuesta de tres electrodos, empleando BDD y BDD modificado como electrodo de trabajo, Ag/AgCl como electrodo de referencia y grafito como contraelectrodo. Se caracterizó mediante voltametría cíclica en 2 mM K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]/K<sub>4</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>]. Previamente, se burbujeó con gas nitrógeno (N<sub>2</sub>), se empleó un potenciostato de mano marca CH Instruments serie 8011230 para realizar las mediaciones voltamperométricas a distintas velocidades (desde 0,025 mV/s hasta 0,40 mV/s). Adicionalmente, se realizó el mismo procedimiento en 0,1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 0,1 mV/s para determinar los potenciales requeridos para mediciones de fotocorriente. Finalmente, con la solución de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se realizó la técnica de fotoamperometría en 0,1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> durante 120 segundos, empleando una lámpara de luz visible de 6W marca SYLVANIA GU10.

### 2.2.3 Aplicación del fotoánodo

La aplicación del fotoánodo se estudió en la degradación del compuesto orgánico fenol (100 mg/L) en el electrolito 0,1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, utilizando la técnica de fotoelectrocatalisis. Para esto, fue necesario preparar 10 mL de una solución de fenol a 100 ppm en 0,1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. La degradación de fenol se estudió en una celda electroquímica de dos electrodos compuesta por BDD/BiVO<sub>4</sub> como ánodo y grafito como cátodo conectado a una fuente de poder marca RADICAL AC/DC con irradiación de luz visible. La degradación de la solución de fenol se realizó durante 120 min aplicando 2 mA/cm<sup>2</sup>. Finalmente, la concentración del fenol se determinó mediante espectrofotometría en UV-Vis.

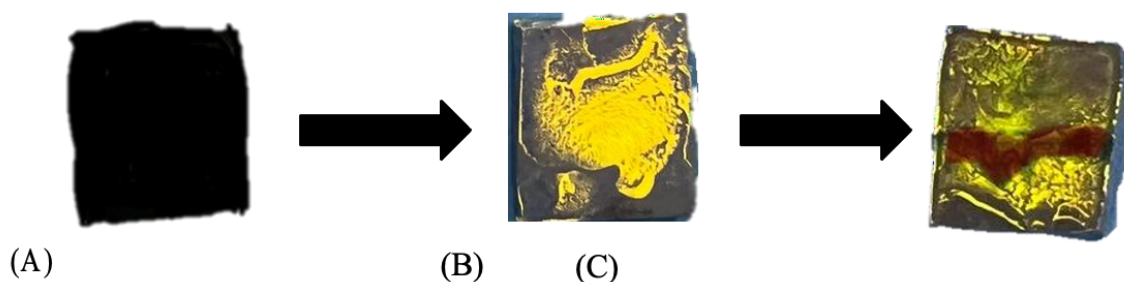
## 3. Resultados

### 3.1 Fabricación del fotoánodo (BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

La figura 2 muestra el fotoánodo (BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) fabricado a través de la síntesis *in-situ* del BiVO<sub>4</sub> empleando una solución precursora, y el método SILAR para la síntesis de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ambos precursores fueron aplicados mediante spin-coating (Widmann et al., 2010). Como se puede apreciar en la Figura 2A, el electrodo BDD muestra un color negro característico de este material, por el contrario en la figura 2B evidencia la formación de una película de color amarillo que corresponde al BiVO<sub>4</sub>; esto es lo que se esperaba debido a que el método de spin-coating dispersó el precursor para la formación de BiVO<sub>4</sub> el cual estaba compuesto por NH<sub>4</sub>VO<sub>3</sub> y Bi(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O. Sin embargo, a simple vista se identifican zonas en el electrodo BDD donde se

evidencia una mayor concentración de  $\text{BiVO}_4$ , lo cual implica una deposición no uniforme del precursor.

Adicionalmente, en la Figura 2C se aprecia un color rojizo ladrillo en la superficie del electrodo modificado, lo cual ocurre debido a la formación del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Se evidencia un color más intenso en la parte central del fotoánodo debido a una mayor concentración del  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en esta zona. Esto se atribuye a la formación de una capa no homogénea de los precursores empleados para la síntesis de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Por tanto, se recomienda aumentar el número de capas para lograr la formación de una capa homogénea de los precursores, así como también, incrementar el tiempo de secado de cada capa para asegurar una mejor adherencia del material en el electrodo, y así evitar el desprendimiento de la superficie del electrodo BDD (Foster et al., 2015).



*Figura 2: Fotografías de los Fotoánodo (BDD/  $\text{BiVO}_4$ /  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) a escala normal*

### 3.2 Caracterización superficial y electroquímica del (BDD/ $\text{BiVO}_4$ / $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )

La Figura 3 muestra la voltamperometría cíclica del fotoánodo realizado en una disolución 0,1 M de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Se estudió en una ventana de trabajo de 0,0 a 2,0 V, a 0,10 V/s a una sensibilidad de  $1 \cdot 10^{-3}$  A/V con 20 segmentos definidos. Se evidencia que con el fotoánodo de BDD/ $\text{BiVO}_4$ / $\text{Fe}_2\text{O}_3$

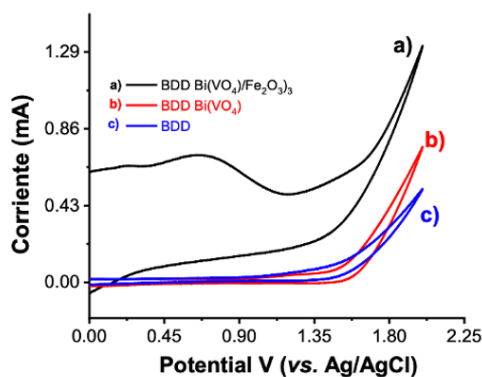
existe un cambio en la respuesta electroquímica del  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , en comparación con la respuesta típica en un electrodo de BDD, lo cual se debe a la modificación de la superficie debido a que estos materiales mejoran la respuesta generando que los picos de oxidación se produzcan a un potencial más bajo.

En el caso del  $\text{BDD/BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  podemos apreciar un cambio significativo en la respuesta del electrodo, esto se debe a que este material, al ser un metal, mejora la respuesta electroquímica de la superficie del electrodo generando un cambio en el potencial al cual empieza la formación de oxígeno (Kumar, et al. 2017). Se evidencia que en el caso del BDD el potencial al cual empieza la formación de oxígeno corresponde a 1,50 V, mientras que, en los electrodos modificados, este potencial se reduce a 1,45 V. Con base a la figura 3, se determinó el potencial adecuado para la caracterización de los materiales mediante cronoamperometría.

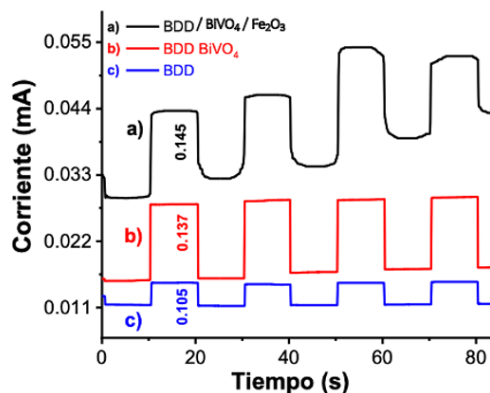
En la Figura 4 se muestra la respuesta de fotocorriente de los tres electrodos empleados en la experimentación. Se evidencia un incremento de la fotocorriente generada en cada uno de los electrodos cuando es irradiado con luz visible, debido a la actividad fotocatalítica del material estudiado, lo cual evidencia una adecuada separación de carga en los pares-electrón hueco entre las BV y BC del fotocatalizador (Chai et al., 2015). El valor más alto de fotocorriente se presentó en el fotoánodo  $\text{BDD/BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  con un valor de 0,145 mA, mientras que, en el  $\text{BDD/BiVO}_4$  se obtuvo un valor de 0,137 mA obteniendo un aumento relativamente importante en relación con el BDD con un aumento del 30,0% y 40,0%, respectivamente. En el BDD se presenta un valor de fotocorriente de 0,105 mA. Este aumento de fotocorriente en los electrodos ocurre debido a la heterounión entre estos materiales. Por tanto, el aumento de cargas y la reducción en la

recombinación de los portadores de carga fotogenerados se lograron mediante la formación de BDD/BiVO<sub>4</sub> y su respuesta mejoró con una capa de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

A pesar de que la respuesta de fotocorriente en el BDD/BiVO<sub>4</sub> es muy similar al BDD, estos presentaron una ligera diferencia con la respuesta de fotocorriente del fotoánodo de BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Sin embargo, de acuerdo con Mir et al., 2020 la respuesta de una capa de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> añadida al electrodo de BDD/BiVO<sub>4</sub> tiene una tendencia a aumentar la fotocorriente debido a que probablemente están ocurriendo una reacción de oxidación del agua a menores potenciales de los estudiados, es decir, en este material se necesitaría un menor potencial a +1,5 V (Mir et al., 2020).



**Figura 3:** Voltamperograma de 0,1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en BDD (azul), BDD/BiVO<sub>4</sub> (rojo) y BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (negro)



**Figura 4:** Fotocorriente a +1,5 V (vs. Ag/AgCl) en BDD, BDD/BiVO<sub>4</sub> y BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en un potencial de +1,50 V

En la Figura 5 se muestra el patrón de difracción de Rayos X del BiVO<sub>4</sub> (simulado), electrodo de BDD y el fotoánodo BiVO<sub>4</sub>/BDD. Se observa que los difractogramas tanto del material de BiVO<sub>4</sub> como con el BDD se correlacionan con los picos observados en el difractograma del BDD/BiVO<sub>4</sub>. Por lo que, los patrones de difracción muestran que



efectivamente se depositó el material sobre el electrodo de BDD. Cabe mencionar que las señales de los picos presentes en el BDD/BiVO<sub>4</sub> son notablemente intensas debido a que existen áreas del BDD no están cubiertas por la capa de BiVO<sub>4</sub> (Yuan et al., 2010). Finalmente, existe un pico pronunciado apreciable en 34 grados aproximadamente. La razón de este pico se atribuye a la morfología diferente que posee cada electrodo BDD ya que no se usó el mismo electrodo modificado para esta medición (Rodrigo, 2012).

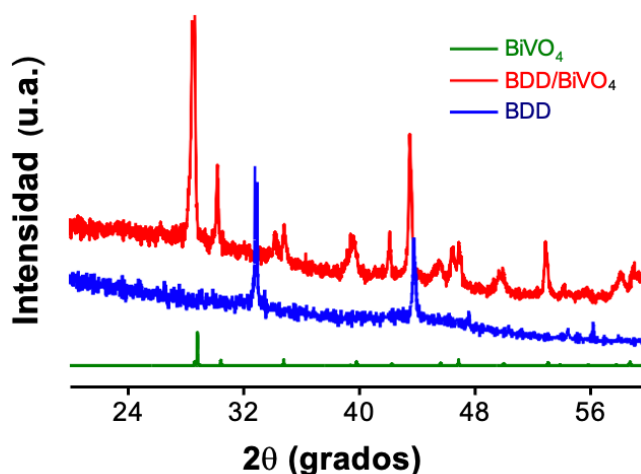


Figura 5: Difractograma XRD de BDD BiVO<sub>4</sub>

La Figura 6 muestra las imágenes SEM del electrodo BDD y el fotoánodo BDD/BiVO<sub>4</sub>, en donde se puede distinguir una morfología granular característica del BDD (Montilla et al., 2014). Además, el electrodo modificado de BDD/BiVO<sub>4</sub> muestra una superficie no uniforme, con variaciones de tamaño de partículas en toda la superficie. Esto se debe a que se forman aglomerados del BiVO<sub>4</sub> con un crecimiento irregular sobre la superficie del BDD.

La espectroscopía de energía dispersiva (EDS) (Figura 7) muestra que la composición porcentual de masa en la superficie del electrodo modificado de BDD/ $\text{BiVO}_4$  es de 65,1% Bi, 17,70% V, 9,98% O y 2,28 C, corroborando así la presencia de  $\text{BiVO}_4$  en la superficie del BDD.

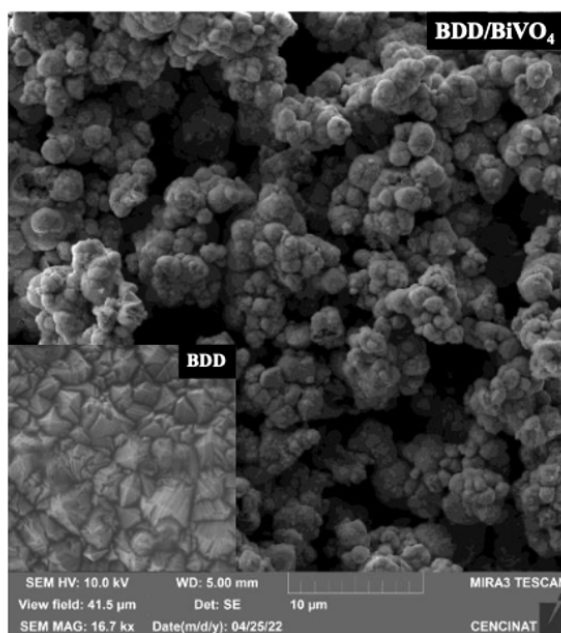


Figura 6: Imágenes SEM del electrodo BDD y BDD/ $\text{BiVO}_4$

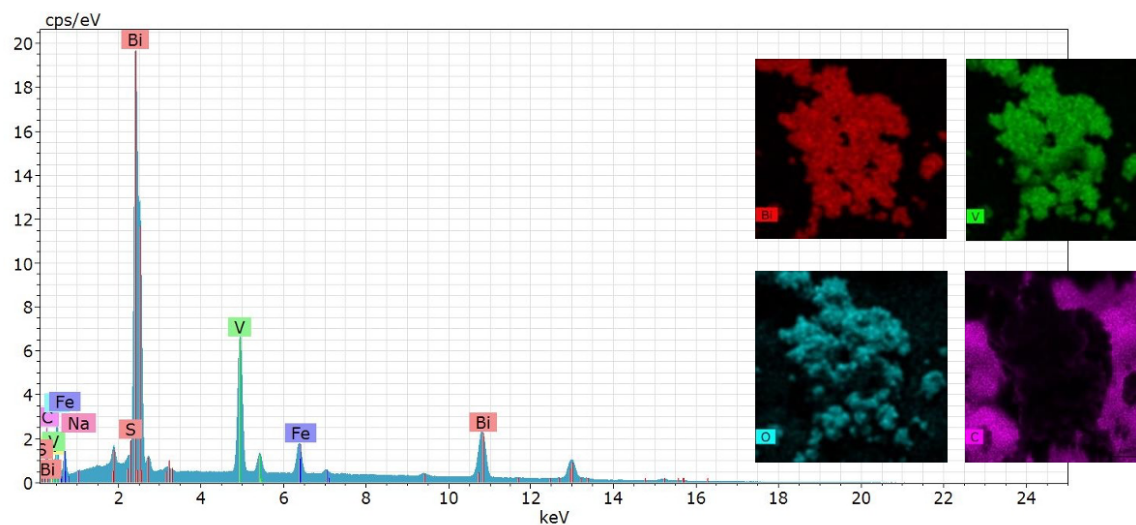


Figura 7: Micrografía SEM para BDD/  $\text{BiVO}_4$ , caracterización EDS para BDD/  $\text{BiVO}_4$

### 3.3 Degradación de fenol empleando el fotoánodo preparado

Finalmente, en la Figura 8 se obtuvo el espectro de adsorción de la degradación del fenol. Esta muestra el espectro de absorbancia vs. longitud de onda, donde se evidencia que el pico de absorbancia del fenol ocurre en 270 nm. Basado en la curva de calibración, la concentración de Fenol disminuyó aproximadamente 5 veces de la concentración inicial, representando una eficiencia de degradación del 82,4% en el caso del BDD/BiVO<sub>4</sub> y una eficiencia elevada teórica en el caso del BDD/BiVO<sub>4</sub>/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> demostrando que la degradación de Fenol se produjo.

Finalmente, la figura 9 demuestra la eficiencia de degradación en BDD/BiVO<sub>4</sub>. A comparación con la concentración inicial. La degradación con BiVO<sub>4</sub> añadido con un proceso fotoelectroquímico mejoró notablemente la degradación de compuestos orgánicos como el fenol en el agua. Esto abre una gran ventana de estudio a futuras uniones estables y que puedan mejorar este método para tratar agua contaminada.

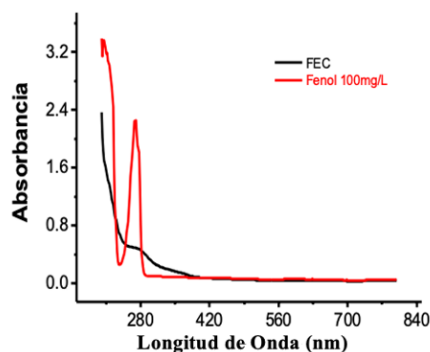


Figura 8: Espectro de Absorción de degradación del Fenol en el electrolito  $Na_2SO_4$

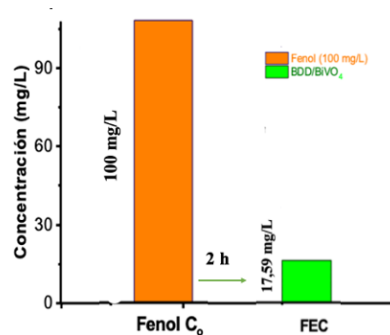


Figura 9: Degradación del fenol en el electrolito  $Na_2SO_4$  con un fotoánodo  $BDD/BiVO_4$

#### 4. Observaciones y Recomendaciones

En primer lugar, el tratamiento realizado en el BDD fue un tratamiento catódico de 1 hora aproximadamente. Sin embargo, no se recomienda sobrepasar dicho tiempo debido a que la respuesta en BDD comienza a alterarse obteniendo picos de oxidación desplazados hacia la derecha deformando la respuesta esperada en una solución 0,002 M  $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$ . No hizo falta más pretratamientos sobre el electrodo por lo que se recomienda realizar dicho tratamiento inclusive en un rango de 40 a 45 min con la posible mejoría en la respuesta del electrodo en voltamperometría cíclica. Posteriormente, dentro de la modificación del BDD/ $BiVO_4$  solo se aplicó una capa de deposición, con los posteriores ensayos en medios como  $Na_2SO_4$  y  $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$  en voltamperometría cíclica y fotocorriente se notó el desprendimiento del material en la superficie del reactor. Este desprendimiento puede evitarse añadiendo otra capa de soluciones precursoras del  $BiVO_4$  prolongando el tiempo de secado y calcinación 30 min más.

Adicionalmente, al momento de realizar la caracterización con  $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$  es posible generar reacciones secundarias indeseadas como el Azul de Prusia ( $Fe_4[Fe(CN)_6]_3$ ) la cual contamina al reactor y generan una deposición en la superficie del electrodo no deseada por lo que es necesario realizar una previa limpieza a todos los materiales e instrumentos que estén directamente relacionados con dicha caracterización para evitar la contaminación del medio. De igual manera, tomar en cuenta la deposición de  $Fe_2O_3$  debido a que sus soluciones precursoras son esencialmente líquidas por lo que, al momento de realizar su método de deposición realizarlo de una manera homogénea. A pesar de haber realizado solo 1 capa de deposición de dicho material las respuestas fueron considerables y favorables en el transcurso de este estudio. Sin embargo, es

recomendable realizar un total de 3 deposiciones de capas de los precursores de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  esto con el fin de maximizar las ventajas de dicho material evitando la recombinación pudiendo mejorar aún más el porcentaje eficiencia de degradación y disminuir la concentración del fenol en el agua (Xia et al., 2017).

## 5. Conclusiones

En resumen, el fotoánodo BDD/ $\text{BiVO}_4/\text{Fe}_2\text{O}_3$  empleado se desempeñó efectivamente en la división fotoelectroquímica del agua, la degradación y mineralización de contaminantes orgánicos. El uso de BDD como electrodo mejoró la respuesta electroquímica significativamente debido a sus múltiples propiedades mencionadas anteriormente. El material añadido de  $\text{BiVO}_4$  incrementó de la eficiencia debido a que este es un semiconductor destacado en la degradación de contaminantes.

De igual manera, el material añadido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  a más de ser barato en relación de costos y amigable con el medio ambiente, evitó la recombinación en la formación de pares-electrón huecos mejorando la eficiencia del fotoánodo al momento de producir radicales  $\cdot\text{OH}$ . La caracterización superficial demostró que efectivamente los componentes esperados estaban dentro del fotoánodo y componentes extras en una menor medida no afectan significativamente a la degradación de contaminantes. Ahora bien, dentro de la caracterización electroquímica se comprobó que la combinación de estos materiales mejoró la respuesta del BDD significativamente en un 32%. Finalmente, la prueba degradación del fenol en el agua mediante UV-Vis demostró ser muy prometedora debido a que se eliminó el 90% de componentes orgánicos en esta misma abriendo

una ventana a la posibilidad de estudiar y mejorar dicho método para que este pueda ser incluido en un tren de tratamientos de aguas y obtener como resultado agua con alta calidad.

## 6. Referencias Bibliográficas

Alulema-Pullupaxi, P., Espinoza-Montero, P. J., Sigcha-Pallo, C., Vargas, R., Fernández, L., Peralta-Hernández, J. M., & Paz, J. L. (2021). Fundamentals and applications of photoelectrocatalysis as an efficient process to remove pollutants from water: A review. *Chemosphere*, 281. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.130821>

Elgrishi N., Rountree, K.J., McCarthy, B. D., Rountree, E.S., Einsenhart, T.T., & Dempsey, J. L. (2020). A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry. *Chemical Education*, 3(2), 111. <https://pubs.acs.org/doi/full/10.1021/acs.jchemed.7b00361>

Garcia-Segura, S., & Brillas, E. (2017). Applied photoelectrocatalysis on the degradation of organic pollutants in wastewaters. In *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*(Vol.31,pp.1–35).ElsevierB.V. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochemrev.2017.01.005>

Liu, S., Wang, W., Cheng, Y., Yao, L., Liu, Y., Lin, M., Chen, H., Liang, Y., Fu, J., & Wang, L. (2021). Design and fabrication of ternary BiVO<sub>4</sub>/FeVO<sub>4</sub>/Cu<sub>2</sub>O nanorod array photoelectrode for boosting photoelectrochemical water oxidation. *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.11.305>

Mascaro, L. H., Pockett, A., Mitchels, J. M., Peter, L. M., Cameron, P. J., Celorrio, V., Fermin, D. J., Sagu, J. S., Wijayantha, K. G. U., Kociok-Köhn, G., & Marken, F. (2015). One-step

preparation of the BiVO<sub>4</sub> film photoelectrode. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 19(1), 31–35. <https://doi.org/10.1007/s10008-014-2495-y>

Nevárez-Martínez, M. C., Espinoza-Montero, P. J., Quiroz-Chávez, F. J., & Ohtani, B. (2017). Fotocatálisis: inicio, actualidad y perspectivas a través del TiO<sub>2</sub>. In *Avances en Química* (Vol. 12, Issue 3).

Orimolade, B. O., & Arotiba, O. A. (2020). Towards visible light driven photoelectrocatalysis for water treatment: Application of a FTO/BiVO<sub>4</sub>/Ag<sub>2</sub>S heterojunction anode for the removal of emerging pharmaceutical pollutants. *Scientific Reports*, 10(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-020-62425-w>

Vargas, R., León, D., Torres, D., Maimone, A., Cabrerizo, F. M., & Madriz, L. (2021). Fotoelectroquímica en sistemas nanoestructurados: una discusión desde sus límites naturales. *InfoANALÍTICA*, 52–77. <https://doi.org/10.26807/ia.vi.197>

Villacís-García, M., Ugalde-Arzate, M., Vaca-Escobar, K., Villalobos, M., Zanella, R., Martínez-Villegas, N., & Luis Potosí, S. (2015). *Boletín de la Sociedad Geológica Mexicana Volumen 67*(Issue 3). <http://boletinsgm.igeolcu.unam.mx/bsgm/index.php/component/content/article/288-sitio/resumenes/cuarta-epoca/6703/1366-6703-7-villacis>



Xia, L., Bai, J., Li, J., Zeng, Q., Li, L., & Zhou, B. (2017). High-performance BiVO<sub>4</sub> photoanodes cocatalyzed with an ultrathin  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer for photoelectrochemical application. *Applied Catalysis B: Environmental*, 204, 127–133. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2016.11.015>

Cornejo, O. M., Murrieta, M. F., & Castañeda, L. F. (2019). Electrochemical reactors equipped with BDD electrodes: Geometrical aspects and applications in water treatment. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 25(4), 9. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2021.100935>

Forster M., Potter, R. J., Ling Y., Klug, D. R., & Li Y. (2015). Oxygen deficient  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> photoelectrodes: a balance between enhanced electrical properties and trap-*Chemical Science*, 3(7), 65. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/SC/C5SC00423C>

Kumar, U. J., Bahadur V., Prasad, V. M., Mishra S., & Shukla, P. K. (2017). Effect of Different Concentrations of Iron Oxide and Zinc Oxide Nanoparticles on Growth and Yield of Strawberry(*Fragaria xananassa* Duch)*IJCMAS*,6(8),80.[https://www.researchgate.net/publication/319157804\\_Effect\\_of\\_Differen](https://www.researchgate.net/publication/319157804_Effect_of_Differen)

Mir, F., Rumba S., & Shah, M. A. (2020). Photo-electrochemical ability of iron oxide nanoflowers fabricated via electrochemical anodization. *Chemical Physics Letters*, 3(8), 48. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2020.137088>

Rodrigo, P. R. (2012). *Azul de Prusia depositado por vías química y electroquímica* (2nd ed.). Facultat de Ciències Químiques.

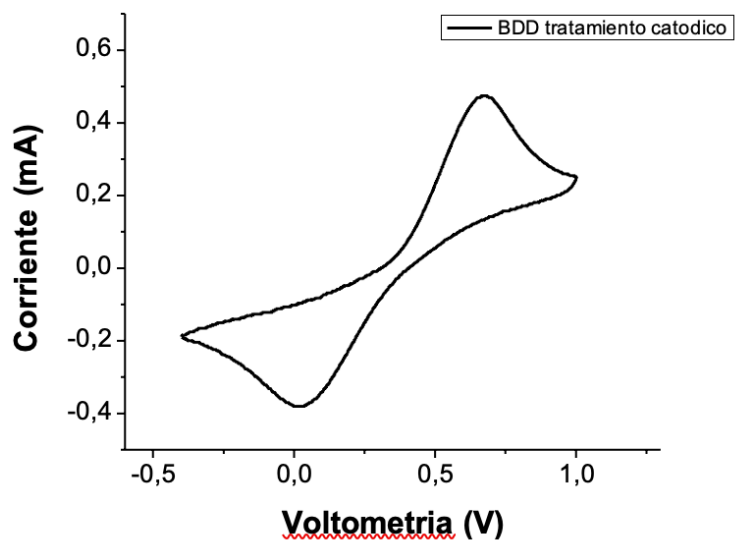
Widmann D., Mader H., & Friedrich H. (2010). *Technology of Integrated Circuits* (3rd ed.). Springer Science & Business Media.

Ye, K.-H., Chai, Z., Gu, J., Yu, X., Zhao, C., Zhang, Y., & Mai, W. (2015). *BiOI–BiVO<sub>4</sub> photoanodes with significantly improved solar water splitting capability: p–n junction to expand solar adsorption range and facilitate charge carrier dynamics*. *Nano Energy*, 18, 222–231. doi:10.1016/j.nanoen.2015.10.0

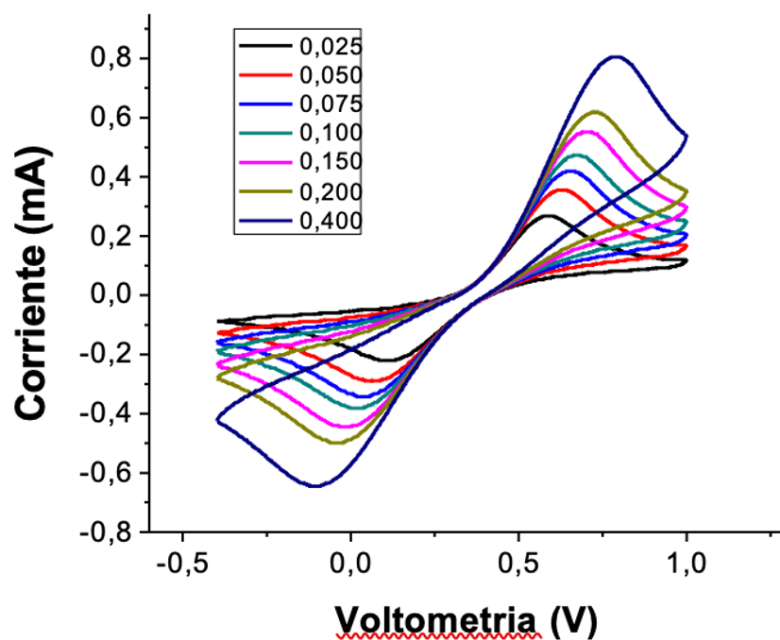
Matloz M. (2010). *Fundamental Aspects of Electrochemical Deposition and Dissolution: Proceedings of the International Symposium* (3rd ed.). The Electrochemical Society.

## 7. Anexos:

*ANEXO A: Voltamperometria Ciclica en un medio 2 nM ( $C_6N_6FeK_3$ ), ( $C_6FeK_4N_6$ ) para comprobar la estabilidad del tratamiento catódico al BDD*



*ANEXO B: Tabla de una Voltamperometria Ciclica en un medio 2 nM ( $C_6N_6FeK_3$ ), ( $C_6FeK_4N_6$ ) para la obtención del área electroactiva*



*ANEXO C: Resultados EDS para el fotoanodo BDD/BiVO<sub>4</sub>*

	<u>Area</u>	Mean	Min	Max	Angle	<u>Length</u>
1	0,174	19747,957	15946	25867	0	0
2	0,276	23972,976	16718	33988	0	0
3	0,101	22199,756	15770,104	28244,357	3,417	3,675
4	0,082	22475,785	14103,709	32383,035	-21,801	2,948
5	0,132	18512,065	11041	25259,078	-30,964	4,789
6	0,073	18486,709	13066,5	30760	4,764	2,637
7	0,123	21004,092	7070	29651	-65,323	4,459
8	0,079	19795,374	13745	34109	-78,906	2,845
9	0,084	22109,185	9156	33351,535	-77,471	3,029
10	0,055	16811,071	12879,836	22705,689	-34,992	2,005
11	0,076	23430,612	15924,026	32598,75	-69,044	2,755
12	0,059	20923,853	14421,462	25919,18	-92,936	2,138
13	0,064	17311,226	12646	29794	-60,422	2,329
14	0,121	18807,359	11775,286	25062,98	-42,99	4,416
15	0,08	20592,963	13867	27799	-90	2,902

*ANEXO D: Tabla de promedio del tamaño de partícula EDS para el fotoanodo BDD/BiVO<sub>4</sub>*

	Length
	0
	0
	3,675
	2,948
	4,789
	2,637
	4,459
	2,845
	3,029

	2,005
	2,755
	2,138
	2,329
	4,416
	2,902
	6,956
	3,76
	2,841
	1,753
	3,64
	3,309
	2,54
	3,29
	2,792
	2,253
	3,159
	3,382
	3,508
	1,94
	2,245
	1,974
	3,247
	4,17
	1,591
	3,18
	3,408
	1,859
	3,565
	1,669
	2,847
	3,767
	2,026
	2,31
	3,8

	2,155
	2,566
	1,433
	4,241
	3,386
	2,284
	2,594
Promedio	2,86994118

*ANEXO E: Tabla de Resultados micrografía SEM para el fotoanodo BDD/BiVO<sub>4</sub>*

Element	AN	series	[wt.%]	[norm. wt.%]	[norm. at.%]	Error in wt.% (1 Sigma)
Carbon	6	K-series	5,629983	6,348867198	23,85793	0,736231
Nitrogen	7	K-series	5,575884	6,28785989	20,26202	0,793031
Oxygen	8	K-series	7,845572	8,847361417	24,95892	1,0133
Sodium	11	K-series	0,260738	0,294031459	0,577264	0,045494
Sulfur	16	K-series	0,236331	0,26650791	0,375129	0,034677
Vanadium	23	K-series	13,93468	15,71398208	13,92292	0,399281
Iron	26	K-series	3,897722	4,395415977	3,55235	0,12692
Bismuth	83	L-series	51,29606	57,84597407	12,49348	1,369512
		Sum:	88,67697	100	100	

*ANEXO F: Valores de micrografía SEM para el fotoanodo BDD/BiVO<sub>4</sub> de elementos dentro del BDD*

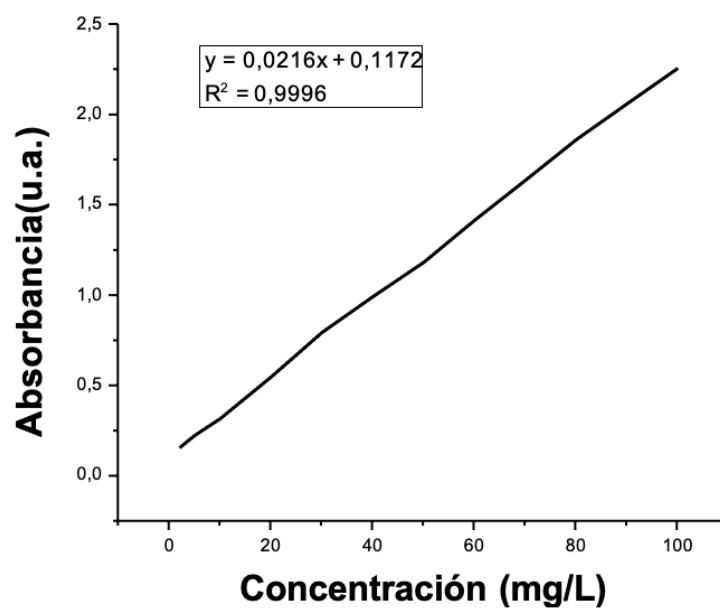
		Normalizado				
c	6,348867	7,153154695				
v	15,71398	17,7046615	17,7046615	19,06867	g	b
bi	57,84597	65,17402052	65,17402052	70,19519	g	a

o	8,847361	9,968163279	9,968163279	10,73614	g	c
total	88,75618	100	92,8468453	100		

*ANEXO G: Formula empírica para el fotoanodo BDD/BiVO<sub>4</sub>*

	a	0,335894302	1	
normalizar	b	0,374335948	1,11	BiVO <sub>2</sub>
	c	0,671008479	2,00	
		1,381238729		

*ANEXO H: Curva de calibración Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>*



*ANEXO I: Concentración y eficiencia de la degradación del BDD/BiVO<sub>4</sub>*

	<b>Tiempo (min)</b>	<b>[fenol] (mg/L)</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>%Eficiencia</b>
Fenol	120	100	2,05728555	0
BDD/BiVO <sub>4</sub>	120	17,59586313	0,49727064	82,4041369