



**UNIVERSIDAD JUÁREZ AUTÓNOMA DE TABASCO**

**DIVISIÓN ACADÉMICA DE INGENIERÍA Y ARQUITECTURA**



**“ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DEL COMPUESTO  $TiO_2/Ti_3C_2$  (MXene)  
PARA LA DEGRADACIÓN DE CONTAMINANTES AMBIENTALES”**

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:  
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA**

**PRESENTA:**

**I. Q. JOSÉ MERCEDES GARCÍA VICENTE**

**BAJO LA DIRECCIÓN DE:**

**DRA. LIZETH ROJAS BLANCO**

**CO-DIRECTOR:**

**DR. JOSÉ ENRIQUE SAMANIEGO BENÍTEZ**

**CUNDUACÁN, TABASCO. A 01 DE JULIO DEL 2025**

## Declaración de autoría y originalidad

En la ciudad de Cunduacán, Tabasco, el día 01 del mes de Julio del año 2025, el que suscribe C. José Mercedes García Vicente, alumno del programa de Maestría en Ciencias en Ingeniería con número de matrícula 232D19004, adscrito a la División Académica de Ingeniería y Arquitectura, de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco, como autor de la Tesis presentada para la obtención del título en Maestría en Ciencias en Ingeniería y titulada "Actividad fotocatalítica del compuesto  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) para la degradación de contaminantes ambientales" dirigida por la Dra. Lizeth Rojas Blanco.

### DECLARO QUE:

La Tesis es una obra original que no infringe los derechos de propiedad intelectual ni los derechos de propiedad industrial u otros, de acuerdo con el ordenamiento jurídico vigente, en particular, la LEY FEDERAL DEL DERECHO DE AUTOR (Decreto por el que se reforman y adicionan diversas disposiciones de la Ley Federal del Derecho de Autor del 01 de Julio de 2020 regularizando y aclarando y armonizando las disposiciones legales vigentes sobre la materia), en particular, las disposiciones referidas al derecho de cita.

Del mismo modo, asumo frente a la Universidad cualquier responsabilidad que pudiera derivarse de la autoría o falta de originalidad o contenido de la Tesis presentada de conformidad con el ordenamiento jurídico vigente.

Cunduacán, Tabasco a 01 de Julio 2025.

Autoriza



---

José Mercedes García Vicente

## DIRECCIÓN

**OFICIO:** DAIA/DIR/907/2025  
**FECHA:** 18 de junio de 2025  
**ASUNTO:** Autorización de  
impresión definitiva

**IQ. JOSÉ MERCEDES GARCÍA VICENTE**  
PASANTE DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS EN INGENIERÍA  
**P R E S E N T E**

En virtud de haber elaborado su trabajo de Tesis denominado:

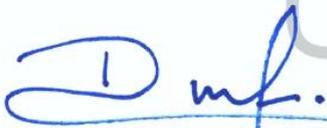
**"Actividad fotocatalítica del compuesto  $TiO_2/Ti_3C_2$  (MXene) para la degradación de contaminantes ambientales"**

Para obtener el grado de **Maestro en Ciencias en Ingeniería** y en la cual ha tenido como Directora de Tesis a la Dra. Lizeth Rojas Blanco y su Co- director Dr. José Enrique Samaniego Benítez.

Tengo a bien autorizarle la **IMPRESIÓN DEFINITIVA** de dicho trabajo, continuando con los trámites correspondientes para su examen de obtención de grado.

Sin otro particular, le envío un afectuoso saludo.

**ATENTAMENTE**



**DRA. DORA MARÍA FRÍAS MÁRQUEZ**  
**DIRECTORA**

c.c.p. Archivo  
DRA'DMFM / MCA'RACT



**DIRECCIÓN**



**UNIVERSIDAD JUÁREZ  
AUTÓNOMA DE TABASCO**

“ESTUDIO EN LA DUDA. ACCIÓN EN LA FE”



División  
Académica  
de Ingeniería  
y Arquitectura



JEFATURA DE POSGRADO

Cunduacán, Tabasco a 17 de junio de 2025.  
**MEM / AP-DAIA /149 / 2025**

PARA: **DRA. DORA MARÍA FRÍAS MÁRQUEZ**  
DIRECTORA DE LA DAIA  
DE: COMISIÓN SINODAL  
ASUNTO: APROBACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

Una vez hecha la revisión detallada de la Tesis denominada:

**“Actividad fotocatalítica del compuesto  $TiO_2/Ti_3C_2$  (MXene) para la degradación de contaminantes ambientales”**

Desarrollado por el IQ. **José Mercedes García Vicente**, de la **Maestría en Ciencias en Ingeniería**, le comunicamos que aceptamos la impresión del trabajo, ya que el mismo ha cumplido con los requisitos necesarios.

COMITÉ SINODAL

  
DRA. EBELLIA DEL ÁNGEL MERAZ  
PRESIDENTE

  
DR. ERIK RAMÍRES MORALES  
SECRETARIO

  
DRA. LIZETH ROJAS BLANCO  
VOCAL 1

  
DR. JUAN GABRIEL ALVAREZ RAMÍREZ  
VOCAL 2

  
DR. ILDEFONSO ZAMUDIO TORRES  
VOCAL 3

## Carta de cesión de derechos

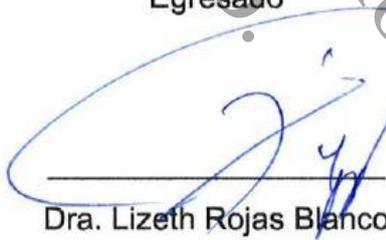
Villahermosa, Tabasco, a 01 de Julio 2025

Por medio de la presente manifestamos haber colaborado como AUTOR(A) en la producción, creación y/o realización de la obra denominada "Actividad fotocatalítica del compuesto  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) para la degradación de contaminantes ambientales". Con fundamento en el artículo 83 de la Ley Federal del Derecho de Autor y toda vez que, la creación y/o realización de la obra antes mencionada se realizó bajo la comisión de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco; entendemos y aceptamos el alcance del artículo en mención, de que tenemos el derecho al reconocimiento como autores de la obra, y la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco mantendrá en un 100% la titularidad de los derechos patrimoniales por un período de 20 años sobre la obra en la que colaboramos, por lo anterior, cedemos el derecho patrimonial exclusivo en favor de la Universidad.

### Colaboradores:



I.Q. José Mercedes García Vicente  
Egresado



Dra. Lizeth Rojas Blanco  
Directora

### Testigos



Dr. Erik Ramírez Morales



Dra. María Fernanda García Mendoza

## Dedicatoria

Este proyecto de investigación, se la dedico al misericordioso y eterno Dios de mi vida, por regalarme, abundantes bendiciones en mi diario vivir, permitiéndome desarrollar cada uno de los objetivos planteados con paciencia y perseverancia.

A mi familia, quienes me han brindado su amor, confianza, motivación y apoyo incondicional en cada momento. Sin duda, todo lo que han compartido conmigo, me ha ayudado a ser la persona que soy hoy en día. Todos mis triunfos se los dedico a ustedes.

A mi esfuerzo y dedicación personal, porque mis ganas y sueños de ser un profesor e investigador, cada vez son más claras, ya que deseo compartir mi conocimiento y ayudar a otras personas en su formación académica, por lo que el desarrollo de esta Tesis me permitió reafirmar este gran sueño el cual anhelo.

**Eben-Ezer:** Hasta aquí me ha ayudado Jehová.

## Agradecimientos

El principal agradecimiento va dirigido hacia mi Dios, quien me ha guiado, ha cuidado, ha proveído y ha fortalecido cada una de las etapas y decisiones de mi vida, permitiéndome seguir adelante, con esfuerzo y valor para culminar con éxito cada una de mis metas.

Así mismo, mi agradecimiento profundo e infinito a mis amados padres, Sr. Lázaro García y Sra. Enriqueta Vicente, porque me han brindado todo su amor e incondicional apoyo desde tiempos memorables. Cada uno de los éxitos y metas cumplidas han sido gracias a ellos.

- A mis hermanos Jhonatan y Heber, a mis sobrinos Kevin y Hannah y a toda mi apreciable familia, porque están conmigo en los diversos momentos, lo cual es emotivo, alentador y me hace sentir respaldado y especial.
- A la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco a través de la División Académica de Ingeniería y Arquitectura, por abrirme las puertas y darme la oportunidad de desarrollar este trabajo de investigación.
- A la Dra. Lizeth Rojas Blanco y al Dr. Erik Ramírez Morales por permitirme formar parte de su equipo de trabajo de investigación.
- A los revisores de este proyecto, Dra. Ebelia, Dr. Ildfonso y Dr. Juan Gabriel, por su tiempo, sus observaciones y valiosas aportaciones brindadas.
- A cada uno de los miembros del Laboratorio de Semiconductores por haberme brindado su ayuda y compañía durante mi estancia en este lugar.
- Al Ing. Hugo por su valiosa amistad y ser mi cómplice de aventuras. Al Ing. Francisco por su compañía y apoyo brindado dentro del cubículo. Al Ing. Víctor por compartir momentos de alegría dentro del laboratorio. Al MCI. Edicson por sus asesorías. Al Ing. Javier, Ing. Paola e Ing. Rudyier por su compañerismo.
- A todos los alumnos de servicio social y prácticas profesionales que me brindaron su compañía y amistad durante el desarrollo de este proyecto.

***¡Muchas gracias!***

## ÍNDICE DE CONTENIDO

Resumen.....	14
Abstract.....	15
Capítulo I. Introducción.....	17
1.1 Planteamiento del problema.....	17
1.2 Justificación.....	18
1.3 Objetivos.....	19
1.3.1 <i>Objetivo general:</i> .....	19
1.3.2 <i>Objetivos específicos:</i> .....	20
1.4 Estructura de la tesis.....	20
Capítulo II. Marco teórico.....	21
2.1 Antecedentes.....	21
2.2 Características de un material conductor, semiconductor y aislante.....	24
2.3 Generalidades del TiO <sub>2</sub> .....	26
2.4 Generalidades del MXene.....	27
2.5 Método de síntesis.....	29
2.5.1 <i>Síntesis asistida por microonda</i> .....	29
2.6 Fotocatálisis.....	31
2.7 Contaminantes emergentes.....	33
2.7.1 <i>Azul de metileno (AM)</i> .....	34
2.7.2 <i>Amoxicilina (AMX)</i> .....	34
2.7.3 <i>Tetraciclina (TC)</i> .....	35
2.8 Técnicas de caracterización.....	36

2.8.1 Difracción de Rayos-X (DRX) .....	36
2.8.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) .....	37
2.8.3 Fisorción de nitrógeno .....	38
2.8.4 Espectroscopía Ultravioleta-Visible.....	40
Capítulo III. Desarrollo experimental .....	42
3.1 Metodología.....	42
3.1.1 Síntesis del $Ti_3C_2$ (MXene) por el método asistido por microondas .....	42
3.1.2 Síntesis del $TiO_2$ por el método asistido por microondas .....	43
3.1.3 Síntesis del MXene- $TiO_2$ por el método asistido por microondas .....	44
3.2 Condiciones experimentales de las técnicas de caracterización .....	45
3.2.1 Difracción de Rayos X (DRX).....	45
3.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) .....	45
3.2.3 Fisorción de Nitrógeno.....	46
3.2.4 Espectroscopía UV-Vis .....	46
3.3 Evaluación de las pruebas fotocatalítica.....	46
Capítulo IV. Resultados y discusiones .....	47
4.1 Difracción de rayos X (DRX) .....	47
4.1.1 MXene .....	47
4.1.2 $TiO_2$ .....	48
4.1.3 MXene- $TiO_2$ .....	50
4.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	53
4.2.1 MXene .....	53
4.2.1 $TiO_2$ .....	54
4.2.1 MXene- $TiO_2$ .....	55
4.3 Fisorción de nitrógeno .....	58
4.3.1 MXene .....	58

4.3.2 $TiO_2$ .....	59
4.3.3 <i>MXene-TiO<sub>2</sub></i> .....	61
4.4 Espectroscopia UV-Vis.....	63
4.4.1 <i>MXene</i> .....	63
4.4.2 $TiO_2$ .....	64
4.4.3 <i>MXene-TiO<sub>2</sub></i> .....	64
4.4.4 <i>Estimación de las bandas energéticas de los materiales</i> .....	65
4.5 Pruebas fotocatalíticas .....	67
4.5.1 <i>Azul de metileno (AM)</i> .....	67
4.5.2 <i>Amoxicilina (AMX)</i> .....	71
4.5.3 <i>Tetraciclina (TC)</i> .....	75
4.6 Comparación general de eficiencia fotocatalítica .....	79
Capítulo V. Conclusiones .....	81
Perspectivas y recomendaciones.....	83
Referencias .....	84
Anexos.....	100

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1</b> Condiciones de operación de la síntesis del MXene .....	42
<b>Tabla 2</b> Condiciones de operación de la síntesis del TiO <sub>2</sub> .....	44
<b>Tabla 3</b> Porcentaje en masa incorporada de MXene al TiO <sub>2</sub> .....	44
<b>Tabla 4</b> Condiciones de operación de la síntesis MXene-TiO <sub>2</sub> .....	45
<b>Tabla 5</b> Estimación de los tamaños de cristales.....	50
<b>Tabla 6</b> Propiedades texturales de los materiales sintetizados .....	63
<b>Tabla 7</b> Estimación de los valores de las bandas prohibidas de los fotocatalizadores .....	67
<b>Tabla 8</b> Eficiencia de degradación en diversos contaminantes ambientales .....	79

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> Diagramas de bandas de energía de los materiales conductores, semiconductores y aislantes.....	24
<b>Figura 2</b> Clasificación de los materiales semiconductores intrínsecos y extrínsecos.....	25
<b>Figura 3</b> Estructuras cristalinas del $\text{TiO}_2$ : rutilo (izquierda), anatasa (centro) y brookita (derecha).....	26
<b>Figura 4</b> Grabado selectivo la fase MAX para la obtención del MXene.....	27
<b>Figura 5</b> Estructura característica de la fase MAX.....	28
<b>Figura 6</b> Representación del espectro electromagnético y rango de la luz visible.....	29
<b>Figura 7</b> Mecanismos de interacción de las microondas con la materia: rotación dipolar y conducción iónica.....	31
<b>Figura 8</b> Diagrama esquemático del mecanismo de la reacción de la fotocatalisis heterogénea.....	33
<b>Figura 9</b> Estructura de la molécula del colorante Azul de metileno.....	34
<b>Figura 10</b> Estructura de la molécula del antibiótico de Amoxicilina.....	35
<b>Figura 11</b> Estructura de la molécula del antibiótico de Tetraciclina.....	35
<b>Figura 12</b> Esquema de difracción de rayos X de un sólido cristalino.....	36
<b>Figura 13</b> Esquema del funcionamiento del Microscopio Electrónico de Barrido.....	38
<b>Figura 14</b> Clasificación de los isotermas de adsorción según la IUPAC.....	39
<b>Figura 15</b> Clasificación de las histéresis según la IUPAC.....	40
<b>Figura 16</b> Esquema del funcionamiento de un espectrofotómetro UV-Vis.....	41
<b>Figura 17</b> Patrón de difracción de rayos X del del MXene sintetizado por el método de irradiación asistida por microondas.....	47
<b>Figura 18</b> Patrón de difracción de rayos X del del $\text{TiO}_2$ sintetizado por el método de irradiación asistida por microondas.....	49
<b>Figura 19</b> Patrón de difracción de rayos X del MXene- $\text{TiO}_2$ sintetizado por el método de irradiación asistida por microondas.....	51

<b>Figura 20</b> Patrón magnificado de difracción de rayos X del MXene-TiO <sub>2</sub> en el plano (101).	52
<b>Figura 21</b> Micrografía del MXene delaminado derivado de Ti <sub>3</sub> AlC <sub>2</sub> (fase MAX).	53
<b>Figura 22</b> Micrografía del TiO <sub>2</sub> a magnificación de 10, 000X.	55
<b>Figura 23</b> Micrografías de los compuestos de MXene-TiO <sub>2</sub> a diferentes porcentajes de masa de MXene a) 2% MXene-TiO <sub>2</sub> , b) 5% MXene-TiO <sub>2</sub> , c) 10% MXene-TiO <sub>2</sub> a magnificación de 10, 000X.	56
<b>Figura 24</b> Isoterma de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> del MXene y distribución de tamaño de poro.	58
<b>Figura 25</b> Isoterma de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> del TiO <sub>2</sub> y distribución de tamaño de poro	60
<b>Figura 26</b> Isotermas de adsorción-desorción de N <sub>2</sub> de los acoplamientos de MXene-TiO <sub>2</sub> y distribución de tamaños de poros.	61
<b>Figura 27</b> Espectros de absorción en UV-Vis de los fotocatalizadores sintetizados.	64
<b>Figura 28</b> Cálculos de bandas de energía de los fotocatalizadores mediante el método de Kubelka-Munk.	66
<b>Figura 29</b> Espectro de absorción del AM, después de ser irradiados con luz UV.	68
<b>Figura 30</b> Efecto de degradación del AM de concentración vs tiempo.	70
<b>Figura 31</b> Espectros de absorción de la AMX, después de ser irradiados con luz UV.	72
<b>Figura 32</b> Efecto de degradación de la AMX de concentración vs tiempo.	74
<b>Figura 33</b> Espectros de absorción de TC, después de ser irradiados con luz UV.	76
<b>Figura 34</b> Efecto de degradación de la TC de concentración vs tiempo.	78
<b>Figura 35</b> Eficiencia de degradación de AM, AMX y TC.	80

## Resumen

En este trabajo de investigación, se evaluó la actividad fotocatalítica del compuesto MXene-TiO<sub>2</sub> para la degradación de contaminantes ambientales en medio acuoso. La síntesis de los materiales se llevó a cabo mediante el método asistido por microondas, empleando diferentes proporciones en masa de MXene (2 %, 5 % y 10 %) acopladas al TiO<sub>2</sub>. Los materiales obtenidos fueron caracterizados por técnicas de difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), análisis de fisorción de nitrógeno y espectroscopía UV-Vis, con el objetivo de conocer su estructura cristalina, morfología superficial, propiedades texturales y ópticas.

Los resultados de DRX confirmaron la presencia de fases anatasa, rutilo y brookita en el TiO<sub>2</sub>, así como la formación efectiva del MXene. Las micrografías MEB mostraron una morfología laminar en el MXene y una reorganización superficial del TiO<sub>2</sub> al incorporar el MXene. El análisis de fisorción de nitrógeno mostró un incremento en el área superficial en los compuestos modificados, alcanzando hasta 200.193 m<sup>2</sup>/g. El análisis óptico mostró un ligero incremento del band gap conforme aumentó la proporción de MXene, junto con un corrimiento hacia la región UV.

La actividad fotocatalítica fue evaluada mediante la degradación de azul de metileno, amoxicilina y tetraciclina bajo irradiación UV. Los resultados mostraron que el compuesto con 2 % MXene-TiO<sub>2</sub> presentó la mayor eficiencia para azul de metileno (83.68 %) y amoxicilina (72.27 %), mientras que el compuesto con 10 % MXene-TiO<sub>2</sub> alcanzó el 100 % de degradación de la tetraciclina.

Este trabajo demuestra que el acoplamiento de MXene-TiO<sub>2</sub> representa una estrategia eficaz para el desarrollo de nuevos materiales fotocatalíticos aplicables en la remediación de contaminantes orgánicos emergentes en aguas residuales.

**Palabras claves:** MXene, TiO<sub>2</sub>, método asistido por microondas, actividad fotocatalítica, contaminantes emergentes.

## Abstract

In this research work, the photocatalytic activity of the MXene–TiO<sub>2</sub> composite was evaluated for the degradation of environmental contaminants in aqueous media. The materials were synthesized using the microwave-assisted method, employing different weight percentages of MXene (2%, 5%, and 10%) coupled with TiO<sub>2</sub>. The resulting materials were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), nitrogen physisorption analysis, and UV-Vis spectroscopy in order to determine their crystalline structure, surface morphology, and textural and optical properties.

XRD results confirmed the presence of anatase, rutile, and brookite phases in TiO<sub>2</sub>, as well as the effective formation of MXene. SEM micrographs showed a layered morphology in the MXene and a surface reorganization of TiO<sub>2</sub> upon incorporation of MXene. Nitrogen physisorption analysis indicated an increase in surface area in the modified composites, reaching up to 200.193 m<sup>2</sup>/g. Optical analysis revealed a slight increase in the band gap with higher MXene content, along with a shift toward the UV region.

The photocatalytic activity was evaluated through the degradation of methylene blue, amoxicillin, and tetracycline under UV irradiation. The results showed that the 2% MXene–TiO<sub>2</sub> composite exhibited the highest efficiency for methylene blue (83.68%) and amoxicillin (72.27%), while the 10% MXene–TiO<sub>2</sub> composite achieved complete (100%) degradation of tetracycline.

This work demonstrates that coupling MXene with TiO<sub>2</sub> is an effective strategy for developing novel photocatalytic materials applicable to the remediation of emerging organic contaminants in wastewater.

**Keywords:** MXene, TiO<sub>2</sub>, microwave-assisted method, photocatalytic activity, emerging contaminants



**ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DEL  
COMPUESTO  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene)  
PARA LA DEGRADACIÓN DE  
CONTAMINANTES AMBIENTALES.**

## Capítulo I. Introducción

### 1.1 Planteamiento del problema

El crecimiento de la población mundial ha provocado la sobreexplotación de los recursos hídricos y contaminación en los cuerpos de agua. Esta problemática, se ha desencadenado, debido a que la calidad del agua se ha visto afectada negativamente por el aumento de las actividades humanas que generan diversos contaminantes orgánicos e inorgánicos, los cuales sin ser tratados son descargados en las fuentes de agua, generando una repercusión grave en el medio ambiente (Vázquez-Tapia et al., 2022).

En la actualidad, se ha encontrado la presencia de contaminantes emergentes (CE) en los múltiples cuerpos de agua. Los CE, se conocen como aquellos microorganismos y sustancias químicas naturales o sintéticas que no están reguladas y/o monitoreadas en el medio ambiente, lo cuales provocan daños y afectaciones en la salud humana, en los seres vivos y en el ambiente. Se ha identificado que algunos CE provienen de productos de cuidado personal y limpieza, pesticidas, herbicidas, detergentes, solventes, aditivos, colorantes y productos farmacéuticos (Coccia & Bontempi, 2023). Dentro de la amplia diversidad de CE, se encuentran los residuos de los productos farmacéuticos (PF), entre los cuales podemos encontrar los: antibióticos, analgésicos, hormonas y reguladores de lípidos (Samal et al., 2022).

Se ha reportado que el volumen de los residuos farmacéuticos generados varía desde cientos de  $\text{ng/dm}^3$  hasta decenas de  $\mu\text{g/dm}^3$ , lo cual es relativamente inferior en comparación con el que genera el sector industrial, por lo que es considerado aún más difícil la eliminación completa de estos contaminantes mediante las técnicas de tratamientos convencionales (separación por membrana, la adsorción y los métodos fisicoquímicos y bioquímicos), ya que la naturaleza recalcitrante de los PF, tienen una fuerte fotoestabilidad y resistencia de

biodegradación, por lo que su persistencia en el medio ambiente los convierte en un problema emergente de salud pública (S. Zhang et al., 2023).

Ante esta situación, se ha encontrado que los Procesos Avanzado de Oxidación (PAO) son una tecnología eficiente y sostenible que ayudan a contrarrestar esta problemática, ya que ha logrado dar resultados factibles reduciendo los niveles de contaminación. Entre los PAO, se encuentran métodos como Fenton, foto-Fenton, ozonización, adsorción floculación, fotocátalisis entre otros, siendo esta última la más adecuada, dado su capacidad para ahorrar energía, proteger el medio ambiente y llevar a cabo la degradación completa de los contaminantes sin generar contaminación secundaria. (Grzegórska, Karczewski, et al., 2023).

En este sentido, el proceso de fotocátalisis permite la generación de electrones y huecos que conduce a la formación de especies reactivas de oxígeno como radicales hidroxilos ( $\bullet\text{OH}$ ) y aniones superóxido ( $\bullet\text{O}_2^-$ ), los cuales oxidan y mineralizan estos tipos de contaminantes que están presentes en el agua. Dentro de los fotocatalizadores más empleados se encuentran:  $\text{ZnO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{FeWO}_4$ ,  $\text{ZnSe}$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$ , así como también la aplicación de materiales compuestos, tal es el caso del  $\text{TiO}_2/\text{MXene}$ . Este trabajo, está centrado en estudiar este material compuesto, ya que se ha encontrado una mejoría en la adsorción de los contaminantes en la superficie, mejorando la separación de los portadores de carga, la estabilidad del fotocatalizador y aumentando el rango de absorción de la luz, produciendo un aprovechamiento significativo en la eficiencia de la degradación de los contaminantes (Grzegórska, Gajewicz-Skretna, et al., 2023).

## 1.2 Justificación

La presencia de los diversos PF en los diferentes ecosistemas se ha convertido en una fuente de contaminantes ambientales, debido a que destruyen el equilibrio ecológico y dañan la salud de todos los seres vivos. Es por tanto que, estos contaminantes se deben de eliminar o degradar para minimizar los efectos adversos (Qiang et al., 2022). Entre las diversas técnicas de remediación de agua (oxidación química, tratamiento biológico, separación electroquímica y de membrana), la tecnología de degradación fotocatalítica

mediante el proceso de fotocatalisis destaca por ser una tecnología ideal para el tratamiento de aguas, ya que ha demostrado ser una tecnología accesible, respetuosa con el medio ambiente y sostenible para diversas transformaciones químicas (Silva et al., 2023).

Este proceso emplea materiales semiconductores, entre los cuales destaca el uso del  $\text{TiO}_2$ , debido a sus múltiples características tales como: fotoactivo, de bajo precio, estable, amplia disponibilidad, químicamente estable, resistente al envejecimiento, además de ser capaz de romper los enlaces de muchas moléculas contaminantes. Desafortunadamente, se ha analizado que el  $\text{TiO}_2$  tiene una capacidad de adsorción insuficiente y son propensas a la aglomeración durante el proceso fotocatalítico y al tener una banda prohibida  $\sim 3.2$  eV solo se logra activar en la región UV, generando así una disminución en la eficiencia de degradación (Kubiak et al., 2020).

En los últimos años, en la búsqueda de mejorar los inconvenientes que el  $\text{TiO}_2$  presenta ante los procesos de fotocatalisis, se ha encontrado que los materiales basados en MXene, han atraído notablemente la atención, debido a que han presentado novedosas características físicas y química, una alta conductividad metálica y grupos funcionales eficaces, que dan como resultado un excelente rendimiento de fotodegradación en los contaminantes que están presentes en el agua (S. Zhang et al., 2023). Por lo tanto, con el fin de presentar una mejor eficiencia en la actividad fotocatalítica sobre los PF, se propone sintetizar materiales compuestos de  $\text{TiO}_2/\text{MXene}$  para así, poder evaluar la factibilidad de estos materiales frente a los contaminantes ambientales aprovechando la energía solar.

### **1.3 Objetivos**

#### **1.3.1 Objetivo general:**

Sintetizar materiales de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) mediante el método de irradiación asistida por microondas para su evaluación fotocatalítica en la degradación de fármacos.

### 1.3.2 Objetivos específicos:

1. Sintetizar materiales de  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene),  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) mediante el método de irradiación asistida por microondas para la obtención de compositos.
2. Caracterizar los compositos de  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene),  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) para su análisis estructural, morfológico, textural y óptico mediante las técnicas DRX, MEB, Fisorción de nitrógeno y UV-Vis.
3. Evaluar la actividad fotocatalítica del  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), mediante la degradación de tetraciclina y amoxicilina para analizar la factibilidad de los nanocompositos.

### 1.4 Estructura de la tesis

En el siguiente trabajo de tesis, se sintetizaron materiales de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) mediante el método de irradiación asistida por microondas para su evaluación fotocatalítica en la degradación de contaminantes. La tesis está dividida y estructurada en cinco Capítulos.

Capítulo 1, aborda el planteamiento de un problema actual y la justificación que ha motivado para poder contrarrestar dicha problemática. Se presentan los objetivos generales y específicos que se desarrollaron en este proyecto de tesis.

Capítulo 2, presenta los antecedentes de investigaciones previas aplicadas a la degradación de contaminantes. Se abordan conceptos teóricos, así como los fundamentos de las técnicas de caracterización de los materiales.

Capítulo 3, describe la metodología utilizada para la síntesis de los fotocatalizadores, las condiciones de las pruebas fotocatalíticas y de las caracterizaciones realizadas con la finalidad de dar cumplimiento a los objetivos del proyecto de tesis.

Capítulo 4, contiene los análisis y discusiones de los resultados obtenidos mediante las caracterizaciones de los fotocatalizadores y de la evaluación fotocatalítica.

Capítulo 5, expone los hallazgos obtenidos durante todo el desarrollo de este trabajo de investigación a través de las conclusiones.

## Capítulo II. Marco teórico

### 2.1 Antecedentes

La presencia de diversos productos farmacéuticos en el agua ha despertado un gran interés en los últimos años, ya que ha causado afectaciones de salud en los seres vivos. A pesar de que se han logrado avances significativos que han permitido reducir los efectos negativos ante este panorama, el tema aún no ha logrado mitigarse. Es por tanto que la técnica de fotocatalisis destaca ante esta situación ya que es una tecnología que se vuelve relevante por su alta eficiencia de degradación, buena reproductibilidad y por ser respetuosa con el medio ambiente (Ruziwa et al., 2023; T. Wang et al., 2023).

Los estudios acerca de la fotocatalisis, empleando materiales semiconductores como el  $\text{TiO}_2$ , han reportado que es uno de los fotocatalizadores más utilizados, debido a su capacidad de fotoactividad, fuerte poder oxidante y bajo costo. Sin embargo, se limita a que sólo absorbe muy poca luz solar en la región UV (> 5 %), debido a su gran energía de banda prohibida ( $\sim 3.2$  eV), así como a la rápida recombinación de los pares electrón-hueco ( $e^-/h^+$ ) fotogenerados. Kwong et al., con el propósito de contrarrestar las limitantes que el  $\text{TiO}_2$  presenta, trabajaron incorporando materiales carbonosos como el  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), ya que este material destaca por no ser tóxico, de gran resistencia, gran espaciado entre capas, alto punto de fusión, excelente resistencia a la oxidación, flexibilidad ambiental y extraordinaria conductividad eléctrica/térmica, lo cual favorece las propiedades del  $\text{TiO}_2$  como fotocatalizador (Im et al., 2021).

Los trabajos realizados por W. L. Zhang et al. (2019) reportan que el  $\text{TiO}_2$  adopta diversas morfologías, lo cual permite ajustar propiedades físicas y químicas, logrando un mejoramiento en los procesos de fotocatalisis. No obstante, ante la limitada conductividad electrónica que tiene, comprobaron que al incorporarle partículas de MXene al  $\text{TiO}_2$  puede reducir su banda prohibida, aumentando la vida útil de los portadores de carga por el fuerte efecto de acoplamiento electrónico y extendiendo el espectro de absorción del  $\text{TiO}_2$  de

manera que pueda ser aprovechada en el rango tanto de la luz visible y luz ultravioleta. Lo anterior, debido a que el MXene es un nanomaterial que se distingue por sus sitios metálicos expuestos, excelente reducibilidad, catálisis y conductividad eléctrica.

Por otro lado, T. Wang et al., (2023) mostraron que al formar heterouniones entre  $\text{TiO}_2$  y materiales cocatalizadores como es el MXene, permiten que el  $\text{TiO}_2$  pueda promover la separación de carga y la absorción de la luz visible, permitiendo la estabilización de  $e^-/h^+$  fotoexcitados. Por lo que el MXene, basado en carbono se considera un adsorbente prometedor que es capaz de concentrar sustancias orgánicas descompuestas por radicales hidroxilos ( $\bullet\text{OH}$ ). Por tal razón, al producir materiales compuestos de MXene con partículas de  $\text{TiO}_2$ , permiten una eficiencia significativa en los procesos de fotocatalisis.

A causa de lo antes mencionado, las características y propiedades de estos materiales basados en  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), han atraído considerablemente la atención a diversas investigaciones por lo que es importante conocer los métodos de su obtención. Es por tanto que, Grzegórska et al., (2023) reportan la obtención del compuesto de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), el cual fue sintetizado por el método de autoensamblaje asistido por ultrasonido, empleando un reactor de acero inoxidable revestido de teflón, en donde la reacción se realizó a  $220^\circ\text{C}$  durante 24 horas. Los resultados de este trabajo permitieron la separación magnética del proceso de purificación con un potencial de oxidación-reducción estándar de 2.8 eV.

Mediante otro trabajo publicado por Grzegórska, Karczewski et al., (2023) se obtuvieron partículas de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene) las cuales fueron modificadas con partículas de cobre (Cu) y peroximonosulfato (PMS). La síntesis de estos compuestos se obtuvo mediante el método hidrotermal, donde se operó a  $220^\circ\text{C}$  la reacción, por un lapso de 17 horas. Los resultados reportados indican que el contenido óptimo de Cu y del PMS, fueron las principales especies reactivas involucradas en el proceso de degradación.

Así mismo, Grzegórska, Gajewicz-Skretna et al., (2023) reportaron la obtención de partículas acopladas de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), mediante el método solvotérmico variando para

cada muestra los solventes como: ácido fluorobórico ( $\text{HBF}_4$ ), agua desionizada ( $\text{H}_2\text{O}$ ) y ácido clorhídrico/fluoruro de amonio ( $\text{HCl}/\text{NH}_4\text{F}$ ). El MXene, se obtuvo mediante el grabado de láminas de aluminio a partir de  $\text{Ti}_3\text{AlC}_2$  y 48 % de HF. Las muestras se obtuvieron a  $220^\circ\text{C}$  durante 24 horas y los resultados en este trabajo, muestran que el compuesto más efectivo para la degradación de fármacos es el de la muestra  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2\text{-HCl}/\text{NH}_4\text{F}$ . En la literatura se exponen diversos métodos para la obtención de compuestos de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), sin embargo, se observa que los tiempos de reacción son altamente prolongados, por lo que es importante proponer alternativas de tiempo y de síntesis para una optimización de la reacción.

Actualmente, se ha demostrado que el uso de fotocatalizadores ha recibido la atención de la investigación debido a sus propiedades y eficacia mejoradas para contrarrestar la contaminación del agua. Zhang et al., (2023) emplearon materiales de  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), aplicados en la degradación fotocatalítica de Azul de Metileno (MB) bajo luz Ultravioleta (UV) y Visible (Vis) con lámparas de 500 W, tras ciertas comparaciones correspondientes de las relaciones másicas de las muestras al trabajar con  $\text{TiO}_2/\text{MXene}$  4:1, se obtuvieron resultados significativos. Al emplear la lámpara UV se obtuvo un rendimiento fotocatalítico del 96.44%, mientras que, con lámpara Vis, fue del 40%.

De acuerdo con los múltiples trabajos realizado por Grzegórska et al., (2023), al degradar diversos tipos de fármacos como paracetamol, carbamazepina, ibuprofeno, con el compuesto de  $\text{TiO}_2/\text{MXene}$ , empleando lámpara de 300 W de Xenón, se obtuvo como resultado un rendimiento fotocatalítico del 92% ante el paracetamol a 20 ppm, considerando una relación másica de 99.8%  $\text{TiO}_2$ , 0.2% MXene. Al variar las cantidades de solventes a 42:58 v/v agua/etanol, se obtuvo una degradación del 100% ante la carbamazepina a 7 ppm. Y finalmente la degradación del ibuprofeno a 10 ppm, al emplear  $\text{TiO}_2/\text{MXene}$  obtenido después de 24 horas, se obtuvo un rendimiento fotocatalítico del 100%.

De los trabajos reportados, relacionado con materiales fotocatalizadores se puede destacar que el  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), le atribuye excelentes aportaciones al  $\text{TiO}_2$ , puesto que al acoplarlos muestran un buen potencial para el tratamiento fotocatalítico del agua. Si embargo,

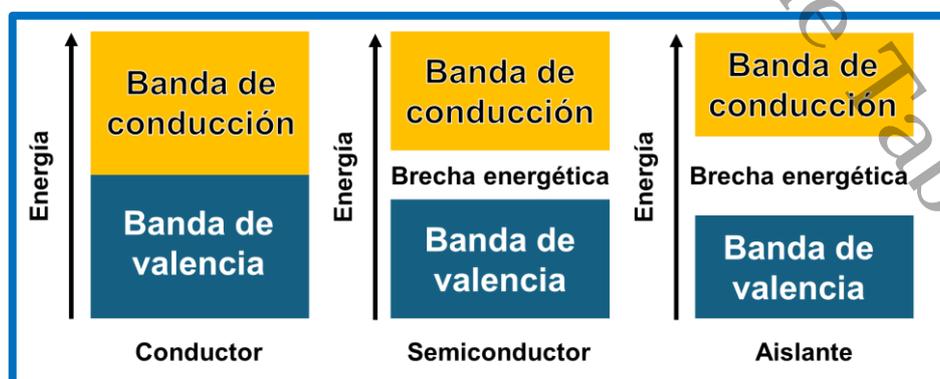
se observó que la actividad fotocatalítica varía significativamente con respecto a las condiciones de síntesis, el tiempo de reacción, la temperatura de síntesis, el área de superficie y las concentraciones de los contaminantes. Por lo cual, considerando estos aspectos, es necesario poder implementar una forma de poder optimizar materiales basados en  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  (MXene), lo cual sería benéfico considerando aspectos económicos relacionados con el ahorro de energía al reducir el tiempo de producción y emplear luz simulada (lámparas) de menor potencia para medir el rendimiento fotocatalítico ante los diversos contaminantes.

## 2.2 Características de un material conductor, semiconductor y aislante

De acuerdo con la teoría de bandas, los materiales se clasifican en tres grupos: *conductores*, *aislantes* y *semiconductores* (Ramírez-García et al., 2022). En la Figura 1, podemos observar, las bandas de energía de los materiales, en donde cada uno de ellos cuenta con una banda de valencia BV (estados ocupados) y una banda de conducción BC (estados libres), en donde se lleva a cabo una distribución de electrones. Estas bandas se encuentran separadas por una *brecha energética* o *banda prohibida*, la cual está medida en electronvoltios (eV) (Zamora-Saldaña et al., 2023).

**Figura 1**

*Diagramas de bandas de energía de los materiales conductores, semiconductores y aislantes.*



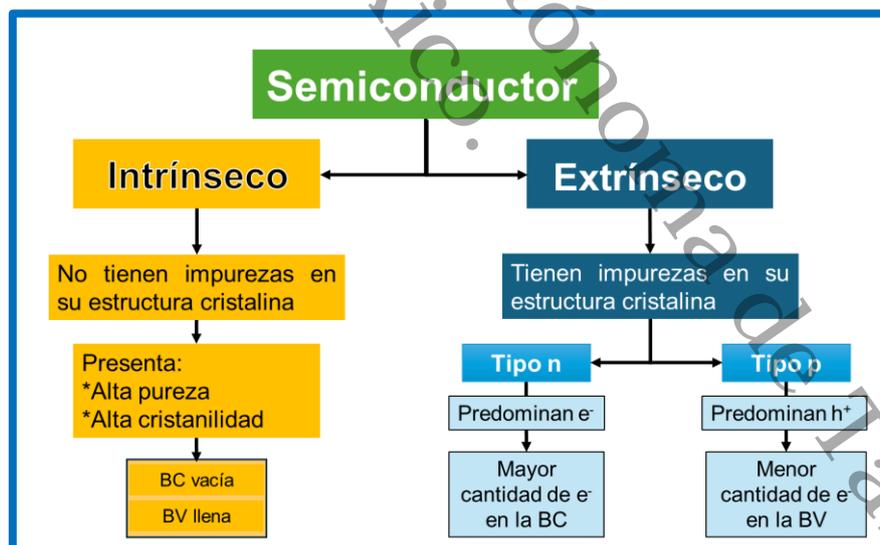
*Nota.* Adaptado de *Fundamentos de la electrónica y los semiconductores*, por Leñero Bardallo (2018).

Los materiales que poseen una alta facilidad de transferencia de electrones de la BV a la BC, son llamados *conductores*. En estos materiales, la BV y la BC están muy próximas entre sí, en ocasiones traslapadas, por lo que se considera que la brecha energética tiende a ser nula. En el caso extremo se encuentran los materiales *aislantes*, en donde la brecha energética es muy amplia, impidiendo que los electrones puedan ser transferidos de una banda a otra (Díaz-Díaz & Alcalá-Varilla, 2022).

Por su parte, los materiales llamados *semiconductores*, se caracterizan por no ser buenos conductores ni aislantes de energía, sino que su conducción es intermedia. La diferencia entre un aislante y un semiconductor radica en el tamaño de la brecha energética, siendo mayor a 4.0 eV para los aislantes y alrededor de 1.0 eV para los semiconductores (Díaz-Díaz & Alcalá-Varilla, 2022). Estos materiales semiconductores se clasifican en *intrínsecos* y *extrínsecos*, como se muestra en la Figura 2.

**Figura 2**

*Clasificación de los materiales semiconductores intrínsecos y extrínsecos.*



*Nota.* Adaptado de *Física Universitaria*, por (Zhuang et al., 2024).

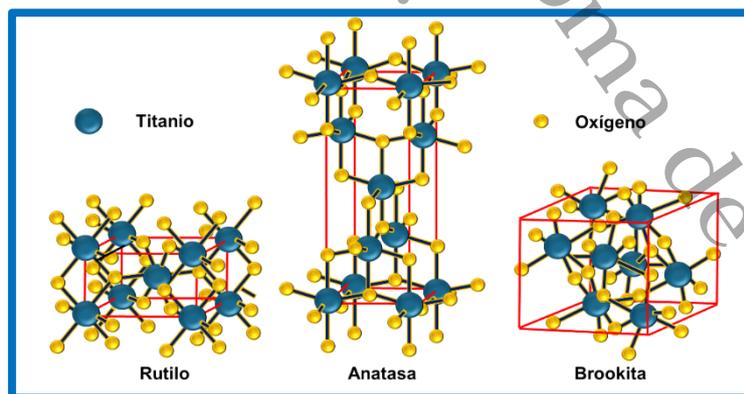
### 2.3 Generalidades del TiO<sub>2</sub>

El dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) es material semiconductor tipo n. Destaca por tener excelentes propiedades de oxidación y reducción, por ser abundante, económico, estable y respetable al medio ambiente (Suliman et al., 2024). Además, cuenta con algunas otras características, por lo que es considerado como un buen fotocatalizador, debido a sus propiedades fisicoquímicas tales como: no es soluble en medio líquido y puede ser reutilizado, posee alta resistencia a la corrosión fotoquímica y en proceso de fotocátalisis se lleva a cabo a temperatura ambiente (Othman Alqahtani, 2024).

El TiO<sub>2</sub> puede presentarse en tres fases cristalinas: anatasa, rutilo y brookita, con energías de banda aproximadas de 3.2 eV, 3.0 eV y 3.1 eV, respectivamente. Las fases anatasa y rutilo poseen una estructura tetragonal, mientras que la brookita presenta una estructura ortorrómbica. De estas tres, la fase rutilo es la más estable desde el punto de vista termodinámico, en tanto que la anatasa y la brookita son fases metaestables que tienden a transformarse en rutilo cuando se someten a tratamiento térmico (Racovita, 2022).

**Figura 3**

*Estructuras cristalinas del TiO<sub>2</sub>: rutilo (izquierda), anatasa (centro) y brookita (derecha).*



*Nota.* El TiO<sub>2</sub> se presenta en tres fases cristalinas: rutilo, anatasa (estructura tetragonal), brookita (estructura ortorrómbica). Adaptado de: (Siddiqui, 2019)

En la aplicación de los procesos fotocatalíticos, la fase del TiO<sub>2</sub> principalmente empleada es la fase anatasa, ya que al tener una mayor energía de brecha energética reduce

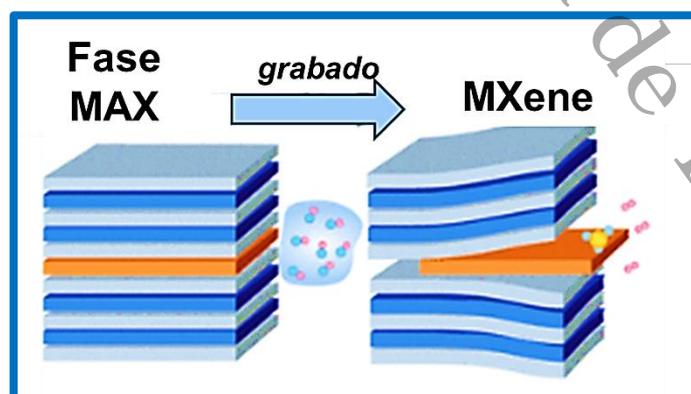
la posibilidad de permitir la recombinación del par electrón-hueco, lo cual favorece un mayor grado de hidroxilación superficial que permite la producción de más radicales hidroxilos y, en consecuencia, la degradación de más moléculas orgánicas (Y. H. Wang et al., 2020). Dentro del espectro electromagnético se ha reportado que cerca de la región visible la fase rutilo puede absorber radiación, 413 nm contra 387 nm de la anatasa, lo cual indica que la fase rutilo es un mejor fotocatalizador que la fase anatasa; no obstante, debido a que su BC está más cerca del potencial de oxidación-reducción del hidrógeno, hace que esta fase sea débil potencial de reducción. En cuestión de la fase brookita, esta no ha sido la más reportado debido a que es la menos estudiada en aplicaciones fotocatalíticas, debido a que es difícil obtenerla como fase aislada, sin anatasa y/o rutilo (Escobar-Alarcón & Solís-Casados, 2021).

#### 2.4 Generalidades del MXene

Los MXene son materiales conocidos como carburos y nitruros de metales de transición bidimensional (2D). Pertenecen a una amplia familia de materiales 2D que destacan por su alta conductividad eléctrica (Zhuang et al., 2024). Se obtiene a través del grabado selectivo de capas A de una fase MAX (A: elemento del grupo III o IV A), empleando productos químicos a base de fluoruro (Figura 4).

#### Figura 4

*Grabado selectivo la fase MAX para la obtención del MXene.*

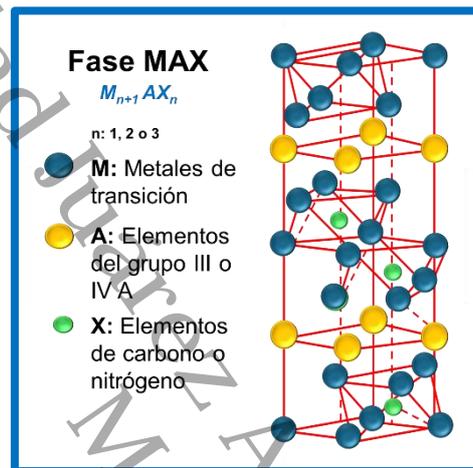


*Nota.* En el grabado selectivo la capa A es eliminada. Tomado de: (Srivastava et al., 2016)

La estructura de una fase MAX está representada en la Figura 5, donde los átomos M están dispuestos en estructuras compactas hexagonal y los átomos X llenan los sitios intersticiales octaédricos como se presenta en la Figura 5 (Alhabebe et al., 2017; Yuen et al., 2021).

**Figura 5**

*Estructura característica de la fase MAX.*



*Nota.* La estructura hexagonal de la fase MAX está formada por capas de metales de transición; A elementos del grupo III o IV A; X elementos de carbono o nitrógeno. Adaptado de: (Alhabebe et al., 2017).

En este sentido, los MXene son caracterizados por sus formas estructurales y químicas altamente ajustables permitiendo que funcionen como materiales activos en una variedad de aplicaciones (Ding et al., 2021). Son atractivos para reemplazar los materiales actuales en el almacenamiento de energía con fines ambientales, como el agua potable, por lo que han recibido mucho interés en este contexto, ya que son relativamente seguros, tienen un amplio espacio entre capas, son ambientalmente flexibles y tienen una excelente biocompatibilidad (B. Zhu et al., 2021). Por lo general, presentan un ancho de banda intermedio, que puede fluctuar entre 0.05 y 2.87 eV, según sea su composición química (Solangi et al., 2023).

La fórmula general, para la obtención de un MXene, está descrita en la Ecuación 1 (Amrillah et al., 2022):



Donde: (n = 1-3)

M: metales de transición (Ti, Zr, Ta, Nb, V, Mo, etc.); X: elementos de carbono o nitrógeno (C y N); T<sub>x</sub>: grupo de terminación superficial (-OH, -F, -O).

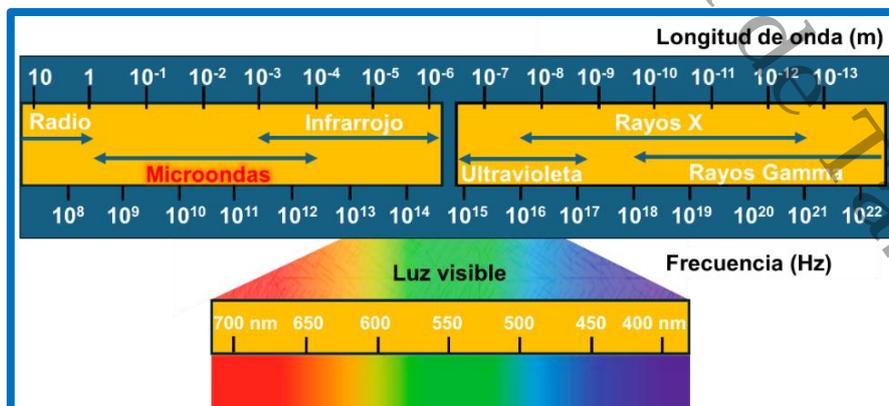
## 2.5 Método de síntesis

### 2.5.1 Síntesis asistida por microonda

Las microondas son radiaciones electromagnéticas, la cuales se presentan en oscilaciones sincronizadas de los campos eléctricos y magnéticos que se propagan a la velocidad de la luz a través del vacío; estas se encuentran dentro de la región del espectro electromagnético (Figura 6) y están situadas entre las ondas infrarrojas y las ondas de radio y cuentan con una longitud de onda entre 1 m y 1 mm o como bandas de frecuencia de entre 0.3 a 300 GHz (Imoisili & Jen, 2023).

**Figura 6**

*Representación del espectro electromagnético y rango de la luz visible.*



*Nota.* El espectro electromagnético incluye el rango correspondiente a la luz visible, comprendido entre los 400 y 700 nm. Adaptado de: (Lárez-Velásquez & García, 2020).

El uso de microondas se ha consolidado como una herramienta eficaz en diversas aplicaciones químicas, principalmente como fuente de energía para inducir reacciones. Esto se debe a su capacidad para calentar la materia de manera eficiente a través del calentamiento dieléctrico, un proceso basado en la habilidad de ciertos materiales (como solventes o reactivos) para absorber la energía de las microondas y transformarla en calor (Falk et al., 2018).

El calentamiento por microondas depende fundamentalmente de la interacción entre los campos electromagnéticos y las propiedades intrínsecas del material, como la polaridad molecular, tamaño, constante dieléctrica y factor de pérdida dieléctrica, entre otras (Cabezas et al., 2025). Este fenómeno incrementa la energía cinética de las especies en el sistema mediante dos mecanismos principales:

- Conducción iónica: ocurre cuando los iones cargados oscilan bajo el campo eléctrico de las microondas. Estas oscilaciones generan corrientes internas y producen calor al colisionar con moléculas cercanas.
- Polarización dipolar: presente en sustancias que contienen moléculas polares. Estas moléculas alternan su orientación de manera continua en respuesta al campo eléctrico oscilante, lo que genera fricción intermolecular y, por ende, calor.

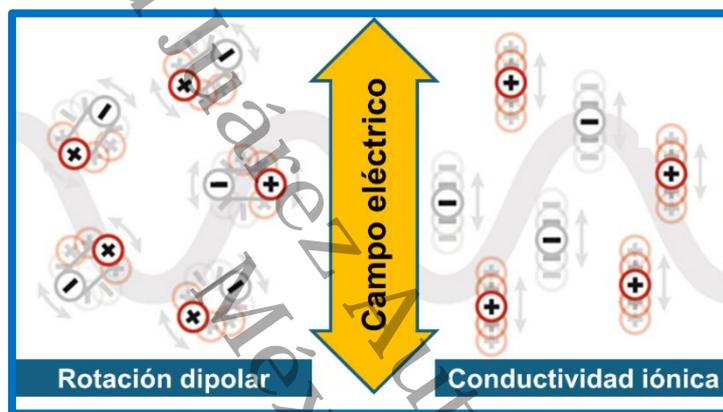
El calentamiento por microondas permite una transferencia directa de energía al material irradiado, lo que favorece una interacción más eficiente a nivel molecular con el campo electromagnético. A diferencia del calentamiento convencional, este proceso genera un aumento rápido y uniforme de temperatura desde el interior hacia el exterior del sistema, lo que mejora la cinética de reacción (Aguilar-Castro et al., 2020).

En la síntesis asistida por microondas, el paso de corriente eléctrica a través del magnetrón del equipo produce un campo electromagnético oscilante que interactúa principalmente con moléculas polares del medio. Esta interacción promueve fenómenos de rotación dipolar y conducción iónica, tal como se representa en la Figura 7, donde se muestra

cómo el campo eléctrico alternante induce la orientación de dipolos y el movimiento oscilatorio de iones cargados, procesos responsables de la generación de calor. Para lograr una conversión eficiente de la energía de microondas en energía térmica, es esencial emplear solventes polares (como agua o etanol) debido a su alta capacidad de absorción dieléctrica (Gavernet, 2021).

### Figura 7

*Mecanismos de interacción de las microondas con la materia: rotación dipolar y conducción iónica.*



*Nota.* Principales mecanismos responsables del calentamiento dieléctrico inducido por microondas: rotación dipolar y conductividad iónica. Adaptado de: (Osman et al., 2021).

## 2.6 Fotocatálisis

La fotocatálisis es una reacción fotoinducida que se acelera por la presencia de un catalizador. La reacción se lleva a cabo cuando se activan mediante la absorción de un fotón con suficiente energía (igual o mayor que la energía del catalizador). La absorción conduce a una separación de carga, debido a la promoción de un electrón ( $e^-$ ) de la BV del catalizador semiconductor a la BC, generando así un hueco ( $h^+$ ) en la banda de valencia. Para favorecer la reacción de fotocatálisis, se debe evitar la recombinación del electrón y el hueco (Sadikin et al., 2023).

Para tener un buen sistema fotocatalítico, se consideran características, tales como: brecha de energía, morfología, área de superficie alta, estabilidad y reutilización. Estas

características, convierten a la fotocatalisis en un proceso efectivo, debido al bajo costo de los semiconductores y su capacidad para lograr una buena mineralización. Sin embargo, existen dos tipos de fotocatalisis, como son la *fotocatalisis homogénea* y *fotocatalisis heterogénea*.

La fotocatalisis homogénea, también conocida como Foto-Fenton, consiste en la reacción del peróxido de hidrógeno con sales ferrosas, generando así radicales hidroxilos ( $\bullet\text{OH}$ ) en condiciones de pH ácido a temperaturas moderadas. La **fotocatalisis heterogénea**, por su parte, está integrada por óxidos metálicos semiconductores acoplados o dopados, donde estos absorben fotones de luz, lo cual conlleva a la generación de pares de electrones, iniciados por la absorción de luz con energía igual o mayor que el intervalo de la brecha energética (Suliman et al., 2024).

En este proceso, el catalizador semiconductor es iluminado con una radiación de energía ( $h\nu$ ) mayor o igual a la energía que posee la banda prohibida del catalizador, para producir pares electrón-hueco ( $e^-/h^+$ ), mediante la excitación de electrones de la BV a la BC, Ecuación 2:

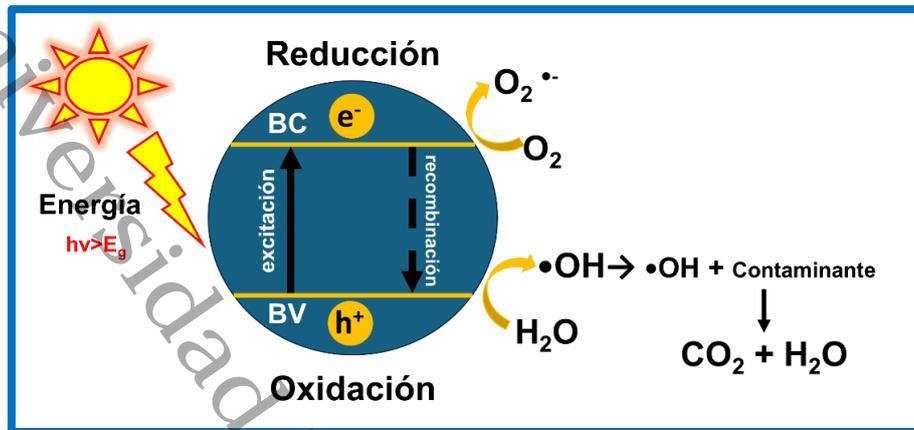


Los  $e^-$  y los  $h^+$  se transfieren hacia la superficie del catalizador semiconductor donde interactúan con las moléculas de agua adsorbidas, oxígeno disuelto y grupos hidroxilos, originando reacciones simultáneas de oxidación (reaccionan con  $h^+$ ) y reducción (reaccionan con  $e^-$ ) con las especies adsorbidas (Ecuación 3 y 4) (Rashid et al., 2021).



Figura 8

Diagrama esquemático del mecanismo de la reacción de la fotocatalisis heterogénea.



*Nota.* El esquema representa un proceso de fotocatalisis, donde la luz solar excita un material semiconductor, generando electrones ( $e^-$ ) y huecos ( $h^+$ ), los cuales degradan al contaminante convirtiéndolos a  $CO_2$  y  $H_2O$ . Adaptado de: (Soltani & Lee, 2020)

## 2.7 Contaminantes emergentes

Aquellos compuestos químicos que son depositados en el medio ambiente y que no están regulados y/o monitoreados, reciben el nombre de *contaminantes emergentes*. Estos compuestos provocan daños ambientales y afectaciones en la salud de todos los seres vivos. Esto se refleja en los efectos negativos de parámetros que son considerados relativamente importante y que se derivan por la resistencia que las bacterias adquieren mediante los antibióticos o cualquier otro tipo de contaminante (Ruziwa et al., 2023).

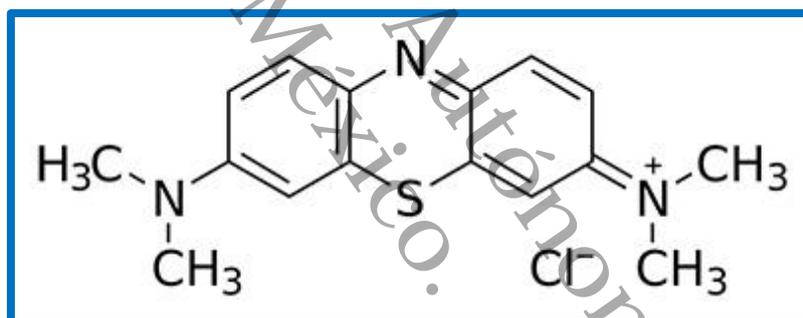
Dentro de su clasificación estos pueden ser aplicados tanto en productos cotidianos, domésticos e industriales; tales como: pesticidas, herbicidas, detergentes, combustible, aditivos, colorantes, tintes textiles, productos de cuidado personal y productos farmacéuticos como: hormonas, antibióticos, analgésicos y antiinflamatorios, entre otros (Torres et al., 2023).

### 2.7.1 Azul de metileno (AM)

El azul de metileno (AM) es un compuesto orgánico de tipo colorante heterocíclico con estructura aromática, clasificado como tiazina catiónica; su fórmula molecular es  $C_{16}H_{18}N_3ClS$ . Presenta una alta solubilidad en agua, lo que le permite formar soluciones estables a temperatura ambiente. Desde el punto de vista químico, pertenece a los colorantes de tipo polimetina, los cuales contienen grupos amino con propiedades autocromáticas, y se comporta como un compuesto cargado positivamente. De acuerdo con la nomenclatura establecida por la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (IUPAC), su nombre sistemático es cloruro de 3,7-bis(dimetilamino)fenotiazina, también conocido como cloruro de tetrametilitionina (Hao & Ho, 2019). La Figura 9 ilustra su modelo estructural.

**Figura 9**

*Estructura de la molécula del colorante Azul de metileno.*



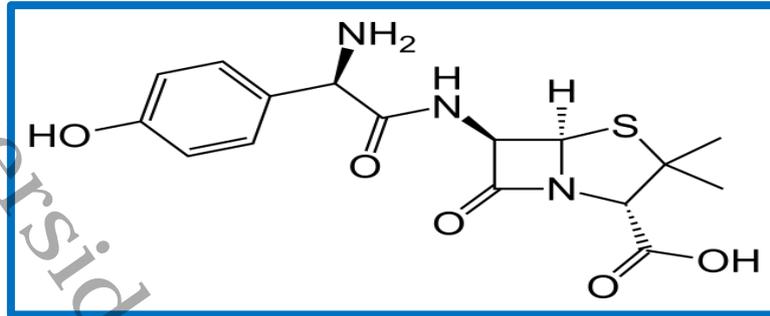
*Nota.* Tomado de (I. Khan et al., 2022).

### 2.7.2 Amoxicilina (AMX)

La amoxicilina (AMX) es un antibiótico semisintético del grupo de las aminopenicilinas dentro de la familia de los  $\beta$ -lactámicos; su fórmula molecular es  $C_{16}H_{19}N_3O_5S$ . En su forma trihidratada, exhibe buena solubilidad en agua, aunque es prácticamente insoluble en solventes no polares como cloroformo o benceno. Su estructura química consta de un núcleo  $\beta$ -lactámico fusionado a un anillo tiazolidínico, acompañado de un grupo amino y un radical p-hidroxifenil (Hao & Ho, 2019). La Figura 10 ilustra su modelo estructural.

**Figura 10**

Estructura de la molécula del antibiótico de Amoxicilina.



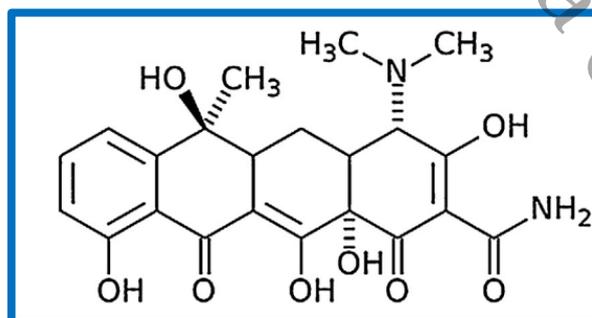
Nota. Tomado de (Suwondo et al., 2023).

### 2.7.3 Tetraciclina (TC)

La tetraciclina (TC) es un antibiótico de amplio espectro perteneciente a la familia de los tetraciclinas, derivados poliquetídicos caracterizados por un núcleo tetracíclico fusionado (anillos A, B, C y D); su fórmula molecular de referencia es  $C_{22}H_{24}N_2O_8$ . Por su esqueleto tetracíclico rígido, la molécula presenta regiones modificables (anillos A y C) que permiten generar derivados con diferentes propiedades farmacocinéticas, como mayor solubilidad o eficacia (Peiris et al., 2017). La Figura 11 ilustra su modelo estructural.

**Figura 11**

Estructura de la molécula del antibiótico de Tetraciclina.



Nota. Tomado de (de Cazes et al., 2014).

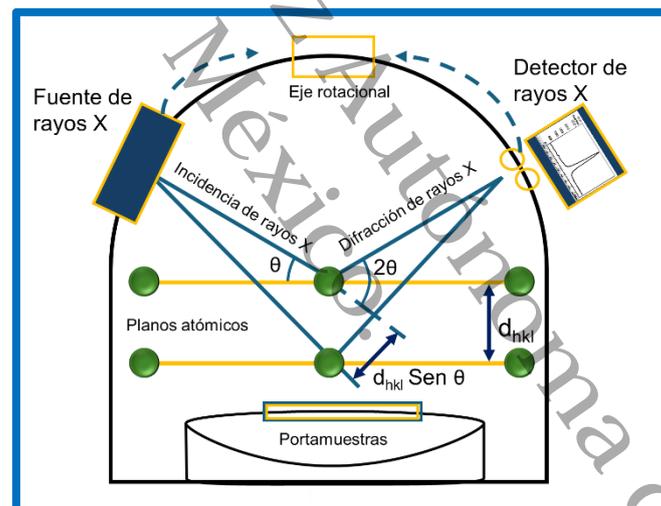
## 2.8 Técnicas de caracterización

### 2.8.1 Difracción de Rayos-X (DRX)

La técnica de Difracción de Rayos-X (DRX), es una técnica fundamental para determinar la estructura cristalina de los materiales. La Figura 12 muestra el principio de funcionamiento del método basado en la ley de Bragg, donde un haz de rayos X incide sobre un material cristalino con un ángulo de incidencia  $\theta$ , y es reflejado por los planos atómicos del cristal con el mismo ángulo  $\theta$ . Cuando se cumple la condición de interferencia constructiva, se genera un pico de difracción detectable por el sistema (Abraham et al., 2020; Raja et al., 2022)

**Figura 12**

*Esquema de difracción de rayos X de un sólido cristalino.*



*Nota.* Esquema que ilustra la interacción del haz de rayos X con los planos atómicos de un material cristalino, cumpliendo la Ley de Bragg. Adaptado de: (G. R. Khan, 2020).

El arreglo experimental ilustrado incluye una fuente de rayos X que emite radiación monocromática, un portamuestras y un detector. A medida que el haz incide en los planos cristalinos con espaciamiento  $d$ , los rayos se reflejan de forma coherente solo si se cumple la ecuación de Bragg (Ecuación 5) (Sonwane et al., 2000):

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (5)$$

Donde  $n$  es un número entero (orden de difracción),  $\lambda$  es la longitud de onda del haz incidente,  $d$  es la distancia interplanar y  $\theta$  es el ángulo de incidencia.

El detector recolecta la señal reflejada y genera un difractograma que representa la intensidad de la señal en función del ángulo  $2\theta$ . A partir de este patrón es posible identificar las fases cristalinas presentes, su grado de cristalinidad y calcular parámetros estructurales como el tamaño de cristalito (Sonwane et al., 2000).

A través de la ecuación de de Debye-Scherrer se obtiene información del tamaño de cristalito, el cual puede calcularse utilizando la Ecuación 6 (Hassanzadeh-Tabrizi, 2023):

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (6)$$

Donde  $D$  es el tamaño de cristal,  $\lambda$  es la longitud de onda del haz de rayos X,  $\beta$  es la anchura del pico a la altura media de este (Full Width at Half of the Maximum Intensity, FWHM) y  $K$  es la constante de Scherrer o factor de forma (0.94). Las fases cristalinas pueden ser identificadas mediante la base de datos Powder Diffraction File (PDF) (Bishnoi et al., 2017).

### **2.8.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)**

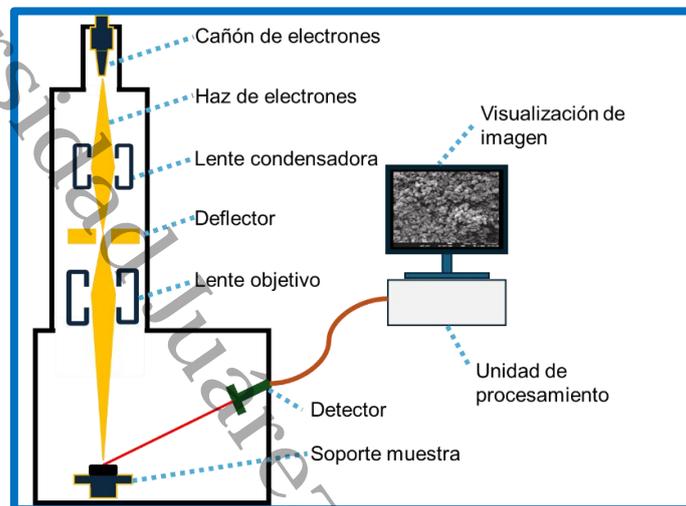
La Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) o SEM (por sus siglas en inglés Scanning Electron Microscopy), es una técnica ampliamente empleada para el análisis morfológico, topográfico y composicional de superficies. A través de esta técnica es posible obtener imágenes con alta resolución, revelando detalles estructurales que no son perceptibles mediante microscopía óptica convencional (Mayeen et al., 2018).

La Figura 13, muestra el esquema básico de funcionamiento del MEB. El proceso inicia con la emisión de un haz de electrones desde un filamento metálico (fuente de electrones), el cual es acelerado por un campo eléctrico y posteriormente focalizado por una serie de lentes electromagnéticas que dirigen el haz hacia la superficie de la muestra. Cuando los electrones inciden sobre el material, se generan diferentes tipos de señales, entre las

cuales destacan los electrones secundarios, que son captados por un detector especializado (Ahmad et al., 2021; Bhattacharya & Acharya, 2020).

### Figura 13

Esquema del funcionamiento del Microscopio Electrónico de Barrido



*Nota.* Los componentes básicos del Microscopio Electrónico de Barrido son: el cañón de electrones, el haz de electrones, los lentes, el deflector y el detector. Adaptado de: (Ghasempour-Mouziraji et al., 2024)

Estas señales electrónicas se convierten en una imagen que es visualizada en un monitor, permitiendo observar con gran detalle la morfología superficial del material. Además, dependiendo del equipo, es posible obtener información sobre la composición química mediante acoplamiento con detectores de rayos X (Ramesh et al., 2023).

### 2.8.3 Fisorción de nitrógeno

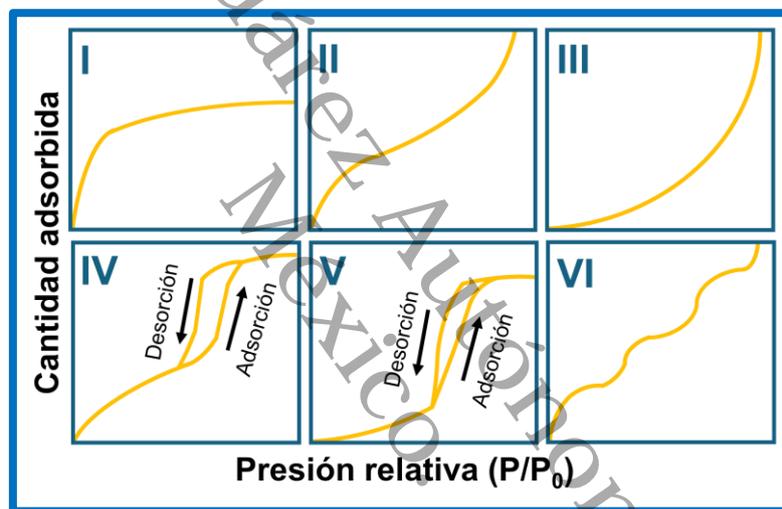
El método de Fisorción de nitrógeno ( $N_2$ ), consiste en la caracterización en el que se lleva a cabo la adsorción de nitrógeno con el fin de determinar las propiedades texturales del material. En el caso de sistemas gas/sólido, la adsorción tiene lugar a lo largo del área superficial del sólido. El material adsorbido ( $N_2$ ) es conocido como adsorbato, mientras que el adsorbtivo es el mismo componente en fase fluida ( $N_2$  gas), el sólido por otro lado recibe el

nombre de adsorbente. El término inverso a la adsorción es conocido como desorción (Ramezanipour Penchah & Maleki, 2024).

Mediante esta técnica, los sólidos tienden a ser clasificados de acuerdo con el tamaño de sus poros: 0-2 nm (microporos), 2-50 nm (mesoporos) y > 50 nm (macroporos) (Ghalkhani et al., 2021). Esta clasificación ha sido realizada para describir la naturaleza de los sólidos que dan lugar a los diferentes tipos de isothermas. En la Figura 14 se muestra la clasificación de isothermas de acuerdo a la IUPAC.

**Figura 14**

*Clasificación de los isothermas de adsorción según la IUPAC.*

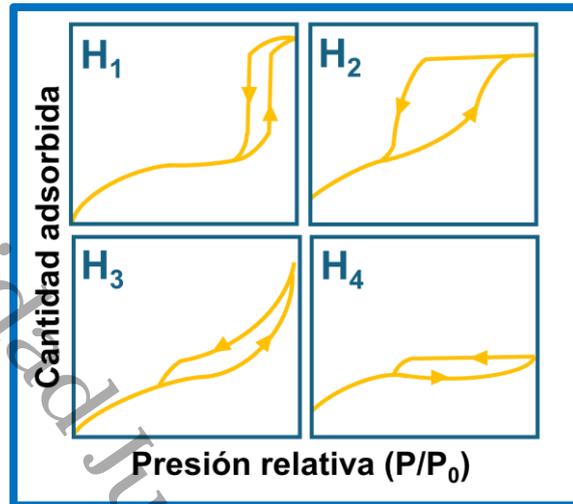


*Nota.* Las isothermas se clasifican en seis grupos, los cuales están influenciadas por la porosidad del material, según la IUPAC. Adaptado de: (Sotomayor et al., 2018)

La Figura 15, muestra la clasificación de las histeresis según la IUPAC, los cuales son productos de la evaporación en los mesoporos a una presión más baja que en la condensación capilar.

**Figura 15**

Clasificación de las histéresis según la IUPAC.



*Nota.* Lazos de histéresis obtenidos después de la adsorción. Adaptado de: (Sotomayor et al., 2018)

#### 2.8.4 Espectroscopía Ultravioleta-Visible

La espectroscopía Ultravioleta-Visible (UV-Vis) es una técnica analítica ampliamente utilizada para estudiar las propiedades ópticas de los materiales, como la absorbancia, la transmitancia y la reflectancia, en un rango de longitud de onda que abarca desde la región ultravioleta (190–400 nm) hasta el espectro visible (400–800 nm). Este método se basa en la capacidad de ciertas moléculas para absorber energía lumínica cuando la energía del fotón incidente coincide con la diferencia energética entre dos estados electrónicos permitidos, lo que induce una transición desde el estado basal al estado excitado (Abid et al., 2022).

La cuantificación de esta absorción se lleva a cabo mediante un instrumento llamado espectrofotómetro, el cual dirige un haz de luz monocromática a través de la muestra y mide la cantidad de radiación absorbida. Esta medición se rige por la ley de Lambert-Beer, que establece una relación directa entre la absorbancia y la concentración de la sustancia, de acuerdo con la Ecuación 7 (Gupta et al., 2022; N. Li et al., 2024).

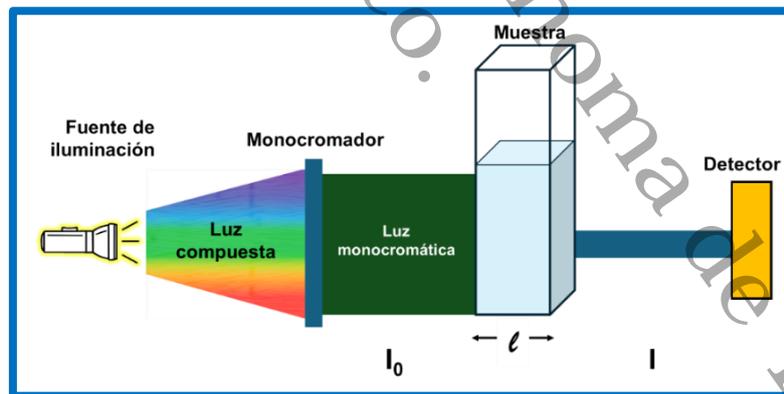
$$A = \log_{10} \left( \frac{I_0}{I} \right) = \epsilon c L \quad (7)$$

Donde A es la absorbancia,  $I_0$  la intensidad inicial del haz de luz, I la intensidad transmitida después de atravesar la muestra,  $\epsilon$  el coeficiente de absorptividad molar (característico de cada sustancia), c la concentración del analito, y L la longitud del trayecto óptico (Garrachón-Gómez et al., 2024).

La Figura 16 ilustra el principio de funcionamiento del espectrofotómetro UV-Vis. En este esquema, una fuente luminosa emite luz compuesta, la cual es dirigida hacia un monocromador que selecciona una longitud de onda específica. Esta luz monocromática atraviesa una celda que contiene la muestra, donde parte de la radiación es absorbida por las moléculas presentes. La intensidad restante es registrada por un detector, permitiendo así calcular la absorbancia y deducir información sobre la estructura electrónica o la concentración del compuesto (Garrachón-Gómez et al., 2024).

**Figura 16**

*Esquema del funcionamiento de un espectrofotómetro UV-Vis.*



*Nota.* Representación operación de un espectrofotómetro en la región UV-Vis (Garrachón-Gómez et al., 2024)

## Capítulo III. Desarrollo experimental

### 3.1 Metodología

#### 3.1.1 Síntesis del $Ti_3C_2$ (MXene) por el método asistido por microondas

La síntesis se llevó a cabo en el reactor *Microwave Reaction System Solv Anton Paar*, con base a lo reportado por López-Alejandro et al. (2025), en donde se utilizaron precursores como: agua ( $H_2O-d$ ), etanol ( $C_2H_6O$ ), ácido clorhídrico (HCl), fluoruro de amonio ( $NH_4F$ ) y como fase MAX: carburo de titanio y aluminio ( $Ti_3AlC_2$ ). La síntesis se dividió en dos procesos: grabado (eliminación de la capa de Al) y delaminado (obtención del MXene en multicapas).

##### 3.1.1.1 Grabado

Se preparó una solución en un vaso de precipitado en donde se colocó 29.84 ml de  $H_2O-d$  y se adicionó 10.15 ml de HCl. Posteriormente se le agregó 5.9274 g de  $NH_4F$ . La solución preparada se colocó en un baño ultrasónico por 30 min. Finalmente, se añadió 0.5860 g de  $Ti_3AlC_2$  de manera intermitente a una agitación de 700 rpm durante 5 min.

La solución previamente preparada, se transfirió al reactor microondas, donde se utilizaron cuatro vasos de presión, de los cuales a uno de ellos se le adicionó la solución. Las condiciones de operación para la síntesis de nuestro material se presentan en la Tabla 1.

**Tabla 1**

*Condiciones de operación de la síntesis del MXene*

Etapa	Temperatura	Tiempo (min)
Rampa de temperatura	-----	15:00
Temperatura mantenida	140 °C	10:00
Enfriamiento	55 °C	-----

La solución resultante, se colocó en tubos de ensaye, con el fin de separar las fases (partículas y residuo sobrenadante) por lo que se centrifugaron a 2000 rpm durante 10 min. Seguidamente, las partículas se lavaron con  $H_2O-d$  hasta alcanzar un pH: 6. Finalmente

fueron colocados en un horno de secado a 100 °C durante 12 h y se procedió a la pulverización del material a través de un mortero de ágata.

### **3.1.1.2 Delaminado**

Se utilizó como agente intercalante Hidróxido de Tetrametilamonio ( $C_4H_{13}NO$ ) TMAOH. Para ello, se preparó una solución de agua:TMAOH (35 ml de  $H_2O-d$  y 0.3444 ml de TMAOH). Seguidamente, se agregó de manera intermitente 0.3507 g de la muestra de MXene durante 5 min. Posteriormente, esta solución se dejó agitando de manera constante a temperatura ambiente durante 12 h. Todo el material resultante, se lavó y centrifugó con agua desionizada, hasta alcanzar un pH:7. Finalmente se secó a 100°C durante 12 h y fue pulverizada. La muestra obtenida fue etiquetada como MXene.

### **3.1.2 Síntesis del $TiO_2$ por el método asistido por microondas**

La síntesis se llevó a cabo en el reactor con base a un trabajo previo reportado por Villarreal et al. (2018), utilizando precursores como: agua ( $H_2O-d$ ), etanol ( $C_2H_6O$ ), ácido clorhídrico (HCl), tetrabutóxido de titanio ( $Ti_4C_{16}H_{36}O_4$ ).

Se preparó una solución en un vaso de precipitado en donde se colocó 20.5 ml de  $C_2H_6O$  y se añadió 3.876 ml de  $Ti_4C_{16}H_{36}O_4$ . Posteriormente se le adicionó 25 ml de  $H_2O-d$  y 0.625 ml de HCl. La solución preparada se colocó a una agitación en una parrilla a 700 rpm durante 10 min.

La solución previamente preparada, se transfirió al reactor microondas, donde se utilizaron cuatro vasos de presión, de los cuales a uno de ellos se le adicionó la solución. Las condiciones de operación para la síntesis del material se presentan en la Tabla 2.

**Tabla 2***Condiciones de operación de la síntesis del TiO<sub>2</sub>*

<b>Etapas</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Tiempo (min)</b>
Rampa de potencia	-----	15:00
Potencia mantenida	500 W	20:00
Enfriamiento	55 °C	-----

La solución resultante, se colocó en tubos de ensaye y mediante centrifugación de 2000 rpm durante 10 min se llevó a cabo la separación de fases. Las partículas fueron lavados con H<sub>2</sub>O-d. Finalmente fueron colocados en un horno de secado a 100 °C durante 12 h y se procedió a la pulverización del material obtenido a través de un mortero de ágata. La muestra fue etiquetada como TiO<sub>2</sub>.

### 3.1.3 Síntesis del MXene-TiO<sub>2</sub> por el método asistido por microondas

La síntesis de los compuestos MXene-TiO<sub>2</sub>, se llevó a cabo mediante una reacción de TiO<sub>2</sub> *in situ*, agregando diferente % máscicos del MXene delaminado.

Se preparó una solución en un vaso de precipitado similar a la síntesis del TiO<sub>2</sub> previamente descrita, sin embargo, a esta se le agregó la carga del MXene según el % máscico asignado (2, 5 y 10%), como se presenta en la Tabla 3. La solución preparada se colocó a una agitación en una parrilla a 700 rpm durante 10 min.

**Tabla 3***Porcentaje en masa incorporada de MXene al TiO<sub>2</sub>*

<b>Porcentaje máscico de MXene</b>	2 %	5 %	10 %
<b>Masa de MXene</b>	0.015 g	0.035 g	0.07 g

La solución previamente preparada, se transfirió al reactor microondas, donde se utilizaron cuatro vasos de presión, de los cuales a uno de ellos se le adicionó la solución. Las condiciones de operación para la síntesis se presentan en la Tabla 4.

**Tabla 4***Condiciones de operación de la síntesis MXene-TiO<sub>2</sub>*

<b>Etapas</b>	<b>Temperatura</b>	<b>Tiempo (min)</b>
Rampa de potencia	-----	15:00
Potencia mantenida	500 W	20:00
Enfriamiento	55 °C	-----

La solución resultante, se colocó en tubos de ensaye, y mediante centrifugación de 2000 rpm durante 10 min se llevó a cabo la separación de fases. Las partículas fueron lavados con H<sub>2</sub>O-d. Finalmente fueron colocados en un horno de secado a 100 °C por 12. Las muestras fueron etiquetadas, según el % de MXene incorporado, tales como: 2% MXene- TiO<sub>2</sub>, 5% MXene- TiO<sub>2</sub> y 10% MXene- TiO<sub>2</sub>.

### **3.2 Condiciones experimentales de las técnicas de caracterización**

#### **3.2.1 Difracción de Rayos X (DRX)**

La medición de difracción de rayos X de los polvos sintetizados, se determinó mediante un difractómetro de rayos X con radiación Cu-K $\alpha$  (difractómetro Rigaku, modelo Ultima IV) con longitud de onda de 1.544 Å a una velocidad de barrido de 5 min<sup>-1</sup> en el rango 2-theta de 3–80° y 20-80°, según las muestras a medir.

#### **3.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)**

La microscopía electrónica de barrido se realizó en un microscopio electrónico de barrido de la marca JEOL JSM-6390 LA. Para la toma de las imágenes, se trabajó con un voltaje de aceleración de los electrones de voltaje de 10 Kv. Las imágenes fueron analizadas utilizando el software DigitalMicrograph.

### **3.2.3 Fisisorción de Nitrógeno**

Los análisis texturales, se caracterizaron por fisisorción de nitrógeno a través del equipo Autosorb iQ. Se usó una temperatura de 200 °C (473.15 K) para el proceso de desgasificación a fin de asegurar que las superficies de las muestras se encontraran limpias. El análisis de fisisorción de nitrógeno (N<sub>2</sub>) se realizó a temperatura constante, usando un baño a temperatura del nitrógeno líquido; -196.15 °C (77 K).

### **3.2.4 Espectroscopia UV-Vis**

La espectroscopia UV-Visible se realizó en un espectrofotómetro SHIMADZU modelo UV-2600 con una fuente de luz de 50 W halógena y lámpara de deuterio. Las mediciones se realizaron con un barrido en el rango de 250 a 800 nm. Esto, con la finalidad de conocer los bordes de absorción de los materiales y estimar los valores de las bandas prohibidas.

### **3.3 Evaluación de las pruebas fotocatalítica**

Para la evaluación de las pruebas fotocatalíticas, se prepararon soluciones de compuestos orgánicos como colorantes (azul de metileno) y antibióticos (amoxicilina y tetraciclina), a una concentración de 10 mg/L. Las pruebas evaluadas, se realizaron para conocer el efecto de degradación que producía el fotocatalizador sintetizado al activarlo con luz UV a temperatura ambiente.

Para cada una de las pruebas, se preparó una relación 3:1 de agua:fotocatalizador, la cual se sometió a ultrasonificación para que las partículas se dispersaran dentro de la misma. Posteriormente la solución se colocó dentro del reactor con lámpara UV, dicha solución se agitó sobre una parrilla a 250 rpm. Se tomó una alícuota sin activar la lámpara y posterior a ello, se procedió a activar la lámpara para que, a partir de ese momento, se tomaran cada 30 min por un lapso de 240 min (Arellano-Cortaza et al., 2021).

Cada una de las muestras, se colocaron dentro de tubos de ensaye, los cuales fueron sometidos a separación de fases mediante centrifugación para posteriormente ser medidos en una celda de cuarzo en el espectrofotómetro de UV-Vis con el cual se midió la absorbancia de cada una de las pruebas fotocatalíticas y con ello determinar el efecto de degradación.

## Capítulo IV. Resultados y discusiones

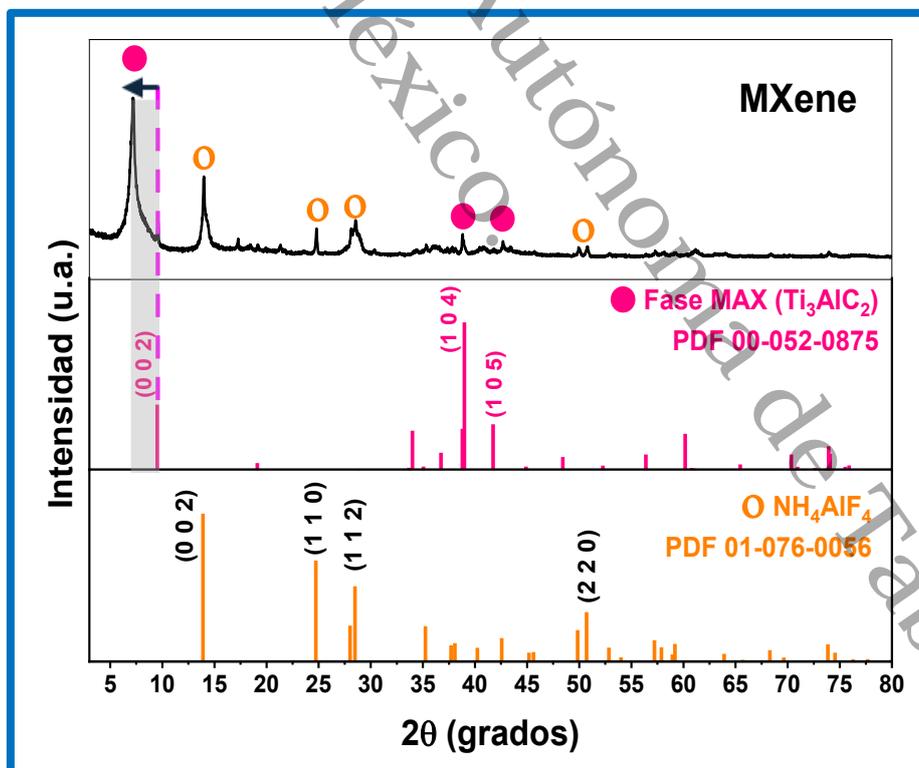
### 4.1 Difracción de rayos X (DRX)

#### 4.1.1 MXene

En la Figura 17 se muestra el patrón de difracción de rayos X correspondiente al material  $Ti_3C_2$  (MXene), comparado con las cartas cristalográficas de sus fases precursoras:  $Ti_3AlC_2$  (fase MAX, JCPDS 00-52-0875) y  $NH_4AlF_4$  (JCPDS 01-076-0056). Las mediciones se realizaron en un intervalo de  $2\theta$  de  $3^\circ$  a  $80^\circ$ , el cual permitió confirmar la transformación estructural que ocurre durante el proceso de síntesis del MXene mediante el grabado químico con  $NH_4AlF_4/HCl$ .

**Figura 17**

*Patrón de difracción de rayos X del del MXene sintetizado por el método de irradiación asistida por microondas.*



Los picos característicos de la fase MAX ( $Ti_3AlC_2$ ) se localizan en  $2\theta = 9.52^\circ$ ,  $39.04^\circ$  y  $41.8^\circ$ , correspondientes a los planos (002), (104) y (105), respectivamente (Fang et al., 2022), según su carta cristalográfica (JCPDS 00-52-0875). Sin embargo, tras el proceso de grabado,

las señales asociadas a los planos (104) y (105) casi desaparecieron, lo cual indica la eliminación efectiva de las capas de aluminio (Al) propias de la fase MAX. Este resultado es comparado con lo reportado por Yan Feng F., *et al*, (2022), donde explica que: los enlaces metálicos entre M-A (M: metales de transición; A: elementos III o IV A), son relativamente débiles en comparación con los enlaces M-X (M: metales de transición; X: metales de carbono o nitrógeno), por lo que al realizar la etapa del grabado, las capas "A" de la fase MAX, tienden a ser eliminadas y/o desplazadas a ángulos inferiores.

De esta misma forma, se observa un corrimiento del plano (002) desde  $2\theta = 9.52^\circ$  a aproximadamente  $7.2^\circ$ , lo cual se atribuye a la expansión interlaminar debida a la intercalación de especies químicas como cationes hidratados  $[\text{NH}_4(\text{H}_2\text{O})z]^+$  o moléculas de agua generados durante la reacción. Este desplazamiento hacia menores ángulos es un claro indicativo de la formación del material MXene con una estructura laminar expandida y exfoliada, lo cual confirmó que las capas de Al se eliminaron (L. Wang et al., 2020).

También se detectan señales adicionales en  $2\theta = 13.90^\circ$ ,  $24.73^\circ$ ,  $28.48^\circ$  y  $35.35^\circ$ , que corresponden a los planos cristalinos (002), (110), (112) y (220), respectivamente, los cuales se indexan al producto de  $\text{NH}_4\text{AlF}_4$  según la carta cristalográfica (JCPDS 01-076-0056). Estos picos son atribuidos a la ruta de grabado de las capas de Al ya que al emplear  $\text{NH}_4\text{F}/\text{HCl}$ , se generó como subproducto el  $\text{NH}_4\text{AlF}_4$  dentro de la reacción (Kvashina et al., 2020).

#### 4.1.2 $\text{TiO}_2$

En la Figura 18, se presenta el difractograma del  $\text{TiO}_2$ , en donde las mediciones se realizaron en un intervalo de  $2\theta$  entre  $20^\circ$ -  $80^\circ$ , identificándose múltiples picos de difracción asociados a distintas fases cristalinas del compuesto.

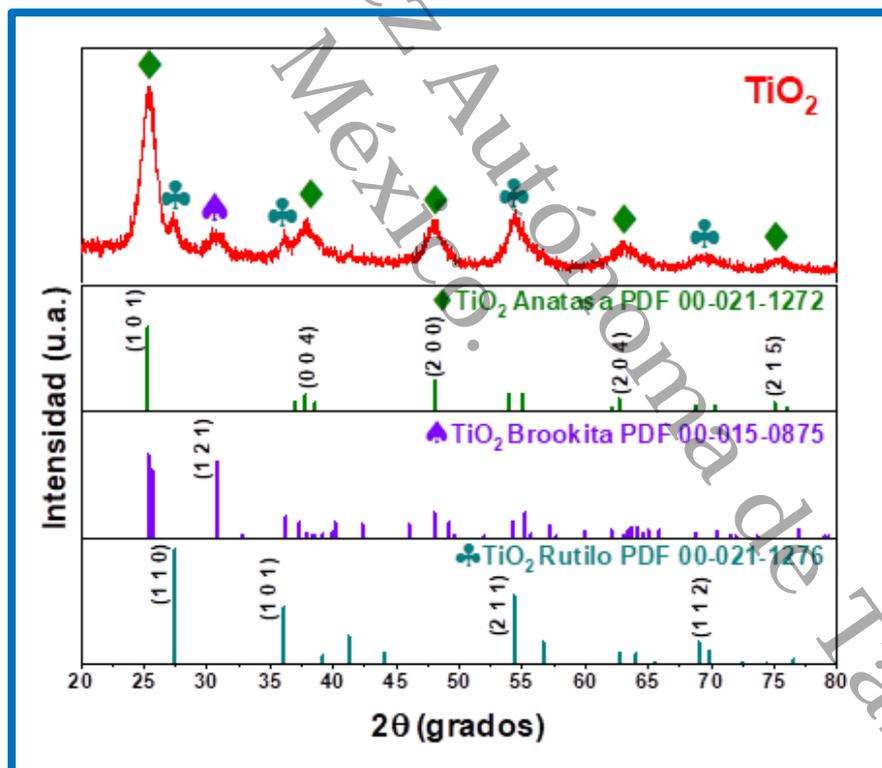
Los principales picos observados a  $2\theta = 25.28^\circ$ ,  $37.8^\circ$ ,  $48.05^\circ$ ,  $53.89^\circ$  y  $55.06^\circ$  corresponden a los planos (101), (004), (200), (105) y (211), respectivamente, asociados a la fase anatasa con estructura tetragonal, de acuerdo con la carta de cristalográfica JCPDS 00-021-1272. Esta fase se identifica como la más predominante en la muestra, lo que es

deseable para aplicaciones fotocatalíticas por su elevada eficiencia en la generación de especies reactivas bajo irradiación (Kubiak et al., 2020).

No obstante, también se perciben señales adicionales que indican la presencia de otras fases. Un pico menor centrado en  $2\theta = 30.80^\circ$  puede ser asignado al plano (121) de la fase brookita, según la carta cristalográfica JCPDS 00-015-0875. Asimismo, se identifican picos en  $27.45^\circ$ ,  $36.08^\circ$ ,  $54.33^\circ$  y  $69^\circ$ , los cuales corresponden a los planos (110), (101), (211) y (112), respectivamente, característicos de la fase rutilo, según la carta JCPDS 00-021-1276 (Falk et al., 2018).

**Figura 18**

*Patrón de difracción de rayos X del  $\text{TiO}_2$  sintetizado por el método de irradiación asistida por microondas.*



Estos resultados, confirman la formación polimórfica del material, resultado común en síntesis asistidas por microondas, donde el calentamiento volumétrico homogéneo promovido por la irradiación de microondas acelera los procesos de nucleación y cristalización,

permitiendo la formación simultánea de distintas fases en tiempos cortos y a temperaturas moderadas (Sharma et al., 2023).

Para evaluar el tamaño de cristal, se empleó la ecuación de Debye-Scherrer (Ecuación 6) considerando el pico correspondiente al plano (101) de la fase anatasa, obteniendo un valor de 6.15 nm para la muestra del  $\text{TiO}_2$ . La elección de este plano se debe a que es el más intenso y definido en el patrón de DRX, lo que permite una medición más precisa del ancho a media altura (FWHM). Además, presenta baja interferencia con las otras fases, por lo que es una referencia fiable para estimar la cristalinidad del material y compararla con otros trabajos.

En este sentido, el tamaño de cristal previamente estimado resulta ser menor en comparación con el obtenido por Kubiak et al. (2020) mediante un método similar asistido por microondas (12.7 nm) a una potencia y tiempo de reacción menor a lo empleado en nuestra síntesis, lo cual explica que, al aumentar la temperatura o la potencia, el sistema puede recibir más energía de la que puede absorber, generando alteraciones en la morfología final del material (Alwin et al., 2017).

En conjunto, los resultados de DRX confirman la obtención del  $\text{TiO}_2$  con fases Anatasa/Rutilo/Brookita, adecuado para aplicaciones fotocatalíticas, debido a la posible sinergia estructural entre las fases que favorece la separación de cargas y la reactividad superficial del material.

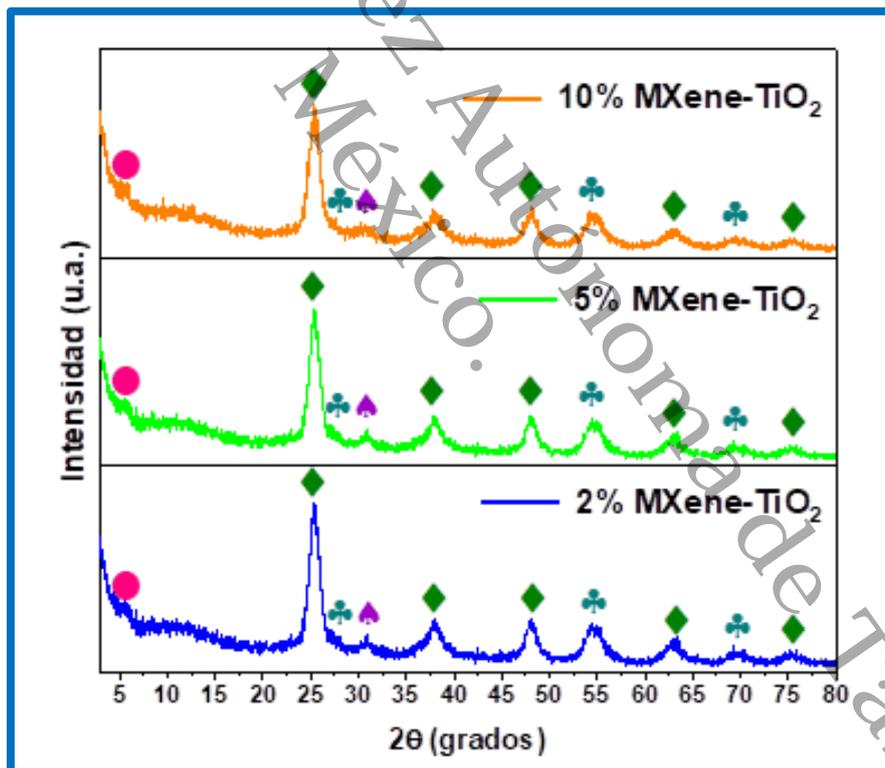
#### **4.1.3 MXene- $\text{TiO}_2$**

En la Figura 19 se presentan los patrones de difracción de rayos X correspondientes a los compuestos obtenidos por acoplamiento de  $\text{TiO}_2$  con diferentes porcentajes en masa de MXene: 2% MXene-  $\text{TiO}_2$ , 5% MXene-  $\text{TiO}_2$  y 10% MXene-  $\text{TiO}_2$ . Las mediciones se realizaron en un intervalo de  $2\theta$  de  $3^\circ$  a  $80^\circ$  con el objetivo de identificar tanto la preservación estructural del  $\text{TiO}_2$  como la incorporación efectiva del MXene.

Los resultados indican que los principales picos de difracción del  $\text{TiO}_2$  se mantienen en todos los patrones, siendo predominantes aquellos perteneciente a la fase anatasa, ubicados en  $2\theta = 25.3^\circ$ ,  $37.8^\circ$ ,  $48.0^\circ$ ,  $54.0^\circ$  y  $55.1^\circ$ , que corresponden a los planos (101), (004), (200), (105) y (211), respectivamente, de acuerdo con la carta JCPDS 00-021-1272. De igual forma, se observan señales menos intensas alrededor de  $2\theta = 27.4^\circ$ ,  $30.8^\circ$  y  $36.0^\circ$ , que pueden atribuirse a las fases rutilo y brookita, en los planos (110), (121) y (101), respectivamente. Esto sugiere que el acoplamiento con MXene no modifica la composición polimórfica del  $\text{TiO}_2$ , sino que conserva sus fases originales con lo reportado en la Figura 18.

**Figura 19**

*Patrón de difracción de rayos X del MXene- $\text{TiO}_2$  sintetizado por el método de irradiación asistida por microondas.*



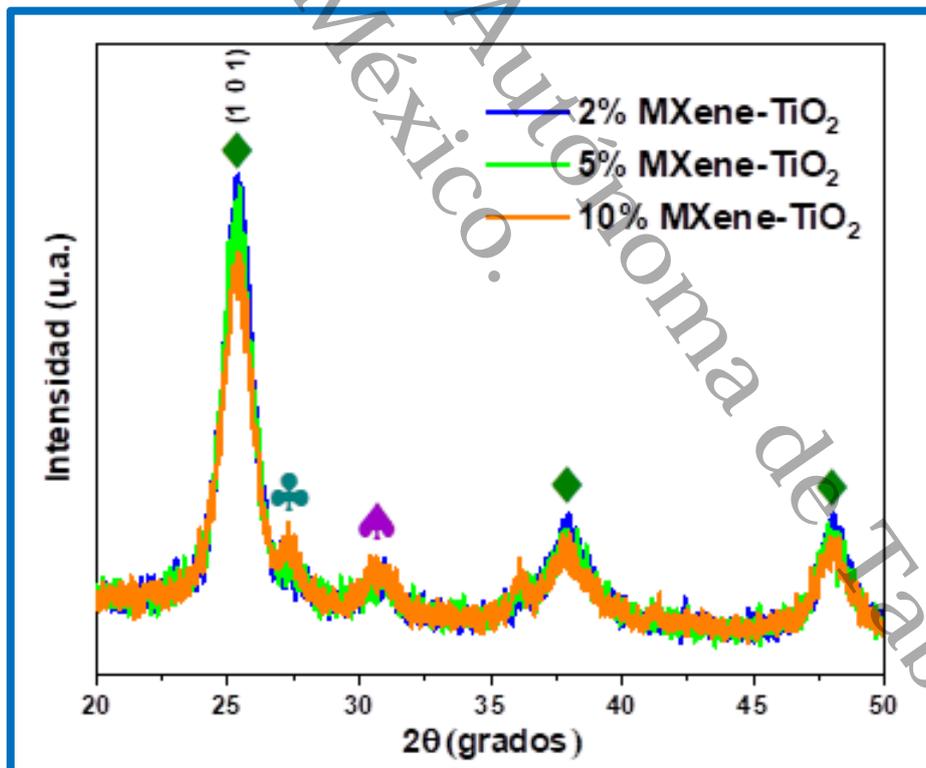
Un hallazgo notable es la aparición de un pico adicional en  $2\theta \approx 7.2^\circ$ , el cual está ausente en el  $\text{TiO}_2$  puro. Este plano se puede indexar al plano (002) del MXene, lo cual confirma su incorporación efectiva en el compuesto. El desplazamiento de esta señal respecto a la fase MAX original se atribuye al grabado selectivo del Al durante la síntesis del MXene,

lo cual genera una estructura con mayor distancia interlamina debido a la presencia de grupos funcionales superficiales ( $-\text{OH}$ ,  $-\text{F}$ ,  $-\text{O}$ ) (Fang et al., 2022; L. Wang et al., 2020).

En la Figura 20, se presenta la magnificación de los patrones de DRX de los compuestos, donde se aprecia una disminución en la intensidad de los picos, sobre todo en el pico de la anatasa (101) conforme aumenta el % de MXene. Esta variación puede estar asociada a un efecto en el que las láminas de MXene parcialmente recubren o dispersan sobre la superficie del  $\text{TiO}_2$ , afectando su orientación cristalográfica. Esta interacción superficial, no indica una pérdida de cristalinidad, sino más bien una posible formación de interfaces heteroestructuradas entre ambos componentes (Grzegórska, Gajewicz-Skretna, et al., 2023).

**Figura 20**

*Patrón magnificado de difracción de rayos X del MXene- $\text{TiO}_2$  en el plano (101).*



Para todos los compuestos, el tamaño de cristal fue estimado con la ecuación de Debye-Scherrer, utilizando el plano más intenso (101) de la fase anatasa. Esta elección se debe a que dicho plano presenta la mayor intensidad, es el más representativo de la

orientación preferencial del  $\text{TiO}_2$  y permite un cálculo más preciso del ancho a media altura (FWHM), tal como se explicó en el análisis anterior. Los resultados se resumen en la Tabla 5.

**Tabla 5**

*Estimación de los tamaños de cristales*

Fotocatalizador	Plano cristalino	Tamaño de cristal (nm)
$\text{TiO}_2$	(1 0 1)	6.15
2% MXene- $\text{TiO}_2$	(1 0 1)	6.20
5% MXene- $\text{TiO}_2$	(1 0 1)	6.18
10% MXene- $\text{TiO}_2$	(1 0 1)	5.75

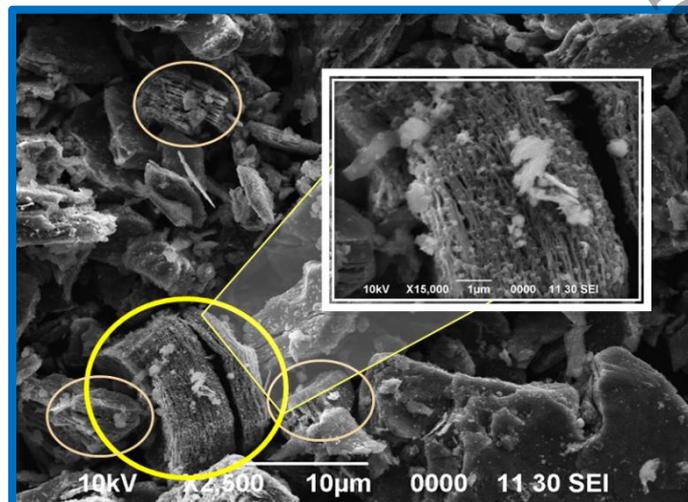
## 4.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

### 4.2.1 MXene

En la Figura 21 se muestra la micrografía electrónica de barrido correspondiente al material MXene obtenido a partir del precursor  $\text{Ti}_3\text{AlC}_2$  (fase MAX), la cual nos permite visualizar la estructura multicapa de las láminas resultantes, confirmando así la efectividad del proceso de eliminación del Al tras el proceso de grabado y delaminado.

**Figura 21**

*Micrografía del MXene delaminado derivado de  $\text{Ti}_3\text{AlC}_2$  (fase MAX).*



De acuerdo con los trabajos realizado por Soleimani et al. (2023) y Gao et al. (2021), reportan que los MXenes derivados de fases MAX presentan originalmente una estructura compacta en capas, donde el Ti se encuentra intercalado con átomos de C y Al. El proceso de grabado, que en este caso implicó la eliminación química del Al, promueve la formación de espacios interlaminares, permitiendo observar un apilamiento expandido característico. Esta morfología, se reporta como “estructura de acordeón”, la cual se observa tanto en la imagen principal como en el recuadro de mayor aumento.

El procedimiento de delaminación utilizado incluyó el uso de agentes intercalantes orgánicos, como el TMAOH, seguido de una etapa de agitación intensa. Como resultado, se obtuvieron láminas de  $Ti_3C_2$  con morfología laminar, flexible y parcialmente separada. En el inserto de la Figura 21, correspondiente a un aumento de 15 000X, se observan en mayor detalle las capas dispuestas de forma paralela.

Este resultado se correlaciona con lo obtenido en el difractograma de DRX, donde se obtuvo la evidencia cristalográfica del espaciado interlaminar y la formación del plano (002), el cual es un plano ampliamente reconocido como una señal directa de que se ha producido el grabado exitoso de la fase MAX, eliminando el Al interlaminar y expandiendo la distancia entre las capas. A través de estos resultados, nos permite visualizar directamente la morfología de esas capas, confirmando que el material no conserva una estructura compacta tipo MAX, sino que adopta una forma laminada y expandida, característica de los MXenes delaminados (Zhao et al., 2022).

#### **4.2.1 $TiO_2$**

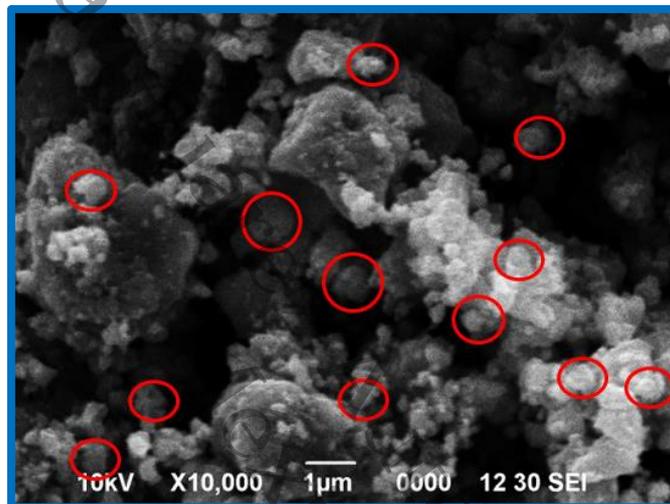
La Figura 22, muestra las micrografías obtenidas en el microscopio electrónico de barrido del  $TiO_2$  a un aumento de 10, 000X, con una escala de 1  $\mu m$ , lo cual permite observar la morfología de las partículas generadas.

El material presenta una morfología heterogénea, caracterizada por superficies irregulares y la formación de aglomeraciones de distintos tamaños marcadas con círculos

rojos. Estas aglomeraciones, tanto pequeñas como grandes, se encuentran distribuidas de forma no uniforme. Andrade-Guel et al. (2019), reporta que este tipo de morfología es típica en materiales obtenidos por síntesis rápida, como ocurre con la irradiación por microondas, que genera nucleaciones simultáneas favoreciendo el crecimiento parcial y la unión de partículas antes de su cristalización completa.

### Figura 22

*Micrografía del TiO<sub>2</sub> a magnificación de 10, 000X.*



Estos resultados concuerdan con lo observado en DRX, en donde se identificó la presencia de tres fases cristalinas: anatasa (fase mayoritaria), rutilo y brookita. Esta coexistencia polimórfica puede inducir heterogeneidad en los procesos de nucleación y crecimiento, favoreciendo la variación morfológica observada en la MEB. Las diferencias en la densidad y energía superficial entre las fases pueden influir en la forma, tamaño y grado de agregación de las partículas, explicando la distribución no uniforme y la presencia de partículas aglomeradas (Eddy et al., 2023).

#### 4.2.1 MXene-TiO<sub>2</sub>

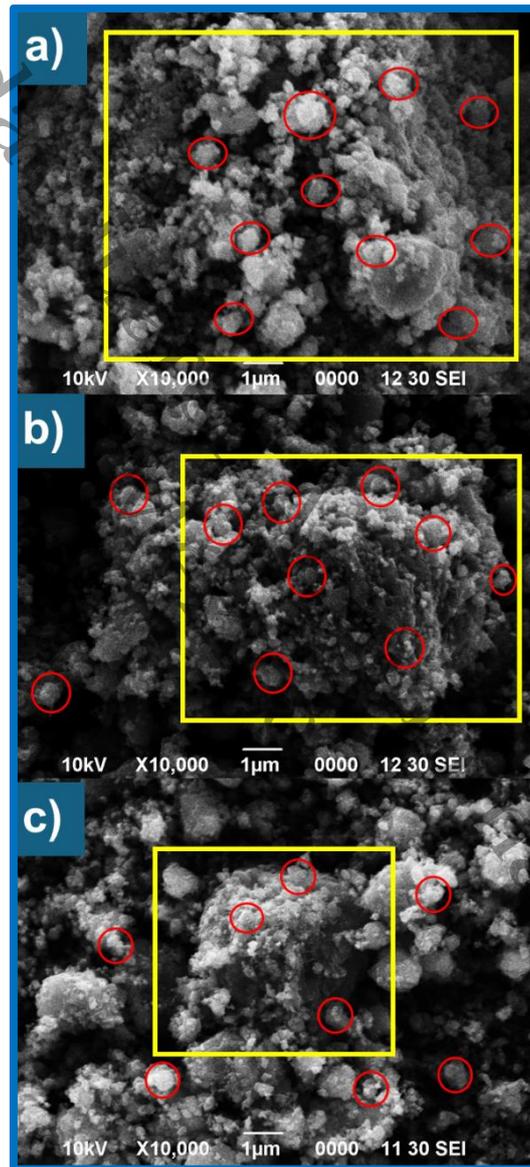
La Figura 23 muestra las micrografías correspondientes a los materiales compuestos obtenidos por acoplamiento de TiO<sub>2</sub> con diferentes proporciones en peso másico del MXene: 2% MXene- TiO<sub>2</sub>, 5% MXene- TiO<sub>2</sub> y 10% MXene- TiO<sub>2</sub>. Todas las imágenes fueron obtenidas

a un aumento de 10 000X, permitiendo observar los efectos del contenido de MXene sobre la morfología superficial del material final.

### Figura 23

Micrografías de los compuestos de MXene-TiO<sub>2</sub> a diferentes porcentajes de masa de MXene

a) 2% MXene-TiO<sub>2</sub>, b) 5% MXene-TiO<sub>2</sub>, c) 10% MXene-TiO<sub>2</sub> a magnificación de 10, 000X.



La Figura 23a, correspondiente al compuesto con 2 % MXene-TiO<sub>2</sub>, se observa una morfología superficial muy similar a la del TiO<sub>2</sub> prístino (Figura 22), con partículas de forma irregular con tendencia a la aglomeración. Se puede percibir un aumento en la cantidad de partículas pequeñas dispersas, lo cual sugiere que la adición del MXene en baja proporción

pudo haber favorecido una mejor dispersión y menor crecimiento de aglomerados. Este resultado coincide con lo reportado por Zhao et al. (2022), quienes reportaron que a bajas cargas de MXene, este se distribuye sobre la superficie del semiconductor sin alterar significativamente su estructura base, actuando como un agente dispersante.

La Figura 23b, correspondiente al compuesto 5% MXene-TiO<sub>2</sub>, la cual muestra la presencia de una estructura estratificada asociadas a las láminas del MXene. Estas capas se observan parcialmente cubiertas por partículas de TiO<sub>2</sub>, que aún conservan formas irregulares, aunque con un tamaño de aglomerado visiblemente menor. Esto puede deberse a la acción de las láminas del MXene como sustratos de crecimiento, favoreciendo la distribución superficial del TiO<sub>2</sub>. Según Soleimani et al. (2023), cuando el MXene se incorpora durante la etapa de agitación, las láminas tienden a posicionarse en la matriz y actuar como anclaje para la nucleación de partículas semiconductoras.

La Figura 23c por su parte, muestra la micrografía del acoplamiento del 10% MXene-TiO<sub>2</sub>, en donde se puede observar de forma más visible las estructuras laminares del MXene, alrededor de las cuales se disponen partículas de TiO<sub>2</sub>. A diferencia de las muestras anteriores, en esta muestra las partículas del semiconductores TiO<sub>2</sub>, aparecen menos aglomerados, posiblemente debido al mayor contenido de MXene, indicando una distribución más uniforme y limita el crecimiento descontrolado de los cristales. Este comportamiento también ha sido descrito por Gao et al. (2021), quienes reportan que cargas elevadas de MXene pueden actuar como una barrera física contra la aglomeración, aunque un exceso puede eventualmente cubrir demasiado la superficie activa del semiconductor.

Estos resultados obtenidos muestran que el contenido de MXene influye directamente sobre la morfología superficial del compuesto. A bajas concentraciones (2 %), el MXene no altera significativamente la estructura base del TiO<sub>2</sub>, pero mejora su dispersión. A proporciones intermedias (5 %), se promueve la formación de estructuras con características mixtas, mientras que a cargas más altas (10 %) se evidencia una separación de partículas semiconductoras y mayor presencia laminar del MXene.

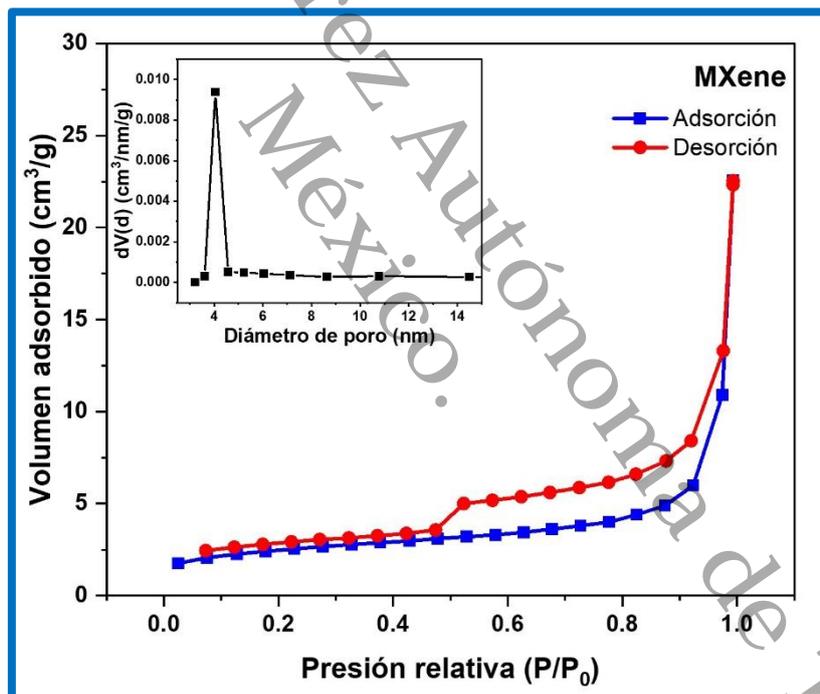
### 4.3 Fisisorción de nitrógeno

#### 4.3.1 MXene

La Figura 24 muestra la isoterma de adsorción-desorción de  $N_2$ , para la muestra del MXene. De acuerdo con la clasificación de isoterma establecidas por la IUPAC, se puede observar que la isoterma obtenida corresponde al tipo IV, típica de materiales mesoporosos. En la parte inicial de la isoterma se observa una pendiente suave, asociada al proceso de adsorción monocapa-multicapa, fenómeno característico de adsorbentes con estructura mesoporosa (J. Wang et al., 2024).

**Figura 24**

*Isoterma de adsorción-desorción de  $N_2$  del MXene y distribución de tamaño de poro.*



La presencia del lazo de histéresis en la región de presión relativa  $P/P_0 \approx 0.50-0.98$  indica un proceso de condensación capilar en los mesoporos del material. Este ciclo de histéresis se clasifica como tipo H3, que suele estar relacionado con estructuras compuestas por láminas o placas no completamente cerradas, como las típicamente observadas en materiales 2D como es el MXene (Rozmysłowska-Wojciechowska et al., 2020). Esto concuerda con la morfología tipo acordeón observada por MEB en este mismo material, así

como con el reflejo (002) detectado por DRX, el cual indica un aumento del espaciado interlaminar tras el grabado de la fase MAX.

Con base a la isoterma obtenida, se realizó la estimación del área superficial mediante la ecuación del método BET, obteniendo un valor de 8.831 m<sup>2</sup>/g. Dicho valor obtenido es comparable con el trabajo realizado por Grzegórska, Gajewicz-Skretna, et al. (2023), quienes también obtuvieron áreas similares en MXenes tratados a temperaturas moderadas. En su estudio se señala que tanto el tiempo como la temperatura de reacción influyen significativamente en el desarrollo del área superficial.

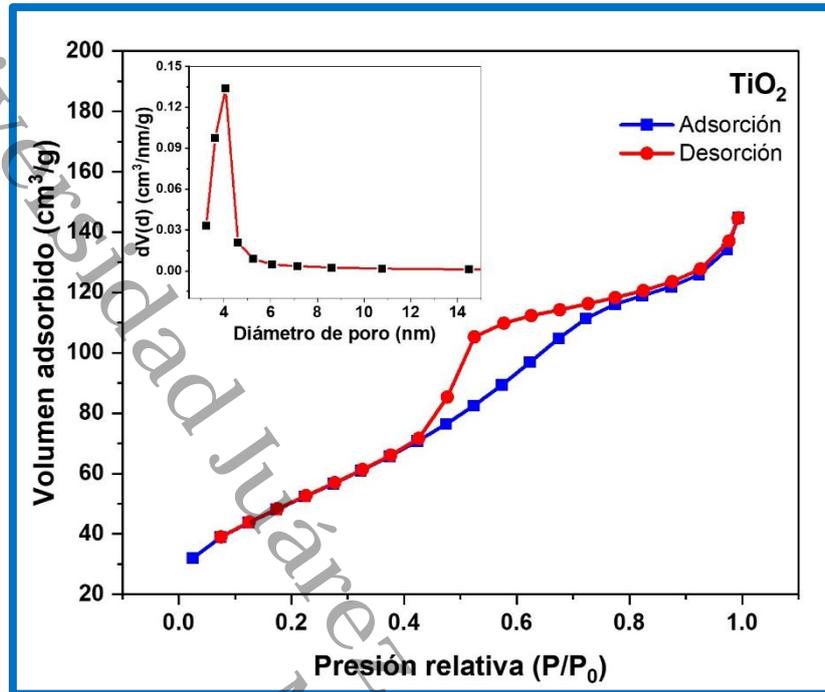
Por otra parte, el análisis de distribución del tamaño de poro mediante el método BJH (inserto de la Figura 24) dio como resultado un diámetro promedio de poro de 4.05 nm, confirmando la naturaleza mesoporosa del material (rango entre 2 y 50 nm). Además, se estimó un volumen de poro de 0.034 cm<sup>3</sup>/g, lo cual indica una capacidad de adsorción moderada, adecuada para procesos catalíticos y de transporte superficial de moléculas.

#### 4.3.2 TiO<sub>2</sub>

La Figura 25 muestra la isoterma de adsorción-desorción de las nanopartículas del TiO<sub>2</sub>. De acuerdo con la clasificación de la IUPAC, esta curva corresponde a una isoterma tipo IV, característica de materiales mesoporosos. En la región intermedia ( $P/P_0 \approx 0.40-0.80$ ) se presenta un lazo de histéresis bien definido, clasificado como tipo H2, el cual está asociado a sólidos formados por agregados de partículas de tamaño y forma no uniforme, y con poros del tipo cuello de botella, típicos de materiales con morfología compleja y conexiones porosas irregulares (Liu et al., 2022; Torres-Luna et al., 2014).

Figura 25

Isoterma de adsorción-desorción de  $N_2$  del  $TiO_2$  y distribución de tamaño de poro.



El área superficial calculada por el método BET dio una estimación de  $183.757 \text{ m}^2/\text{g}$ , notablemente superior al reportado en estudios similares como el de Kubiak et al. (2020) donde se obtuvo un valor de  $\sim 119 \text{ m}^2/\text{g}$  empleando también síntesis por microondas. Esta diferencia puede atribuirse a la mayor potencia de irradiación empleada en el presente trabajo ( $500 \text{ W}$ ), lo que favorece una nucleación más rápida y una mejor dispersión de partículas, contribuyendo así a un incremento en la superficie activa.

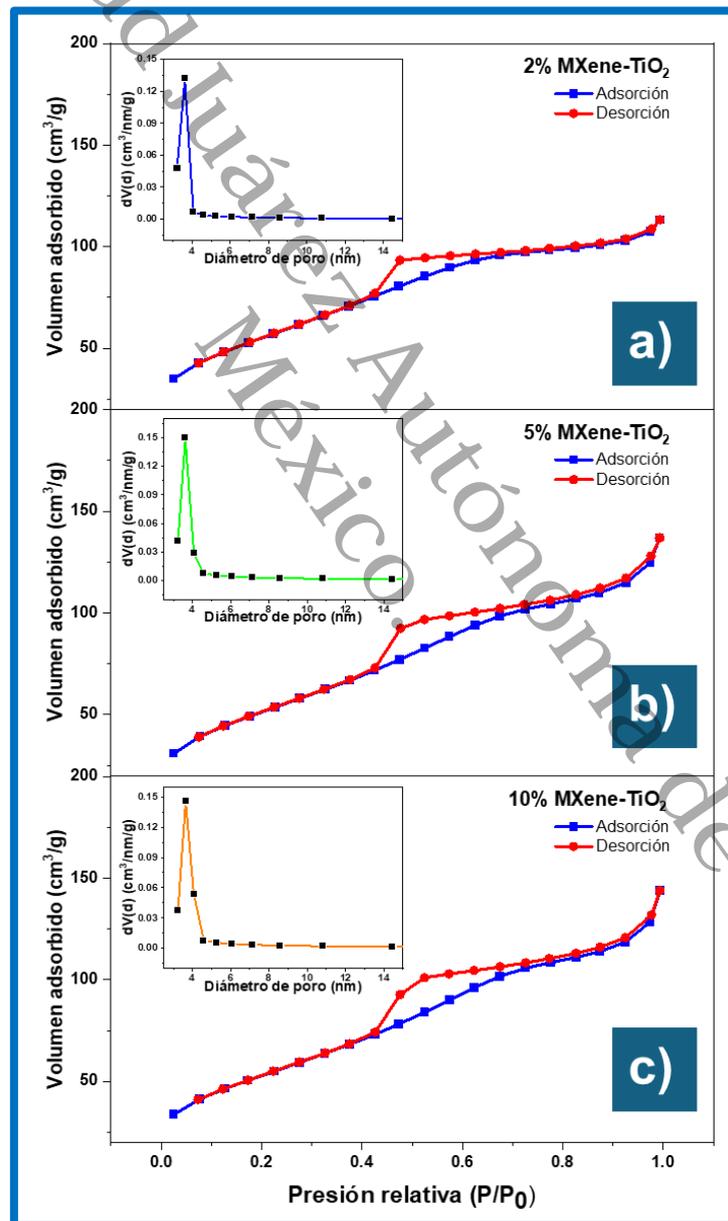
Por otro lado, el análisis del tamaño de poro mediante el método BJH (inserto en la Figura 25) mostró un diámetro promedio de  $4.064 \text{ nm}$ , confirmando la naturaleza mesoporosa del sistema. El volumen de poro fue estimado en  $0.193 \text{ cm}^3/\text{g}$ , lo que sugiere una red porosa, capaz de facilitar la difusión de moléculas y el acceso a los sitios activos durante procesos fotocatalíticos.

### 4.3.3 MXene-TiO<sub>2</sub>

La Figura 26 muestra las isothermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub> correspondientes a los materiales compuestos obtenidos por acoplamiento de TiO<sub>2</sub> con diferentes proporciones en peso másico del MXene: 2% MXene- TiO<sub>2</sub>, 5% MXene- TiO<sub>2</sub> y 10% MXene- TiO<sub>2</sub>.

**Figura 26**

*Isotermas de adsorción-desorción de N<sub>2</sub> de los acoplamientos de MXene-TiO<sub>2</sub> y distribución de tamaños de poros.*



De acuerdo con la clasificación de la IUPAC, todas las curvas corresponden a isotermas tipo IV, características de materiales mesoporosos, con la presencia de lazos de histéresis tipo H2 en el intervalo de presiones relativas  $P/P_0 \approx 0.40-0.70$ . Este tipo de histéresis se relaciona con estructuras compuestas por poros tipo cuello de botella generados entre partículas de forma y tamaño no uniforme e irregulares.

El análisis BET presentó que los compuestos obtenidos mostraron áreas superficiales específicas de: 200.193 m<sup>2</sup>/g (2% MXene-TiO<sub>2</sub>), 191.880 m<sup>2</sup>/g (5% MXene-TiO<sub>2</sub>) y 188.209 m<sup>2</sup>/g (10% MXene-TiO<sub>2</sub>). Estos valores son ligeramente superiores al área obtenida para el TiO<sub>2</sub> puro (183.757 m<sup>2</sup>/g), lo cual indica que la incorporación de MXene favoreció la dispersión superficial de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub>, generando un aumento en el área activa disponible. Sin embargo, también se observa una ligera disminución progresiva del área conforme aumenta el contenido de MXene, lo cual puede atribuirse al posible bloqueo parcial de los poros del MXene por las partículas de TiO<sub>2</sub> durante la síntesis.

Estos resultados contrastan positivamente con los reportados por S. Zhang et al. (2023) quienes sintetizaron el mismo sistema por método solvotermal y obtuvieron áreas de apenas ~ 60.47 m<sup>2</sup>/g. Esto sugiere que la síntesis asistida por microondas empleada en este trabajo genera estructuras más porosas y eficientes, con mayor accesibilidad superficial.

El análisis de la distribución del tamaño de poro mediante BJH mostró picos centrados en 3.618 nm (2% MXene-TiO<sub>2</sub>), 3.623 nm (5% MXene-TiO<sub>2</sub>) y 3.628 nm (10% MXene-TiO<sub>2</sub>), confirmando la naturaleza mesoporosa de todos los compuestos. Los volúmenes de poro estimados fueron de 0.110 cm<sup>3</sup>/g, 0.178 cm<sup>3</sup>/g y 0.166 cm<sup>3</sup>/g, respectivamente. A pesar de las pequeñas variaciones, se observa que los valores se mantienen dentro de un rango óptimo para aplicaciones fotocatalíticas, ya que permiten una efectiva migración de moléculas reactivas hacia los sitios activos.

Estos resultados son favorables, debido a que se ha reportado que la presencia de un tamaño de poro pequeño favorece la migración de moléculas de reactivos y productos,

facilitando las reacciones fotocatalíticas, además que la mayor capacidad de adsorción de nitrógeno indica que se pueden proporcionar más sitios reactivos durante el proceso de reacción, lo que favorece la mejora de la actividad fotocatalítica (Y. Li et al., 2020).

La Tabla 6 resume los parámetros texturales obtenidos mediante análisis BET y BJH para las muestras MXene,  $\text{TiO}_2$  y los compuestos MXene- $\text{TiO}_2$ .

**Tabla 6**

*Parámetros texturales de las muestras MXene,  $\text{TiO}_2$  y los compuestos MXene- $\text{TiO}_2$  determinados mediante los métodos BET y BJH*

Muestra	Área superficial (m <sup>2</sup> /g)	Volumen de poro (cm <sup>3</sup> /g)	Tamaño de poro (diámetro nm)
Ti <sub>3</sub> C <sub>2</sub> (MXene)	8.831	0.034	4.050
TiO <sub>2</sub>	183.757	0.193	4.064
2%MXene-TiO <sub>2</sub>	200.193	0.110	3.618
5%MXene-TiO <sub>2</sub>	191.880	0.166	3.623
10%MXene-TiO <sub>2</sub>	188.209	0.178	3.628

#### 4.4 Espectroscopia UV-Vis

##### 4.4.1 MXene

La Figura 27 muestra los espectros de absorbancia en un rango de 250 a 800 nm. En el caso del MXene (espectro negro), se observa una absorción prácticamente plana y sin borde de absorción definido a lo largo del espectro, lo que refleja su alta conductividad eléctrica. A diferencia de materiales semiconductores, el Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> (MXene) no presenta transiciones electrónicas claramente visibles en el rango UV-Vis, y por tanto no exhibe un band gap óptico.

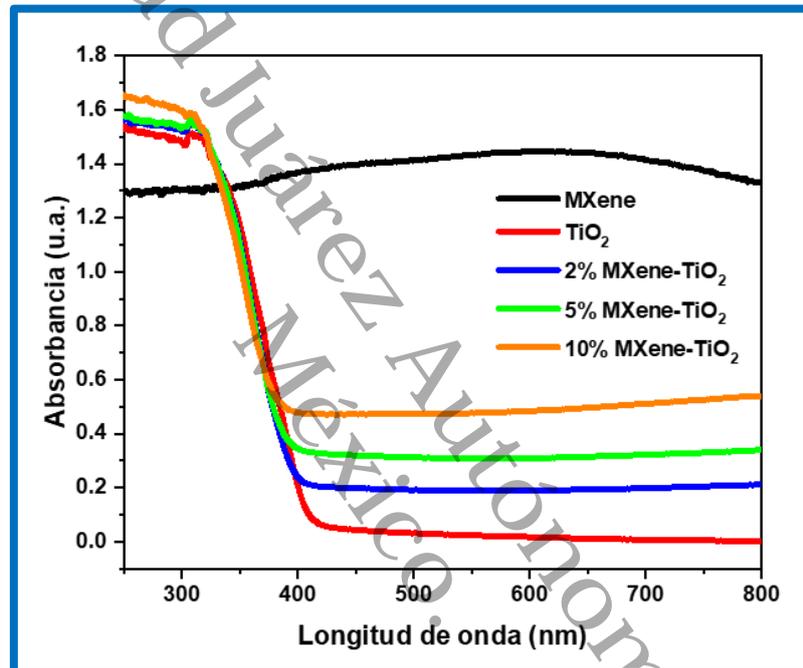
Este comportamiento espectral es típico de materiales conductores bidimensionales, y refuerza su potencial como componente auxiliar en sistemas fotocatalíticos, actuando como recolector de electrones y facilitador en la separación de cargas fotoinducidas (K. Huang et al., 2021).

#### 4.4.2 TiO<sub>2</sub>

La Figura 27 de igual forma presenta el espectro del TiO<sub>2</sub> puro (espectro rojo) el cual muestra una curva de absorbancia típica de semiconductores del tipo n, con una absorción pronunciada en la región del ultravioleta (UV) y una caída abrupta a partir de los 380–390 nm, lo que corresponde al borde de absorción óptica asociado a la fase anatasa.

**Figura 27**

*Espectros de absorción en UV-Vis de los fotocatalizadores sintetizados.*



Este resultado es consistente con lo observado en los análisis estructurales por DRX (predominio de la fase anatasa) y en los estudios morfológicos por SEM (partículas de morfología irregular con tendencia a aglomeración), así como con la alta área superficial obtenida por fisisorción de nitrógeno (Nasri et al., 2022).

#### 4.4.3 MXene-TiO<sub>2</sub>

Los espectros correspondientes a los compuestos 2% MXene- TiO<sub>2</sub>, 5% MXene- TiO<sub>2</sub> y 10% MXene- TiO<sub>2</sub> (líneas azul, verde y naranja, respectivamente) presentados en la Figura 27, muestran una forma general similar a la del TiO<sub>2</sub> puro, con absorción predominante en la región UV. Sin embargo, se observa un ligero incremento progresivo en la absorbancia

conforme aumenta el porcentaje de MXene, especialmente en la zona de 300–400 nm. Este fenómeno sugiere que el MXene favorece la captación de luz UV, posiblemente por su capacidad para actuar como recolector de fotones, y por su acoplamiento con los estados superficiales del TiO<sub>2</sub> (Hieu et al., 2021).

A pesar de que el borde de absorción se mantiene cercano al del TiO<sub>2</sub>, los compuestos mostraron un leve desplazamiento del borde hacia longitudes de onda menores (efecto blue shift), lo cual puede deberse a la interacción superficial o a la redistribución de niveles energéticos por el acoplamiento (H. Huang, 2021). Este cambio es sutil, pero funcionalmente importante, ya que la incrementada absorbancia en la región UV amplió la capacidad de recolección de energía fotónica, lo que mejora el rendimiento fotocatalítico del sistema.

#### 4.4.4 Estimación de las bandas energéticas de los materiales

Partiendo de los espectros de absorbancia obtenidos experimentalmente, se procedió a estimar la energía de banda prohibida ( $E_g$ ) para el TiO<sub>2</sub> puro y los compuestos MXene-TiO<sub>2</sub>, aplicando la función modificada de Kubelka-Munk. Este método es ampliamente utilizado para materiales en polvo, cuando se trabaja con reflectancia difusa (Adamu et al., 2023), la cual está establecida por la Ecuación 8:

$$F(R) = \frac{(1 - R)^2}{2R} \quad (8)$$

Donde R: reflectancia difusa y F(R): absorbancia.

Purbayanto et al., (2024) menciona que, para el cálculo de la brecha energética, se deben tener en cuenta también las transiciones electrónicas entre los niveles de energía, por lo que al modificar la Ecuación 8 se obtiene la Ecuación 9:

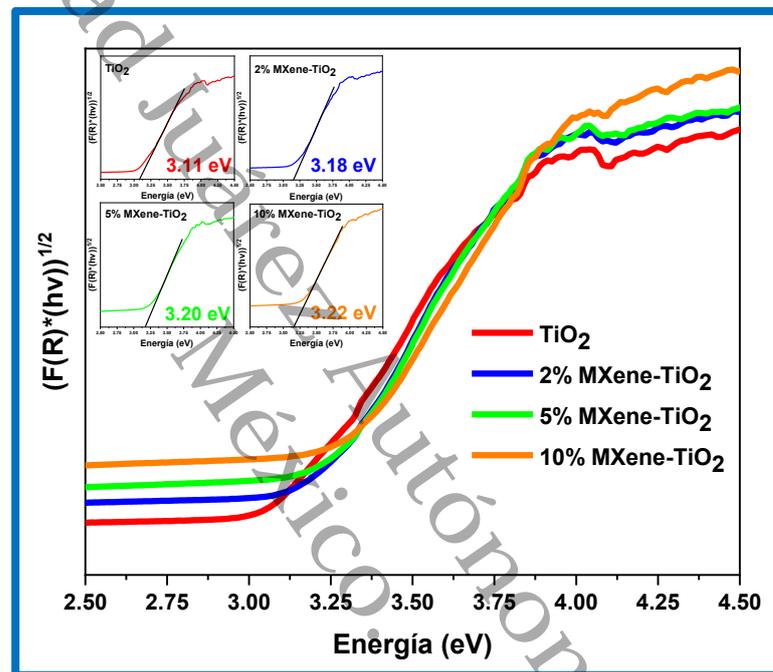
$$(F(R) * hv)^n \quad (9)$$

Donde hv: es la energía del fotón (eV) y n: depende del tipo de transición:  $n = \frac{1}{2}$  para transiciones indirectas permitidas, como se ha asumido en este caso.

En la Figura 28 se presentan las gráficas correspondientes al análisis de Kubelka-Munk para cada muestra. En los recuadros se muestra el ajuste lineal de la región activa de transición óptica, donde al aplicar la ecuación de la recta:  $y = mX + b$ , y despejando la variable  $X$ , se obtuvo el valor de banda prohibida en eV (Nasri et al., 2022).

**Figura 28**

*Cálculos de bandas de energía de los fotocatalizadores mediante el método de Kubelka-Munk.*



Se observa un aumento gradual del band gap a medida que se incrementa la carga de MXene sobre el  $\text{TiO}_2$ . Este fenómeno, conocido como blue-shift óptico, ha sido reportado en la literatura cuando se incorporan nanoláminas de alta conductividad como el MXene en sistemas semiconductores. Dicho efecto puede atribuirse a: modificaciones interfaciales entre  $\text{TiO}_2$  y  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  que alteran los niveles energéticos superficiales (Purbayanto et al., 2024); cambios morfológicos que afectan el tamaño de cristal (Preethi et al., 2017), como se evidenció en DRX, donde el  $\text{TiO}_2$  sintetizado por microondas presentó las fases anatasa, rutilo y brookita, y por lo tanto un comportamiento mixto; una posible reorganización electrónica local debida al acoplamiento con MXene, que modifica los caminos de excitación electrónica (Nasri et al., 2022).

Los datos presentados en la Tabla 7 confirman que la incorporación progresiva del MXene modifica la respuesta óptica de los materiales sintetizados, aumentando el  $E_g$  y desplazando ligeramente la longitud de onda de absorción hacia el UV. Los valores de  $E_g$  obtenidos concuerda con transiciones ópticas indirectas típicas de materiales con fases mixtas (anatasa/rutilo/brookita), como fue demostrado por DRX.

**Tabla 7**

*Estimación de los valores de longitud de onda de absorción y bandas de energías de los fotocatalizadores*

Fotocatalizador	Longitud de onda (nm)	Bandas de energía (eV)
TiO <sub>2</sub>	410.071	3.11
2% MXene-TiO <sub>2</sub>	400.649	3.18
5% MXene-TiO <sub>2</sub>	399.470	3.20
10% MXene-TiO <sub>2</sub>	399.690	3.22

*Nota.* El MXene no se considera en esta tabla porque no presenta un borde de absorción definido.

## 4.5 Pruebas fotocatalíticas

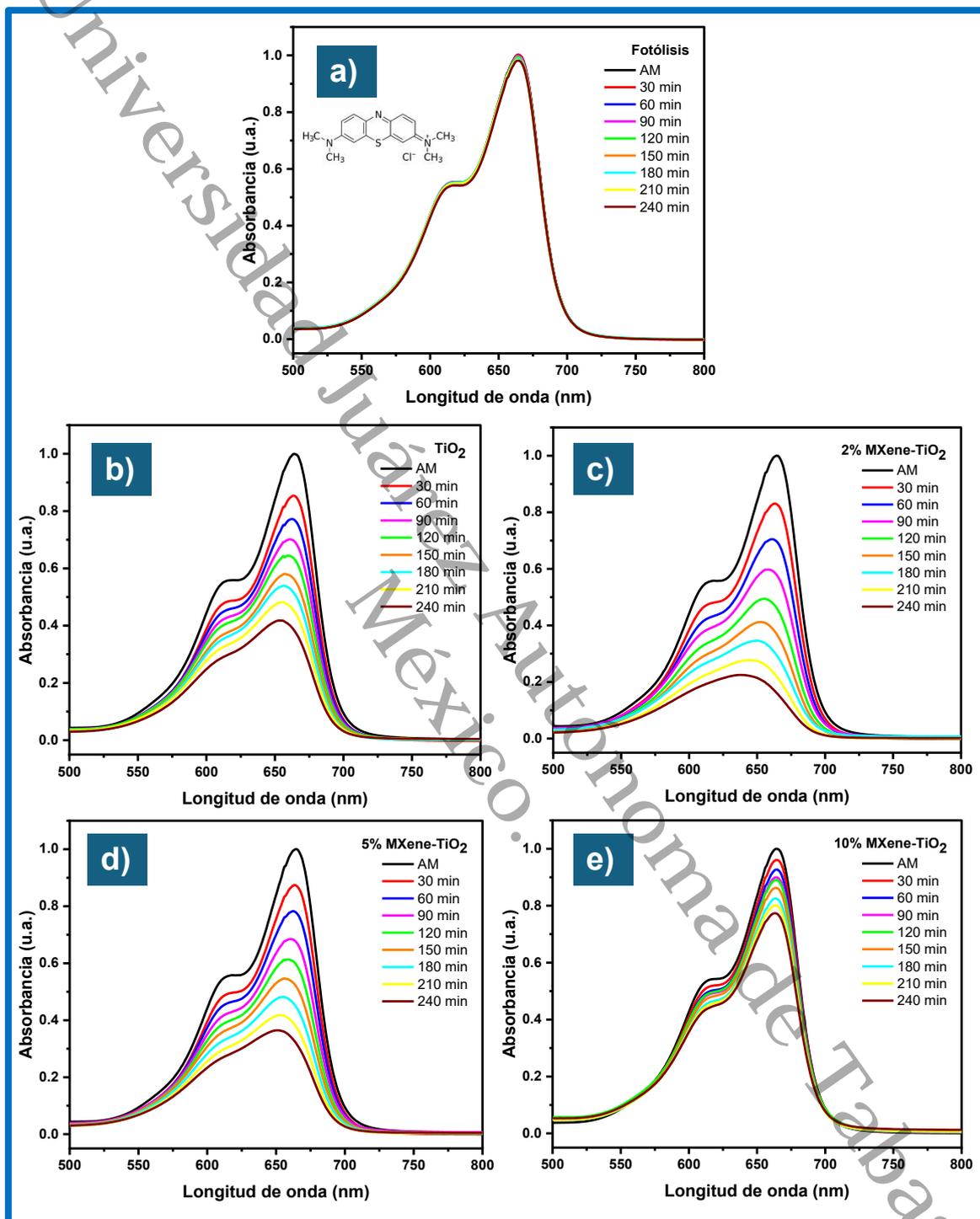
### 4.5.1 Azul de metileno (AM)

La Figura 29, muestra los espectros de absorción UV-Vis del azul de metileno (AM) bajo irradiación UV durante 240 minutos, obtenidos para diferentes materiales: fotólisis (sin catalizador), TiO<sub>2</sub> puro y compuestos de MXene-TiO<sub>2</sub> con 2 %, 5 % y 10 % en peso de MXene.

Estos espectros muestran la evolución del pico característico de absorbancia en 664 nm, correspondiente a las transiciones  $\pi \rightarrow \pi^*$  del anillo aromático heterocíclico presente en la molécula del AM. Durante el proceso de fotocatalisis, la disminución progresiva de esta banda indica la ruptura del cromóforo, los cuales son altamente susceptibles a la oxidación inducida por radicales fotoactivados ( $\cdot\text{OH}$ ,  $\cdot\text{O}_2^-$ ), demostrando así la degradación de la molécula (I. Khan et al., 2022).

Figura 29

Espectro de absorción del AM, después de ser irradiados con luz UV.



La figura 29a, muestra el proceso de fotólisis (sin fotocatalizador), el espectro de absorción permanece prácticamente sin cambios a lo largo del tiempo, lo que confirma que la irradiación UV por sí sola no genera una degradación significativa del contaminante. Este resultado se debe a la ausencia de un material que permita la generación de pares electrón-hueco necesarios para producir especies oxidantes reactivas (Olivares Lugo et al., 2023).

La Figura 29b, muestra el efecto del  $\text{TiO}_2$  puro, en donde se observa una disminución progresiva del pico de absorbancia, con una reducción moderada al finalizar los 240 minutos de reacción. Esto indica que el  $\text{TiO}_2$  bajo irradiación UV es activo para una reacción fotocatalítica, pero su eficiencia es limitada, posiblemente por la rápida recombinación de portadores de carga ( $e^-/h^+$ ), lo que reduce la cantidad de radicales  $\cdot\text{OH}$  y  $\cdot\text{O}_2^-$  disponibles para atacar la molécula del AM.

Las Figuras 29c y 29d, corresponden a los espectros UV-Vis de los compuestos de 2% MXene- $\text{TiO}_2$  y 5% MXene- $\text{TiO}_2$ , respectivamente. En ambas Figuras se puede observar que el descenso en la absorbancia es más pronunciado en comparación con el del  $\text{TiO}_2$  puro (Figura 29b), lo cual indica que hay una mejora en la eficiencia fotocatalítica. Estos comportamientos, pueden atribuirse a lo reportado por Hieu et al. (2021) y S. Zhang et al. (2023), en donde presentan que la formación del compuesto MXene- $\text{TiO}_2$ , actúan como zonas de separación de carga y que el MXene, funciona como captador de electrones, lo cual permite que se retarde la recombinación  $e^-/h^+$ , generando una mayor generación de especies oxidantes.

La figura 29e, muestra el compuesto con 10 % MXene- $\text{TiO}_2$ , en donde se observa una eficiencia fotocatalítica inferior a los compuestos de 2% MXene- $\text{TiO}_2$  y 5% MXene- $\text{TiO}_2$ . Este resultado confirma que una concentración excesiva de MXene puede bloquear los sitios activos del  $\text{TiO}_2$  o incluso impedir la entrada de luz al semiconductor, lo que reduce la formación de especies reactivas y limita la degradación del AM (Nasri et al., 2022).

Estos resultados, permiten observar claramente la tendencia de cada fotocatalizador en la degradación del AM bajo condiciones controladas. El análisis conjunto demuestra que el compuesto 2% MXene-TiO<sub>2</sub> representa la mejor formulación, ya que optimiza el equilibrio entre eficiencia óptica, separación de carga, y disponibilidad superficial, lo que lo convierte en un candidato ideal para procesos de tratamiento de aguas contaminadas con colorantes orgánicos.

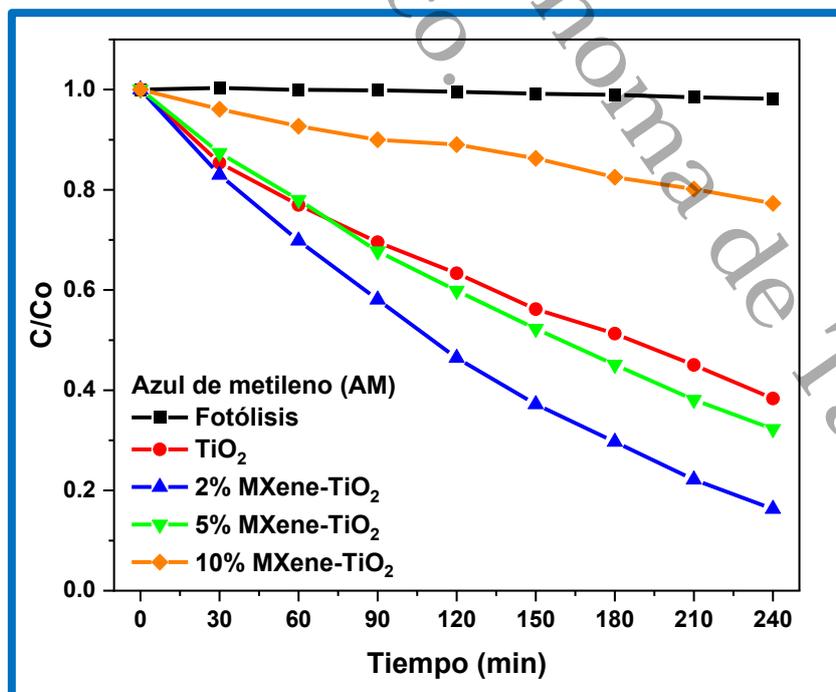
En la Figura 30, se muestra el análisis que presenta los datos correspondientes a la degradación de AM, en términos de C/C<sub>0</sub> respecto al tiempo, para lo cual se calculó el efecto de degradación utilizando la Ecuación 10 (Suliman et al., 2024):

$$R = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\% \tag{10}$$

Donde C<sub>t</sub>: es la concentración del contaminante a un tiempo determinado y C<sub>0</sub>: es la concentración inicial del contaminante.

**Figura 30**

*Efecto de degradación del AM de concentración vs tiempo.*



Se puede observar que el acoplamiento de  $\text{TiO}_2$  con MXene, genera una mejora significativa en la actividad fotocatalítica. El  $\text{TiO}_2$  puro logró una degradación de aproximadamente 59 %, mientras que los compuestos 2% MXene- $\text{TiO}_2$  y 5% MXene- $\text{TiO}_2$ , obtuvieron una mayor eficiencia de degradación de aproximadamente 83% y 67 %, respectivamente. Estos datos indican que la presencia del MXene no solo favorece la separación de los pares electrón-hueco, sino que también mejora la adsorción del contaminante y la movilidad de carga superficial, como se ha demostrado en estudios previos (Nasri et al., 2022).

Por otro lado, al incrementar la proporción de MXene a 10 %, la eficiencia se redujo a aproximadamente a 21 %, lo cual indica una tendencia descendente. Este comportamiento puede atribuirse al bloqueo parcial de los sitios activos del  $\text{TiO}_2$  por exceso de MXene, así como a una posible interferencia con la absorción de radiación UV, lo que limita la formación de radicales oxidantes responsables de la degradación del contaminante.

Con base a este análisis experimental, se estimó que el compuesto 2% MXene- $\text{TiO}_2$  mostró un rendimiento superior, lo cual permite reafirmar el potencial del MXene como aditivo funcional en sistemas fotocatalíticos es factible siempre que su concentración esté adecuadamente optimizada.

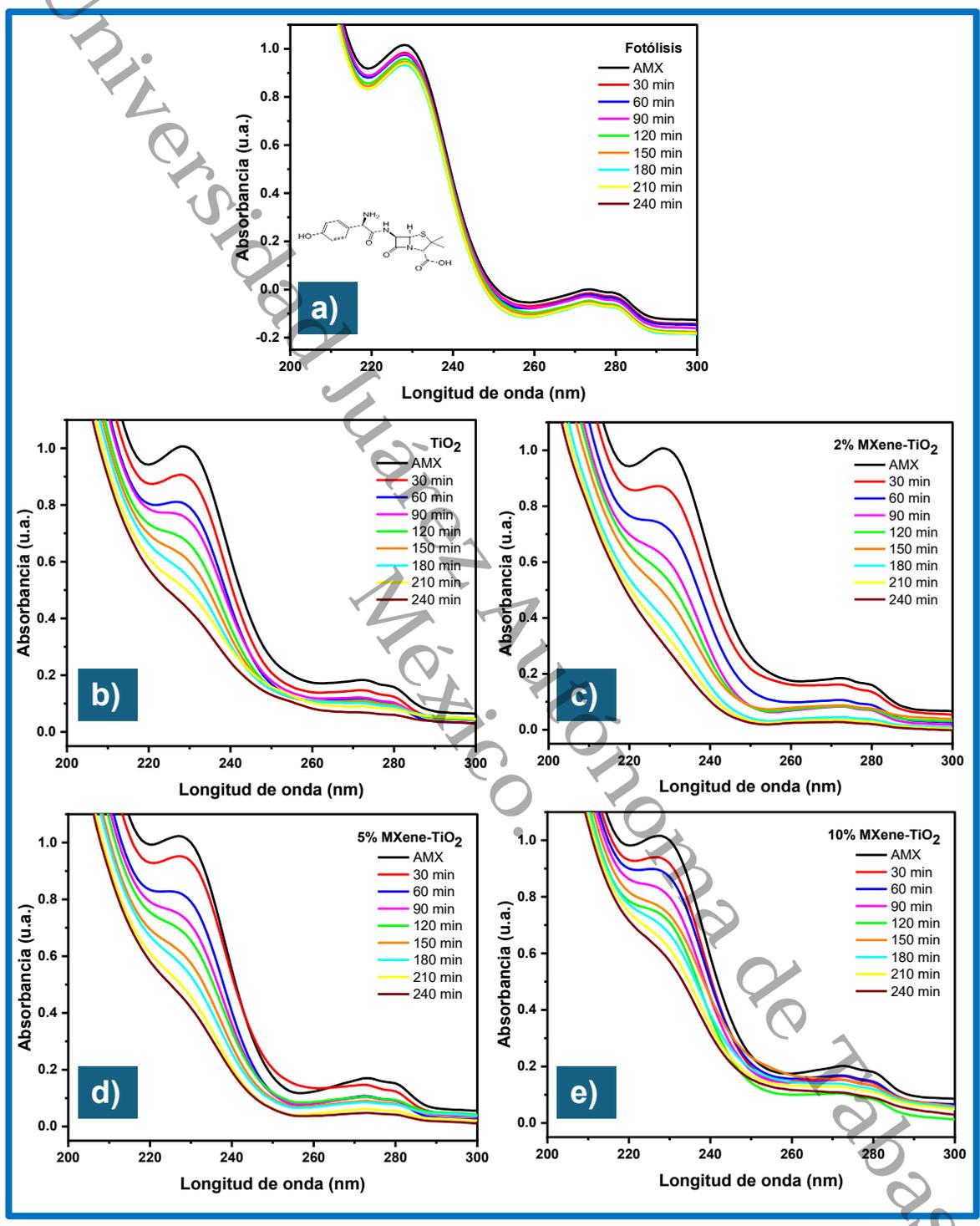
#### **4.5.2 Amoxicilina (AMX)**

La Figura 31, muestra los espectros de absorción UV-Vis de la amoxicilina (AM) bajo irradiación UV durante 240 minutos, obtenidos para diferentes materiales: fotólisis,  $\text{TiO}_2$  puro y compuestos de MXene- $\text{TiO}_2$  con 2 %, 5 % y 10 % en peso de MXene.

En todos los espectros se puede identificar una banda intensa alrededor de 230 nm, atribuida a transiciones  $\pi \rightarrow \pi^*$  del anillo aromático de la AMX, específicamente del grupo bencénico. La desaparición gradual de esta banda se asocia con la ruptura del núcleo estructural del antibiótico, en donde se observa una disminución gradual de la absorbancia en estas bandas, indicando la ruptura de los cromóforos (Suwondo et al., 2023).

Figura 31

Espectros de absorción de la AMX, después de ser irradiados con luz UV.



La Figura 31a, muestra el proceso de fotólisis, en donde no se observan cambios de disminución significativos en los picos de absorción, lo cual confirma la molécula de AMX es estable bajo la irradiación UV sin fotocatalizador, lo cual indica que, para provocar una ruptura molecular de el antibiótico, se requiere la presencia de un fotocatalizador.

La Figura 31b, presenta una degradación de la molécula de AMX empleando el fotocatalizador del  $\text{TiO}_2$  puro, en donde se observa un corrimiento de disminución espectral en los picos de absorción, lo cual indica que hay una interacción cercana ente la molécula de AMX y la superficie del  $\text{TiO}_2$ , que permite que la molécula en cuestión tenga una ruptura. Sin embargo, la eficiencia está limitada por la recombinación rápida de pares electrón-hueco (X. Zhu et al., 2022).

La Figura 31c, corresponde a la reacción fotocatalítica del compuesto 2% MXene- $\text{TiO}_2$ , en donde se muestra una mayor eficiencia de degradación en comparación con el del  $\text{TiO}_2$  puro (Figura 31b), debido a que se presentó una reducción de los picos de manera más pronunciada. Este comportamiento es muy similar a lo reportado por Wahyuni et al. (2024), en donde el tiempo de exposición generó una menor absorbancia detectada y la disminución del pico a 230 nm. Esto implica que, al aumentar el tiempo, la estructura funcional se degradó a sustancias carbonosas pequeñas y simples como el principal objetivo de la fotodegradación.

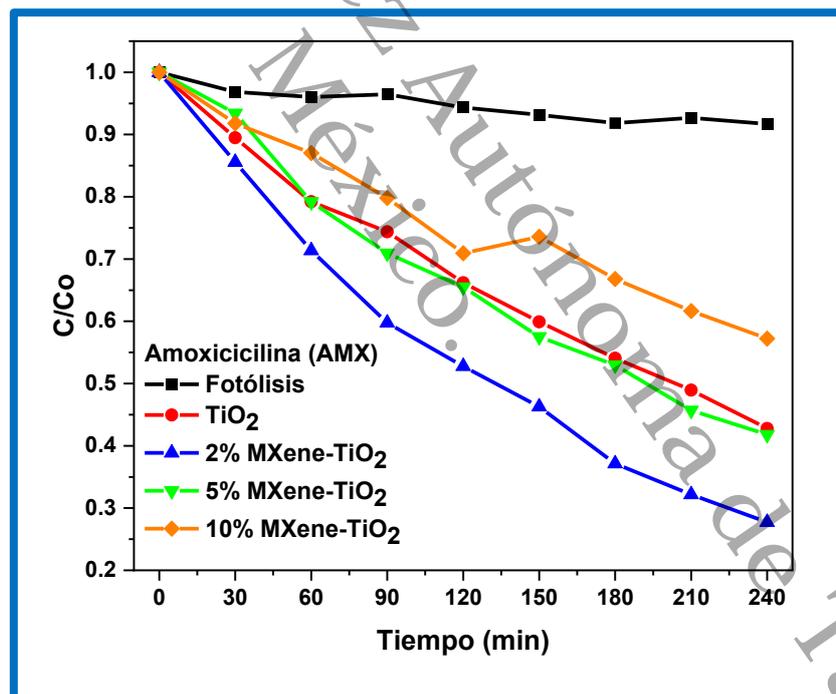
La Figura 31d, corresponde al espectro UV-Vis del compuesto de 5% MXene- $\text{TiO}_2$ , en donde se observa el descenso en la absorbancia de las bandas de la molécula de la AMX. Estos resultados, presentan una menor degradación en comparación con el compuesto 2% MXene- $\text{TiO}_2$  (Figura 31c). De igual forma se observa que los espectros UV-Vis del compuesto de 5% MXene- $\text{TiO}_2$  son muy similares a los espectros del  $\text{TiO}_2$  puro (Figura 31b), sin embargo, se observa que el decremento de la intensidad de los picos es más notorio al incorporar MXene al  $\text{TiO}_2$ , lo cual es atribuido a que dentro de la reacción hay una mejor separación de cargas y mayor formación de radicales reactivos (Hieu et al., 2021).

La figura 31e, muestra el compuesto con 10 % MXene-TiO<sub>2</sub>, en donde se observa una eficiencia fotocatalítica inferior a los compuestos antes reportados. Esta disminución es atribuida a la saturación de los sitios activos del fotocatalizador, lo cual limita la adsorción de la molécula de AMX, reduciendo la velocidad de degradación. Este comportamiento es evidente cuando la superficie disponible se ve reducida por exceso de MXene o por una alta acumulación de subproductos intermedios (Serafin et al., 2024).

La Figura 32 muestra la relación C/Co en función del tiempo para los diferentes fotocatalizadores evaluados en la degradación de AMX, bajo irradiación UV durante 240 minutos, empleando la Ecuación 10, previamente descrita.

**Figura 32**

*Efecto de degradación de la AMX de concentración vs tiempo*



Los resultados obtenidos reflejan la influencia de la modificación del TiO<sub>2</sub> con MXene sobre la eficiencia de degradación del antibiótico. El TiO<sub>2</sub> puro presentó una degradación moderada del 57.22 %, lo cual se atribuye a su capacidad intrínseca para generar especies oxidantes activas bajo luz UV. Sin embargo, su desempeño se ve limitado por la rápida

recombinación de los pares electrón-hueco ( $e^-/h^+$ ) generados durante la irradiación, como se mencionó anteriormente.

El compuesto 2% MXene-TiO<sub>2</sub>, fue el que mostró la mayor eficiencia de degradación (72.27 %), destacándose como el material más eficaz del conjunto. Este resultado se relaciona con la incorporación óptima del MXene, que actúa como recolector de electrones, facilitando la separación de cargas fotoinducidas y promoviendo la generación sostenida de radicales  $\cdot\text{OH}$  y  $\cdot\text{O}_2^-$ .

El compuesto 5% MXene-TiO<sub>2</sub>, obtuvo una eficiencia del 58.20 %, similar a la del TiO<sub>2</sub> puro. Esto sugiere que, aunque sigue existiendo una interacción favorable, el aumento de MXene puede comenzar a bloquear parcialmente los sitios activos del TiO<sub>2</sub> disminuyendo la disponibilidad superficial para el ataque del contaminante. Así mismo, el compuesto 10% MXene-TiO<sub>2</sub>, presentó la menor eficiencia (42.77 %), confirmando que un exceso de MXene puede ejercer un efecto negativo sobre el rendimiento fotocatalítico.

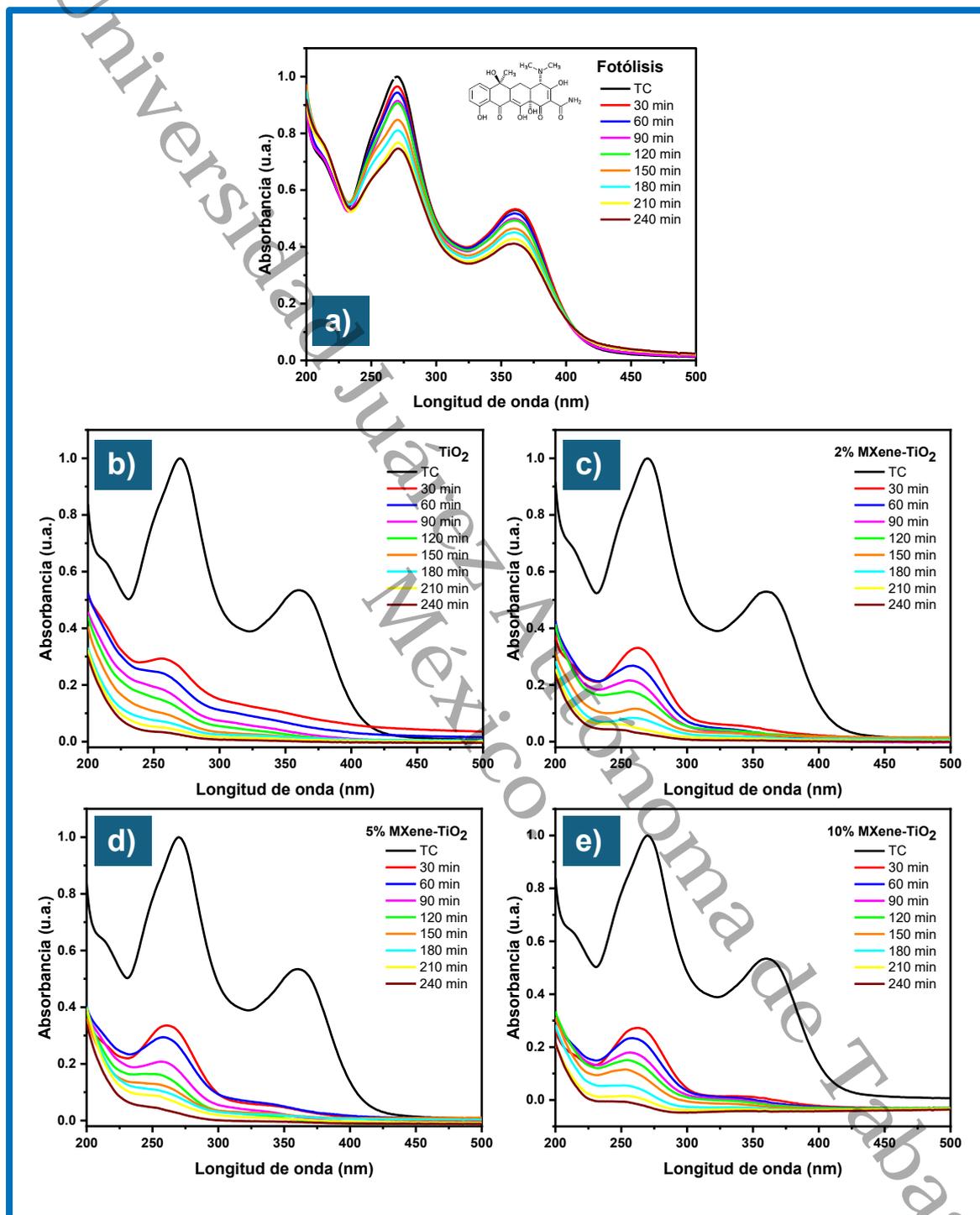
#### 4.5.3 Tetraciclina (TC)

La Figura 33, muestra los espectros de absorción UV-Vis de la tetraciclina (TC) bajo irradiación UV, donde se observan dos picos de absorción principales en las longitudes de onda de 270 y 357 nm. A medida que la reacción avanza, la TC se descompone, por lo que las bandas disminuyen gradualmente.

Debido a que la molécula de la TC posee un sistema de cuatro anillos aromáticos fusionados y grupos funcionales como cetonas, amidas y grupos fenólicos, estos grupos contribuyen a sus transiciones electrónicas, particularmente en la transición  $\pi \rightarrow \pi^*$  del sistema aromático la cual está identificado a una longitud de onda de 270 nm (Ciobanu et al., 2024).

Figura 33

Espectros de absorción de TC, después de ser irradiados con luz UV.



La Figura 33a, muestra una disminución de la intensidad de los picos de absorbancia en 270 nm. Este comportamiento concuerda con lo reportado por Wei et al. (2019), donde reporta que la TC es fotosensible y puede degradarse parcialmente por acción directa de la radiación UV, sin embargo, esta eficiencia se ve limitada ya que no hay presencia de un fotocatalizador, lo cual representa el fenómeno de fotólisis.

La Figura 33b, presenta una reducción progresiva de las bandas espectrales evidentemente más acelerada, lo cual confirma que el fotocatalizador de  $\text{TiO}_2$  es capaz de generar pares de  $e^-/h^+$ , como lo reporta Arezoo et al. (2021), sin embargo, su eficiencia es moderada debido a la recombinación de cargas.

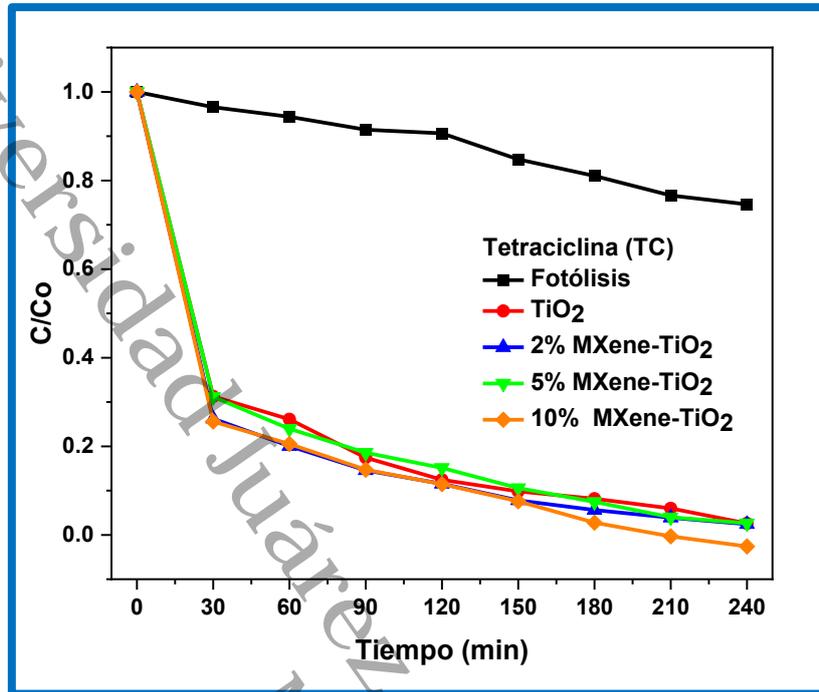
Las Figuras 33c y 33d, correspondientes a los compuestos de 2% MXene- $\text{TiO}_2$  y 5% MXene- $\text{TiO}_2$ , respectivamente, presentan un ligero mayor descenso de los picos en comparación con el  $\text{TiO}_2$  puro, indicando una mejora eficiencia, la cual es atribuida a la presencia de MXene como captador de electrones. Qiang et al. (2022) reporta que este efecto sinérgico entre ambas fases favorece la generación de radicales oxidantes responsables de la ruptura de los enlaces  $\pi$ -conjugados de la TC.

La figura 33e, a diferencia de los resultados obtenidos con AM y AMX, el compuesto con 10 % MXene- $\text{TiO}_2$  fue el que presentó la mejor eficiencia de degradación de la TC. Este comportamiento observado indica que la proporción óptima de MXene puede variar dependiendo de la naturaleza química de la molécula del contaminante. En este caso, la estructura policíclica de la TC favoreció una mejor interacción con el fotocatalizador maximizando la eficiencia de degradación.

La Figura 34 muestra la relación  $C/C_0$  en función del tiempo para los diferentes fotocatalizadores evaluados en la degradación de TC, bajo irradiación UV durante 240 minutos, empleando la Ecuación 10, previamente descrita.

Figura 34

Efecto de degradación de la TC de concentración vs tiempo.



Durante las pruebas fotocatalíticas de la degradación de la TC, se observó que la fotólisis por sí sola tuvo un impacto limitado, con una reducción de 23 % en la concentración inicial después de 240 minutos, por lo que es necesario utilizar fotocatalizadores eficaces.

Los materiales fotocatalíticos mostraron un comportamiento significativamente superior: El TiO<sub>2</sub> puro alcanzó una eficiencia de 94 % al final del proceso, evidenciando su capacidad fotocatalítica bajo irradiación UV. El compuesto 2% MXene-TiO<sub>2</sub> logró una eficiencia de 96.12 %, ligeramente superior a la muestra del TiO<sub>2</sub> puro, gracias a una mejor separación de cargas y mayor cantidad de sitios activos inducidos por el MXene.

El compuesto 5 % MXene-TiO<sub>2</sub> mostró un comportamiento muy similar (96.02 %), lo que sugiere que la diferencia entre ambos es mínima en términos de eficiencia, aunque puede haber variaciones en cinética y estabilidad superficial.

El material con 10 % MXene-TiO<sub>2</sub> alcanzó una eficiencia del 100 %, destacándose por lograr la degradación total del contaminante, lo cual se atribuye a una mayor densidad de sitios activos, mejor adsorción y una separación de cargas aún más eficiente.

Los espectros UV-Vis obtenidos durante el proceso de fotocátalisis permitieron evaluar de manera directa la degradación de la TC, a través del seguimiento de su pico característico de absorbancia. Se observó que, al finalizar el proceso, la intensidad de dicho pico tendió a cero, lo cual indica la desaparición completa del contaminante de la solución. Este comportamiento es comúnmente interpretado como un signo claro de degradación total, ya que implica la ruptura de la estructura aromática conjugada responsable de la absorción en esa región del espectro.

Este criterio ha sido utilizado y respaldado por los estudios realizado por Qiang et al. (2022), quienes demostraron que la desaparición del pico UV-Vis durante la degradación de TC utilizando un sistema  $\text{TiO}_2$ -MXene indica la eficiencia del proceso fotocatalítico. En dicho trabajo, se logró eliminar el 97.6 % del contaminante, y se reportó que el espectro final del fotocatalizador mostraba una absorbancia menor incluso que la registrada en las condiciones de fotólisis sin catalizador, lo cual es una señal clara de una remoción efectiva del antibiótico.

#### 4.6 Comparación general de eficiencia fotocatalítica

Con el objetivo de evaluar la actividad de eficiencia fotocatalítica de los materiales sintetizados, en la Tabla 8 se presenta un resumen comparativo de la eficiencia de degradación fotocatalítica obtenida para los tres contaminantes: azul de metileno (AM), amoxicilina (AMX) y tetraciclina (TC).

**Tabla 8**

*Eficiencia de degradación en diversos contaminantes ambientales*

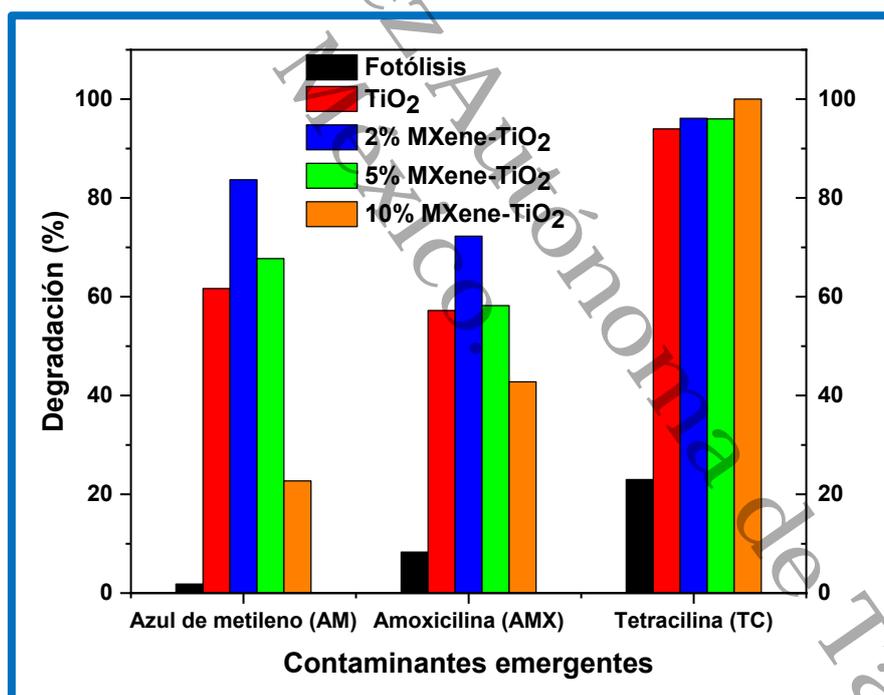
Fotocatalizador	Eficiencia de degradación		
	Azul de metileno (AM)	Amoxicilina (AMX)	Tetraciclina (TC)
$\text{TiO}_2$	61.64 %	57.22 %	93.99 %
2% MXene- $\text{TiO}_2$	83.68 %	72.27 %	96.12 %
5% MXene- $\text{TiO}_2$	67.71%	58.20 %	96.01 %
10% MXene- $\text{TiO}_2$	22.72 %	42.77 %	100 %

Dentro de este análisis destaca que el compuesto con 2 % MXene-TiO<sub>2</sub> presentó la mejor eficiencia para la degradación de AM (83.68 %) y AMX (72.27 %), mientras que el compuesto con 10 % MXene-TiO<sub>2</sub> fue el único que alcanzó el 100 % de degradación de TC, superando al resto de las otras pruebas, lo que se atribuye a una mejor interacción con su estructura policíclica aromática. De igual forma, cabe destacar que el TiO<sub>2</sub> puro mostró un desempeño intermedio y estable en los tres casos, actuando como referencia para los materiales modificados.

La Figura 35 presenta una gráfica de barras que resume la eficiencia de degradación de cada uno de los fotocatalizadores evaluados frente a los tres contaminantes.

**Figura 35**

*Eficiencia de degradación de AM, AMX y TC.*



Estos resultados resaltan que no existe una única proporción óptima de MXene para todos los contaminantes, y que es necesario ajustar la composición del material según la molécula del compuesto evaluado.

## Capítulo V. Conclusiones

El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo evaluar el comportamiento fotocatalítico del compuesto MXene-TiO<sub>2</sub> en la degradación de distintos contaminantes ambientales en solución acuosa, empleando radiación UV como fuente de activación. Para ello, se sintetizaron materiales con diferentes proporciones másicas de MXene (2 %, 5 % y 10 %) acopladas al TiO<sub>2</sub> mediante el método asistido por microondas y fueron caracterizados estructural, morfológica, textural y ópticamente.

A través de la caracterización estructural por difracción de rayos X, se confirmó la obtención del TiO<sub>2</sub> en fase polimórfica (anatasa, rutilo y brookita), mientras que el compuesto de MXene delaminado mostró su característico pico (002) a bajos ángulos, indicando una exfoliación efectiva de la fase MAX. En los materiales acoplados, se conservaron los planos representativos de ambas fases, lo cual indicó una integración exitosa.

Las morfologías obtenidas mediante la microscopía electrónica de barrido permitieron visualizar que el MXene mostró una morfología laminar con una estructura tipo acordeón, lo cual es característico e indicando que las capas de Al fueron retiradas de la fase MAX, mientras que las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> adoptaron una morfología irregular con tendencia a la aglomeración. Al incorporar MXene, se observaron cambios morfológicos significativos, con una redistribución de las partículas sobre la superficie estratificada del MXene.

Las propiedades texturales obtenidas mediante fisorción de N<sub>2</sub>, mostraron un incremento en el área superficial específica para los compuestos MXene-TiO<sub>2</sub> en comparación con el TiO<sub>2</sub> puro, alcanzando hasta 200 m<sup>2</sup>/g para el compuesto con 2 % MXene. Este aumento favoreció la adsorción de los contaminantes y, por ende, su fotodegradación.

El análisis UV-Vis y el cálculo del band gap mediante el método de Kubelka-Munk permitieron establecer que la incorporación de MXene modificó las bandas de energía del TiO<sub>2</sub>, generando un ligero desplazamiento hacia mayores valores de E<sub>g</sub> (blue shift), lo que influyó positivamente en la separación de cargas fotogeneradas. El análisis con la función de

Kubelka-Munk permitió determinar un aumento progresivo en el band gap ( $E_g$ ), pasando de 3.11 eV ( $\text{TiO}_2$  puro) a 3.22 eV (10 % MXene- $\text{TiO}_2$ ), lo cual se asocia a efectos interfaciales, disminución del tamaño cristalino y reorganización electrónica superficial.

Las pruebas fotocatalíticas bajo irradiación UV permitieron evaluar la eficiencia de degradación de los tres contaminantes: azul de metileno (AM), amoxicilina (AMX) y tetraciclina (TC). Los compuestos MXene- $\text{TiO}_2$  mostraron una mejora significativa en la eficiencia respecto al  $\text{TiO}_2$  puro, sin embargo, el efecto dependió de la concentración de MXene y de la naturaleza química del contaminante:

- Para AM, el compuesto 2 % MXene- $\text{TiO}_2$  logró la mayor degradación (83.68 %), atribuido a la mejora en la separación de cargas y generación de radicales oxidantes.
- Para AMX, también el compuesto 2 % MXene- $\text{TiO}_2$  alcanzó el mejor desempeño (72.27 %), superando al  $\text{TiO}_2$  puro y confirmando su efecto sinérgico óptimo.
- Para TC, el compuesto 10 % MXene- $\text{TiO}_2$  logró una degradación del 100 %, siendo el único en lograr eliminación completa del contaminante, atribuida a la alta densidad de sitios activos y mejor interacción con la estructura policíclica de la molécula.

Finalmente, se identificó que no existe una única proporción ideal de MXene para todos los contaminantes. La eficiencia del sistema fotocatalítico depende de la interacción entre la estructura química del contaminante y la proporción de MXene incorporado. Este hallazgo permite resaltar la importancia del diseño de materiales heteroestructurados para aplicaciones específicas en la remediación ambiental de las aguas contaminadas.

## Perspectivas y recomendaciones

Con base en los resultados obtenidos y en el análisis integral de la actividad fotocatalítica del compuesto MXene-TiO<sub>2</sub>, se proponen las siguientes recomendaciones para futuras líneas de investigación y desarrollo:

- Se sugiere evaluar el desempeño fotocatalítico de los compuestos bajo diferentes tipos de luz (visible, solar simulada, LED), con el fin de explorar su potencial en condiciones más cercanas al ambiente real.
- Podría ser fundamental llevar a cabo pruebas de ciclos de degradación consecutivos para determinar la vida útil del fotocatalizador, su resistencia a la fotocorrosión, pérdida de actividad y posibles mecanismos de desactivación.
- Se recomienda evaluar la eficiencia del compuesto MXene-TiO<sub>2</sub> en aguas residuales reales (industriales, hospitalarias o municipales) que contengan mezclas de contaminantes, materia orgánica natural, sales y microorganismos, para conocer su comportamiento en entornos más desafiantes.
- Para comprender mejor los procesos fotoinducidos, se recomienda identificar los productos intermedios y finales de degradación mediante técnicas complementarias como cromatografía líquida acoplada a espectrometría de masas (LC-MS) o HPLC, así como cuantificar la mineralización total (por ejemplo, mediante medición de carbono orgánico total, TOC).
- Dado que el MXene tiene un impacto directo sobre la eficiencia, se podría sintetizar y explorar otras fases de MXene (como Nb<sub>2</sub>C o V<sub>2</sub>C) los cuales podrían aportar propiedades distintas al sistema fotocatalítico.

## Referencias

- Abid, N., Khan, A. M., Shujait, S., Chaudhary, K., Ikram, M., Imran, M., Haider, J., Khan, M., Khan, Q., & Maqbool, M. (2022). Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 300, 102597. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102597>
- Abraham, J., Jose, B., Jose, A., & Thomas, S. (2020). Characterization of green nanoparticles from plants. In *Phytonanotechnology* (pp. 21–39). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-822348-2.00002-4>
- Adamu, A., Isaacs, M., Boodhoo, K., & Abegão, F. R. (2023). Investigation of Cu/TiO<sub>2</sub> synthesis methods and conditions for CO<sub>2</sub> photocatalytic reduction via conversion of bicarbonate/carbonate to formate. *Journal of CO<sub>2</sub> Utilization*, 70. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2023.102428>
- Aguilar-Castro, M. del C., Kú-Herrera, J. de J., & Soriano-Corral, F. (2020). *Estudio del efecto de la modificación superficial de fibras de carbono por plasma de argón, nitrógeno o aire, sobre el depósito de una plantilla de TiO<sub>2</sub> para la síntesis vía microondas de nanopartículas alargadas de TiO<sub>2</sub>/BaTiO<sub>3</sub> en su superficie*. Centro de Investigación en Química Aplicada.
- Ahmad, A., Ahmad, I., Ramzan, S., Kiyani, M. Z., Dubal, D., & Mubarak, N. M. (2021). Nanomaterial synthesis protocols. In *Nanomedicine Manufacturing and Applications* (pp. 73–85). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-820773-4.00010-X>
- Alhabeab, M., Maleski, K., Anasori, B., Lelyukh, P., Clark, L., Sin, S., & Gogotsi, Y. (2017). Guidelines for Synthesis and Processing of Two-Dimensional Titanium Carbide (Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> MXene). *Chemistry of Materials*, 29(18), 7633–7644. <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.7b02847>

- Alwin, S., Shajan, X. S., Karuppasamy, K., & Warriar, K. G. K. (2017). Microwave assisted synthesis of high surface area TiO<sub>2</sub> aerogels: A competent photoanode material for quasi-solid dye-sensitized solar cells. *Materials Chemistry and Physics*, 196, 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.04.045>
- Amrillah, T., Supandi, A. R., Puspasari, V., Hermawan, A., & Seh, Z. W. (2022). MXene-Based Photocatalysts and Electrocatalysts for CO<sub>2</sub> Conversion to Chemicals. In *Transactions of Tianjin University* (Vol. 28, Issue 4, pp. 307–322). Tianjin University. <https://doi.org/10.1007/s12209-022-00328-9>
- Andrade-Guel, M., Díaz-Jiménez, L., Cortés-Hernández, D., Cabello-Alvarado, C., Ávila-Orta, C., Bartolo-Pérez, P., & Gamero-Melo, P. (2019). Microwave assisted sol–gel synthesis of titanium dioxide using hydrochloric and acetic acid as catalysts. *Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 58(4), 171–177. <https://doi.org/10.1016/j.bsecv.2018.10.005>
- Arellano-Cortaza, M., Ramírez-Morales, E., Pal, U., Pérez-Hernández, G., & Rojas-Blanco, L. (2021). pH dependent morphology and texture evolution of ZnO nanoparticles fabricated by microwave-assisted chemical synthesis and their photocatalytic dye degradation activities. *Ceramics International*, 47(19), 27469–27478. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.06.170>
- Arezoo, R., Eshaghi, A., & Najafi, S. (2021). Enhanced photocatalytic activity of mixed-phase TiO<sub>2</sub> nanoparticles: Role of anatase–rutile–brookite heterojunction. *Ceramics International*, 47(17), 24287–24295.
- Bhattacharya, S., & Acharya, A. (2020). Experimental tools for characterizations of glass nanocomposites containing metal oxides. In *Metal Oxide Glass Nanocomposites* (pp. 51–75). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817458-6.00004-4>

- Bishnoi, A., Kumar, S., & Joshi, N. (2017). Wide-Angle X-ray Diffraction (WXR). In *Microscopy Methods in Nanomaterials Characterization* (pp. 313–337). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-46141-2.00009-2>
- Cabezas, R., Olea, F., Zurob, E., Jaramillo, K., Araya-Lopez, C., Ayala, M., Quijada-Maldonado, E., Parra, C., Valdebenito, F., & Azocar, L. (2025). Analysis of microwave-assisted heating of deep eutectic solvent: Thermal and COSMO-RS study. *Journal of Molecular Liquids*, 433, 127775. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2025.127775>
- Ciobanu, V., Galatnova, T., Urbanek, P., Braniste, T., Doroftei, F., Masar, M., Suly, P., Ursaki, V., Hanulikova, B., Sopik, T., Sedlarik, V., Kuritka, I., & Tiginyanu, I. (2024). Enhanced solar light photocatalytic degradation of tetracycline by aero-GaN and ZnO microtetrapods functionalized with noble metal nanodots. *Heliyon*, 10(24), e40989. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e40989>
- Coccia, M., & Bontempi, E. (2023). New trajectories of technologies for the removal of pollutants and emerging contaminants in the environment. *Environmental Research*, 229. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2023.115938>
- De Cazes, M., Belleville, M.-P., Petit, E., Llorca, M., Rodríguez-Mozaz, S., de Gunzburg, J., Barceló, D., & Sanchez-Marcano, J. (2014). Design and optimization of an enzymatic membrane reactor for tetracycline degradation. *Catalysis Today*, 236, 146–152. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2014.02.051>
- Díaz-Díaz, D. C., & Alcalá-Varilla, L. A. (2022). *Efectos de vacancia de oxígeno sobre las propiedades estructurales y electrónicas de Bulk de TiO<sub>2</sub> en fase anatasa*. Universidad de Córdoba.
- Ding, M., Han, C., Yuan, Y., Xu, J., & Yang, X. (2021). Advances and Promises of 2D MXenes as Cocatalysts for Artificial Photosynthesis. In *Solar RRL* (Vol. 5, Issue 12). John Wiley and Sons Inc. <https://doi.org/10.1002/solr.202100603>

- Eddy, D. R., Permana, M. D., Sakti, L. K., Sheha, G. A. N., Solihudin, Hidayat, S., Takei, T., Kumada, N., & Rahayu, I. (2023). Heterophase Polymorph of TiO<sub>2</sub> (Anatase, Rutile, Brookite, TiO<sub>2</sub> (B)) for Efficient Photocatalyst: Fabrication and Activity. *Nanomaterials*, 13(4), 704. <https://doi.org/10.3390/nano13040704>
- Escobar-Alarcón, L., & Solís-Casados, D. A. (2021). Desarrollo de fotocatalizadores basados en TiO<sub>2</sub> en forma de película delgada para la degradación de moléculas orgánicas en solución acuosa. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria En Nanociencias y Nanotecnología*, 14(26), 1e–23e. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2021.26.69646>
- Falk, G. S., Borlaf, M., López-Muñoz, M. J., Fariñas, J. C., Rodrigues Neto, J. B., & Moreno, R. (2018). Microwave-assisted synthesis of TiO<sub>2</sub> nanoparticles: photocatalytic activity of powders and thin films. *Journal of Nanoparticle Research*, 20(2). <https://doi.org/10.1007/s11051-018-4140-7>
- Fang, Y. F., Ding, X. T., Xu, G. F., Gong, S. Da, Niu, Y. S., Yao, Z. Y., Jin, Z. Y., Wang, Y., & Xu, Y. H. (2022). Direct Synthesis of Bienzyme-like Carbide-derived Carbons via Mild Electrochemical Oxidation of Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub> MAX. *Biomedical and Environmental Sciences*, 35(3), 215–224. <https://doi.org/10.3967/bes2022.030>
- Gao, X., Yu, X., Xiong, Z., & Chen, Y. (2021). Morphology control and interlayer spacing regulation of MXenes for environmental applications. *Chemical Engineering Journal*, 425, 131448.
- Garrachón-Gómez, E., García, I., García-Rodríguez, A., García-Rodríguez, S., & Alonso-Tristán, C. (2024). Monthly intercepted photosynthetically active radiation estimation based on the Beer-Lambert's law across the cereal crops of Castilla y León (Spain). *Computers and Electronics in Agriculture*, 216, 108523. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2023.108523>
- Gavernet, L. (2021). *Introducción a la Química Medicinal* (Editorial).

- Ghalkhani, M., Khaneghah, M. H., & Sohoul, E. (2021). Graphitic carbon nitride: Synthesis and characterization. In *Handbook of Carbon-Based Nanomaterials* (pp. 573–590). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821996-6.00014-2>
- Ghasempour-Mouziraji, M., Lagarinhos, J., Afonso, D., & Alves de Sousa, R. (2024). A review study on metal powder materials and processing parameters in Laser Metal Deposition. *Optics & Laser Technology*, 170, 110226. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2023.110226>
- Grzegórska, A., Gajewicz-Skretna, A., Trykowski, G., Sikora, K., & Zielińska-Jurek, A. (2023). Design and synthesis of  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  composites for highly efficient photocatalytic removal of acetaminophen: The relationships between synthesis parameters, physicochemical properties, and photocatalytic activity. *Catalysis Today*, 413–415. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2022.12.011>
- Grzegórska, A., Karczewski, J., & Zielińska-Jurek, A. (2023). Modelling and optimisation of MXene-derived  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  synthesis parameters using Response Surface Methodology based on the Box–Behnken factorial design. Enhanced carbamazepine degradation by the Cu-modified  $\text{TiO}_2/\text{Ti}_3\text{C}_2$  photocatalyst. *Process Safety and Environmental Protection*. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2023.09.028>
- Grzegórska, A., Ofoegbu, J. C., Cervera-Gabalda, L., Gómez-Polo, C., Sannino, D., & Zielińska-Jurek, A. (2023). Magnetically recyclable  $\text{TiO}_2/\text{MXene}/\text{MnFe}_2\text{O}_4$  photocatalyst for enhanced peroxymonosulphate-assisted photocatalytic degradation of carbamazepine and ibuprofen under simulated solar light. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 11(5). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2023.110660>
- Gupta, R., Chauhan, H., Garg, V. K., & Kataria, N. (2022). Chemical and physical properties of nanoparticles and hybrid materials. In *Sustainable Nanotechnology for Environmental Remediation* (pp. 199–220). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824547-7.00024-2>

- Hao, Z., & Ho, W. S. W. (2019). Supported Liquid Membranes in Pharmaceuticals and Biotechnology. In *Current Trends and Future Developments on (Bio-) Membranes* (pp. 259–289). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813606-5.00009-9>
- Hassanzadeh-Tabrizi, S. A. (2023). Precise calculation of crystallite size of nanomaterials: A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 968, 171914. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.171914>
- Hieu, V. Q., Phung, T. K., Nguyen, T. Q., Khan, A., Doan, V. D., Tran, V. A., & Le, V. T. (2021). Photocatalytic degradation of methyl orange dye by  $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{-TiO}_2$  heterojunction under solar light. *Chemosphere*, 276. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.130154>
- Huang, H. (2021). Understanding the light absorption behavior of 2D  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  MXene materials. *Applied Surface Science*, 546, 149100.
- Huang, K., Li, C., Wang, L., Wang, W., & Meng, X. (2021). Layered  $\text{Ti}_3\text{C}_2$  MXene and silver co-modified  $\text{g-C}_3\text{N}_4$  with enhanced visible light-driven photocatalytic activity. *Chemical Engineering Journal*, 425. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.131493>
- Im, J. K., Sohn, E. J., Kim, S., Jang, M., Son, A., Zoh, K. D., & Yoon, Y. (2021). Review of MXene-based nanocomposites for photocatalysis. *Chemosphere*, 270. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.129478>
- Imoisili, P. E., & Jen, T.-C. (2023). Microwave-assisted sol-gel synthesis of V-TiO<sub>2</sub> nanocatalyst for wastewater treatment. *Materials Today: Proceedings*. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.09.021>
- Khan, G. R. (2020). Crystallographic, structural and compositional parameters of Cu-ZnO nanocrystallites. *Applied Physics A*, 126(4), 311. <https://doi.org/10.1007/s00339-020-03480-y>
- Khan, I., Saeed, K., Zekker, I., Zhang, B., Hendi, A. H., Ahmad, A., Ahmad, S., Zada, N., Ahmad, H., Shah, L. A., Shah, T., & Khan, I. (2022). Review on Methylene Blue: Its

- Properties, Uses, Toxicity and Photodegradation. *Water*, 14(2), 242.  
<https://doi.org/10.3390/w14020242>
- Kubiak, A., Bielan, Z., Kubacka, M., Gabała, E., Zgoła-Grześkowiak, A., Janczarek, M., Zalas, M., Zielińska-Jurek, A., Siwińska-Ciesielczyk, K., & Jesionowski, T. (2020). Microwave-assisted synthesis of a TiO<sub>2</sub>-CuO heterojunction with enhanced photocatalytic activity against tetracycline. *Applied Surface Science*, 520.  
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.146344>
- Kvashina, T. S., Uvarov, N. F., Korchagin, M. A., Krutskiy, Yu. L., & Ukhina, A. V. (2020). Synthesis of MXene Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> by selective etching of MAX-phase Ti<sub>3</sub>AlC<sub>2</sub>. *Materials Today: Proceedings*, 31, 592–594. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.07.107>
- Lárez-Velásquez, C., & García, E. (2020). *Preparación y caracterización de membranas semipermeables basadas en quitosano* [Universidad de los Andes].  
<http://dx.doi.org/10.13140/RG.2.2.26061.31205>
- Leñero Bardallo, J. A. (2018). *Fundamentos de la electrónica y los semiconductores* (Editorial UCA). <http://www2.imse-cnm.csic.es/~juanle/Documents/Books/ApuntesElectronica.pdf>
- Li, N., Huo, J., Zhang, Y., Ye, B., Chen, X., Li, X., Xu, S., He, J., Chen, X., Tang, Y., Zhu, Y., Ling, K., & Zhu, R. (2024). Transition metal Carbides/Nitrides (MXenes): Properties, synthesis, functional modification and photocatalytic application. *Separation and Purification Technology*, 330, 125325. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2023.125325>
- Li, Y., Ding, L., Yin, S., Liang, Z., Xue, Y., Wang, X., Cui, H., & Tian, J. (2020). Photocatalytic H<sub>2</sub> Evolution on TiO<sub>2</sub> Assembled with Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene and Metallic 1T-WS<sub>2</sub> as Co-catalysts. *Nano-Micro Letters*, 12(1). <https://doi.org/10.1007/s40820-019-0339-0>
- Liu, D., Qiu, F., Liu, N., Cai, Y., Guo, Y., Zhao, B., & Qiu, Y. (2022). Pore structure characterization and its significance for gas adsorption in coals: A comprehensive review.

- In *Unconventional Resources* (Vol. 2, pp. 139–157). KeAi Communications Co. <https://doi.org/10.1016/j.uncrest.2022.10.002>
- López-Alejandro, E. M., Ramírez-Morales, E., Arellano-Cortaza, M. C., Meza-Avendaño, C. A., Frías-Márquez, D. M., Ramírez-Bon, R., & Rojas-Blanco, L. (2025). Effect of etching time on the synthesis of MXene  $Ti_3C_2$  via a short microwave-assisted radiation route. *Ceramics International*. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2025.02.028>
- Mayeen, A., Shaji, L. K., Nair, A. K., & Kalarikkal, N. (2018). Morphological Characterization of Nanomaterials. In *Characterization of Nanomaterials* (pp. 335–364). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101973-3.00012-2>
- Nasri, M. S. I., Samsudin, M. F. R., Tahir, A. A., & Sufian, S. (2022). Effect of MXene Loaded on g- $C_3N_4$  Photocatalyst for the Photocatalytic Degradation of Methylene Blue. *Energies*, 15(3). <https://doi.org/10.3390/en15030955>
- Olivares Lugo, L. I., Rosales González, O., Sánchez De Jesús, F., Martínez Luévanos, A., & Bolarín Miró, A. M. (2023). Degradación de azul de metileno por fotólisis: efecto de variables del proceso. *Tópicos de Investigación En Ciencias de La Tierra y Materiales*, 10(10), 72–76. <https://doi.org/10.29057/aactm.v10i10.11226>
- Osman, A., Hassan, A. M., & Adbrabou, M. M. (2021). *Síntesis y caracterización por microondas y convencional de algunos complejos de metales de transición de bases de Schiff y su aplicación* [Universidad Al-Ahar]. <http://dx.doi.org/10.13140/RG.2.2.23328.56322>
- Othman Alqahtani, F. (2024). Advancing photocatalytic degradation under visible light with  $TiO_2/g-C_3N_4$  nanohybrid mechanistic insights. *Journal of Saudi Chemical Society*, 28(5). <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2024.101918>
- Peiris, C., Gunatilake, S. R., Mlsna, T. E., Mohan, D., & Vithanage, M. (2017). Biochar based removal of antibiotic sulfonamides and tetracyclines in aquatic environments: A critical

- review. *Bioresource Technology*, 246, 150–159.  
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.07.150>
- Preethi, L. K., Antony, R. P., Mathews, T., Walczak, L., & Gopinath, C. S. (2017). A Study on Doped Heterojunctions in TiO<sub>2</sub> Nanotubes: An Efficient Photocatalyst for Solar Water Splitting. *Scientific Reports*, 7(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-017-14463-0>
- Purbayanto, M. A. K., Chandel, M., Bury, D., Wójcik, A., Moszczyńska, D., Tabassum, A., Mochalin, V. N., Naguib, M., & Jastrzębska, A. M. (2024). Microwave-Assisted Hydrothermal Synthesis of Photocatalytic Truncated-Bipyramidal TiO<sub>2</sub>/Ti<sub>3</sub>CN Heterostructures Derived from Ti<sub>3</sub>CN MXene. *Langmuir*, 40(41), 21547–21558.  
<https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.4c02444>
- Qiang, W., Qu, X., Chen, C., Zhang, L., & Sun, D. (2022). Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene derived (001)TiO<sub>2</sub>/Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> heterojunctions for enhanced visible-light photocatalytic degradation of tetracycline. *Materials Today Communications*, 33, 104216.  
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104216>
- Racovita, A. D. (2022). Titanium Dioxide: Structure, Impact, and Toxicity. In *International Journal of Environmental Research and Public Health* (Vol. 19, Issue 9). MDPI.  
<https://doi.org/10.3390/ijerph19095681>
- Raja, P. B., Munusamy, K. R., Perumal, V., & Ibrahim, M. N. M. (2022). Characterization of nanomaterial used in nanobioremediation. In *Nano-Bioremediation: Fundamentals and Applications* (pp. 57–83). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-823962-9.00037-4>
- Ramesh, M., Maniraj, J., & Rajeshkumar, L. (2023). Thermomechanical characterization of cellulose fiber composites. In *Cellulose Fibre Reinforced Composites* (pp. 183–201). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-90125-3.00014-8>

- Ramezanipour Penchah, H., & Maleki, F. (2024). Polymeric adsorbents for gas adsorption. In *Polymeric Adsorbents* (pp. 205–258). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99746-1.00005-7>
- Ramírez-García, J. M., López-Miranda, J. A., & Olgún-Melo, D. (2022, September). Propiedades electrónicas-vibracionales en semiconductores de la familia III-N. *RevistaNthe*, 2022, 99–106. <https://www.quantum-espresso.org>
- Rashid, M. M., Simončič, B., & Tomšič, B. (2021). Recent advances in TiO<sub>2</sub>-functionalized textile surfaces. In *Surfaces and Interfaces* (Vol. 22). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2020.100890>
- Rozmysłowska-Wojciechowska, A., Mitrzak, J., Szuplewska, A., Chudy, M., Woźniak, J., Petrus, M., Wojciechowski, T., Vasilchenko, A. S., & Jastrzebska, A. M. (2020). Engineering of 2D Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene surface charge and its influence on biological properties. *Materials*, 13(10). <https://doi.org/10.3390/ma13102347>
- Ruziwa, D. T., Oluwalana, A. E., Mupa, M., Meili, L., Selvasembian, R., Nindi, M. M., Sillanpaa, M., Gwenzi, W., & Chaukura, N. (2023). Pharmaceuticals in wastewater and their photocatalytic degradation using nano-enabled photocatalysts. In *Journal of Water Process Engineering* (Vol. 54). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2023.103880>
- Sadikin, S. N., Ridwan, J., Umar, M. I. A., Raub, A. A. M., Yunas, J., Hamzah, A. A., Dahlan, D., Rahman, M. Y. A., & Umar, A. A. (2023). Photocatalytic activity and stability properties of porous TiO<sub>2</sub> film as photocatalyst for methylene blue and methylene orange degradation. *International Journal of Electrochemical Science*, 18(9). <https://doi.org/10.1016/j.ijoes.2023.100246>
- Samal, K., Mahapatra, S., & Hibzur Ali, M. (2022). Pharmaceutical wastewater as Emerging Contaminants (EC): Treatment technologies, impact on environment and human health. In *Energy Nexus* (Vol. 6). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.nexus.2022.100076>

- Serafin, J., Dziejarski, B., Oindo Achieng, G., Vendrell, X., Chaitoglou, S., & Amade-Rovira, R. (2024). Comprehensive analysis of MAX phase and MXene materials for advanced photocatalysis, electrocatalysis and adsorption in hydrogen evolution and storage. In *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. Korean Society of Industrial Engineering Chemistry. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2024.07.023>
- Sharma, R., Kumar, M., & Mehta, S. K. (2023). Microwave-assisted synthesis of TiO<sub>2</sub> nanostructures for enhanced photocatalytic applications. *Materials Today: Proceedings*, 72, 1672–1677.
- Siddiqui, H. (2019). *Modification of Physical and Chemical Properties of Titanium Dioxide (TiO<sub>2</sub>) by Ion Implantation for Dye Sensitized Solar Cells*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.83566>
- Silva, J. M. P., Neto, N. F. A., Lima, A. B., Correa, M., Bomio, M. R. D., & Motta, F. V. (2023). Investigating adsorption/photocatalysis of organic contaminants by Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-GO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-GO-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> heterojunctions. *Chemistry of Inorganic Materials*, 100014. <https://doi.org/10.1016/j.cinorg.2023.100014>
- Solangi, N. H., Karri, R. R., Mazari, S. A., Mubarak, N. M., Jatoi, A. S., Malafaia, G., & Azad, A. K. (2023). MXene as emerging material for photocatalytic degradation of environmental pollutants. *Coordination Chemistry Reviews*, 477, 214965. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2022.214965>
- Soleimani, Z., Ranjbar, F., & Ghaedi, M. (2023). Construction of TiO<sub>2</sub>/MXene photocatalyst with enhanced activity for visible-light degradation of pollutants. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 11(2), 110059.
- Soltani, T., & Lee, B.-K. (2020). Photocatalytic and photo-fenton catalytic degradation of organic pollutants by non-TiO<sub>2</sub> photocatalysts under visible light irradiation. In *Current Developments in Photocatalysis and Photocatalytic Materials* (pp. 267–284). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819000-5.00017-5>

- Sonwane, C. G., McLennan, A. D., & Bhatia, S. K. (2000). *Comprehensive Structural Characterization Of MCM-41: From Mesopores To Particles* (pp. 197–205). [https://doi.org/10.1016/S0167-2991\(00\)80023-3](https://doi.org/10.1016/S0167-2991(00)80023-3)
- Sotomayor, F. J., Cychosz, K. A., & Thommes, M. (2018). Characterization of Micro/Mesoporous Materials by Physisorption: Concepts and Case Studies. *Account of Materials & Surface Research*, 3, 34–50. <https://www.researchgate.net/publication/331260891>
- Srivastava, P., Mishra, A., Mizuseki, H., Lee, K.-R., & Singh, A. K. (2016). Mechanistic Insight into the Chemical Exfoliation and Functionalization of  $Ti_3C_2$  MXene. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 8(36), 24256–24264. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b08413>
- Suliman, Z. A., Mecha, A. C., & Mwasiagi, J. I. (2024). Effect of  $TiO_2/Fe_2O_3$  nanopowder synthesis method on visible light photocatalytic degradation of reactive blue dye. *Heliyon*, 10(8). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e29648>
- Suwondo, K. P., Aprilita, N. H., & Wahyuni, E. T. (2023). Advanced Oxidation Processes of Amoxicillin Based on Visible Light Active Nitrogen-Doped  $TiO_2$  Photocatalyst. *Indonesian Journal of Chemistry*, 23(2), 523–532. <https://doi.org/10.22146/ijc.81387>
- Torres, A., Rodríguez, H. A., & Ayala, M. (2023). Contaminantes emergentes en México: panorama actual, retos y una posible solución biotecnológica. *TIP Revista Especializada En Ciencias Químico-Biológicas*, 26. <https://doi.org/10.22201/fesz.23958723e.2023.590>
- Torres-Luna, J. A., Carriazo, J. G., & Sanabria-González, N. R. (2014). Efecto de la Temperatura de Calcinación en las Propiedades Texturales y Estructurales de Fe(III)- $TiO_2$ . *Revista Facultad de Ciencias Básicas*, 10(2), 186. <https://doi.org/10.18359/rfcb.329>
- Vázquez-Tapia, I., Salazar-Martínez, T., Acosta-Castro, M., Meléndez-Castolo, K. A., Mählknecht, J., Cervantes-Avilés, P., Capparelli, M. V., & Mora, A. (2022). Occurrence of emerging organic contaminants and endocrine disruptors in different water

- compartments in Mexico – A review. In *Chemosphere* (Vol. 308). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.136285>
- Villarreal, M. E., Morales, R. E., Rojas, B. L., Perez, H. G., Alvarez, R. J. G., Diaz, F. L. L., Gomez, C. A. L., & Torres, H. J. del R. (2018). *Estudio de TiO<sub>2</sub> por el método sol-gel y síntesis asistida por microondas*. Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.
- Wahyuni, E. T., Cahyono, R. N., Nora, M., Alharissa, E. Z., & Kunarti, E. S. (2024). Degradation of amoxicillin residue under visible light over TiO<sub>2</sub> doped with Cr prepared from tannery wastewater. *Results in Chemistry*, 7. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2023.101302>
- Wang, J., Li, G., Xie, G., Huang, Z., Zhang, P., Xu, B., Xie, X., & Zhang, N. (2024). Solvation structure design for stabilizing MXene in transition metal ion solutions. *SusMat*, 4(3). <https://doi.org/10.1002/sus2.202>
- Wang, L., Zhang, H., Wang, B., Shen, C., Zhang, C., Hu, Q., Zhou, A., & Liu, B. (2020). Synthesis and electrochemical performance of Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> with hydrothermal process. *Electronic Materials Letters*, 12(5), 702–710. <https://doi.org/10.1007/s13391-016-6088-z>
- Wang, T., Zhu, L., Zhu, W., & Kanda, H. (2023). Direct synthesis of hydrogen fluoride-free multilayered Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> composite and its applications in photocatalysis. *Heliyon*, 9(8). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e18718>
- Wang, Y. H., Rahman, K. H., Wu, C. C., & Chen, K. C. (2020). A review on the pathways of the improved structural characteristics and photocatalytic performance of titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) thin films fabricated by the magnetron-sputtering technique. In *Catalysts* (Vol. 10, Issue 6). MDPI. <https://doi.org/10.3390/catal10060598>
- Wei, C., Li, X., Xie, Y., & Wang, X. (2019). Direct photo transformation of tetracycline and sulfanomide group antibiotics in surface water: Kinetics, toxicity and site modeling. *Science of The Total Environment*, 686, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.04.041>

- Yuen, A. C. Y., Chen, T. B. Y., Lin, B., Yang, W., Kabir, I. I., De Cachinho Cordeiro, I. M., Whitten, A. E., Mata, J., Yu, B., Lu, H. D., & Yeoh, G. H. (2021). Study of structure morphology and layer thickness of Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene with Small-Angle Neutron Scattering (SANS). *Composites Part C: Open Access*, 5. <https://doi.org/10.1016/j.jcomc.2021.100155>
- Zamora-Saldaña, F., Torres-Huerta, A. M., Andraca-Adame, J. A., & López-Benítez, A. (2023). Photocatalysts characterization based on CuO/TiO<sub>2</sub>-P25 for pesticide degradation. *Pädi Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías Del ICBI*, 11(Especial5), 50–56. <https://doi.org/10.29057/icbi.v11iespecial5.11499>
- Zhang, S., Cai, M., Wu, J., Wang, Z., Lu, X., Li, K., Lee, J. M., & Min, Y. (2023). photocatalytic degradation of TiO<sub>2</sub> via incorporating Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene for methylene blue removal from water. *Catalysis Communications*, 174. <https://doi.org/10.1016/j.catcom.2022.106594>
- Zhang, W. L., Wei, W., Liu, W., Guan, T., Tian, Y., & Zeng, H. (2019). Engineering the morphology of TiO<sub>2</sub>/carbon hybrids via oxidized Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub>T<sub>x</sub> MXene and associated electrorheological activities. *Chemical Engineering Journal*, 378. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.122170>
- Zhao, X., Vashisth, A., & Sinha, R. K. (2022). 2D Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene: A robust cocatalyst for boosted photocatalytic hydrogen evolution and pollutant degradation. *Applied Surface Science*, 577, 151885.
- Zhu, B., Wang, K., Gao, H., Wang, Q., Pan, X., & Fan, M. (2021). Functional Group Modification and Bonding Characteristics of Ti<sub>3</sub>C<sub>2</sub> MXene-Organic Composites from First-Principles Calculations. *ChemPhysChem*, 22(16), 1675–1683. <https://doi.org/10.1002/cphc.202100450>
- Zhu, X., Qin, F., Xia, Y., Yang, D., Feng, W., & Jiao, Y. (2022). Three-Phase Mixed Titania Powder Modified by Silver and Silver Chloride with Enhanced Photocatalytic Activity under UV–Visible Light. *Nanomaterials*, 12(9). <https://doi.org/10.3390/nano12091599>

Zhuang, K., Guo, H., Xu, Z., Liang, T., Wang, Y., & Shen, L. (2024). Organic pollutants degradation by a superb MXene-based Z-scheme heterojunction Photocatalyst: Synthesize, delamination process, mechanism and toxicity assessment. *Progress in Organic Coatings*, 192, 108461. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2024.108461>

Universidad Juárez Autónoma de Tabasco.  
México.



## ANEXOS

## Anexos

<b>Alojamiento de la Tesis en el Repositorio Institucional</b>	
<b>Título de Tesis:</b>	ACTIVIDAD FOTOCATALÍTICA DEL COMPUESTO TiO <sub>2</sub> /Ti <sub>3</sub> C <sub>2</sub> (MXene) PARA LA DEGRADACIÓN DE CONTAMINANTES AMBIENTALES
<b>Autor de Tesis:</b>	JOSÉ MERCEDES GARCÍA VICENTE
<b>ORCID:</b>	<a href="https://orcid.org/0000-0003-2917-0903">https://orcid.org/0000-0003-2917-0903</a>
<b>Resumen de la Tesis:</b>	<p>En este trabajo de investigación, se evaluó la actividad fotocatalítica del compuesto MXene-TiO<sub>2</sub> para la degradación de contaminantes ambientales en medio acuoso. La síntesis de los materiales se llevó a cabo mediante el método asistido por microondas, empleando diferentes proporciones en masa de MXene (2 %, 5 % y 10 %) acopladas al TiO<sub>2</sub>. Los materiales obtenidos fueron caracterizados por técnicas de difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), análisis de fisorción de nitrógeno y espectroscopía UV-Vis, con el objetivo de conocer su estructura cristalina, morfología superficial, propiedades texturales y ópticas.</p> <p>Los resultados de DRX confirmaron la presencia de fases anatasa, rutilo y brookita en el TiO<sub>2</sub>, así como la formación efectiva del MXene. Las micrografías MEB mostraron una morfología laminar en el MXene y una reorganización superficial del TiO<sub>2</sub> al incorporar el MXene.</p>

	<p>El análisis de fisisorción de nitrógeno mostró un incremento en el área superficial en los compuestos modificados, alcanzando hasta 200.193 m<sup>2</sup>/g. El análisis óptico mostró un ligero incremento del band gap conforme aumentó la proporción de MXene, junto con un corrimiento hacia la región UV.</p> <p>La actividad fotocatalítica fue evaluada mediante la degradación de azul de metileno, amoxicilina y tetraciclina bajo irradiación UV. Los resultados mostraron que el compuesto con 2 % MXene-TiO<sub>2</sub> presentó la mayor eficiencia para azul de metileno (83.68 %) y amoxicilina (72.27 %), mientras que el compuesto con 10 % MXene-TiO<sub>2</sub> alcanzó el 100 % de degradación de la tetraciclina.</p> <p>Este trabajo demuestra que el acoplamiento de MXene-TiO<sub>2</sub> representa una estrategia eficaz para el desarrollo de nuevos materiales fotocatalíticos aplicables en la remediación de contaminantes orgánicos emergentes en aguas residuales.</p>
<b>Palabras claves de la Tesis:</b>	MXene, TiO <sub>2</sub> , método asistido por microondas, actividad fotocatalítica, contaminantes emergentes.
<b>Referencias citadas:</b>	Las referencias citadas en el trabajo se encuentran en el apartado de "Referencias" que comprende desde la página 84 a la 98.