



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO  
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CULIACÁN  
División de Estudios de Posgrado e Investigación

## TESIS

# SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE $\text{TiO}_2$ Y $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ Y SU APLICACIÓN PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL

PRESENTADA ANTE EL DEPARTAMENTO ACADÉMICO DE ESTUDIOS DE POSGRADO  
DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE CULIACÁN EN CUMPLIMIENTO PARCIAL DE LOS  
REQUISITOS PARA OBTENER EL GRADO DE

## MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

presenta:

**I.A. Rogelio Estrada Vázquez**

Directora de Tesis

**Dra. Yaneth Alejandra Bustos Terrones**

Codirectora de Tesis

**Dra. Mabel Vaca Mier**

Culiacán Rosales, Sinaloa.

Junio de 2020

# AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Tecnológico de Culiacán

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Culiacán, Sin., 19/junio/2020

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

OFICIO No.: DEPI-95/VI/2020  
ASUNTO: Autorización de Impresión de Tesis

**ING. ROGELIO ESTRADA VÁZQUEZ**  
ESTUDIANTE DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
P R E S E N T E.-

Por medio de la presente y en virtud de que ha completado los requisitos para el examen de grado de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería, se concede autorización para la impresión de la tesis titulada "Síntesis y caracterización de nanopartículas de  $TiO_2$  y  $TiO_2/Ag$  y su aplicación para el tratamiento de agua residual".

Sin otro particular reciba un cordial saludo.

**ATENTAMENTE**  
Excelencia en Educación Tecnológica ©

**M.C. MARÍA ARACELY MARTÍNEZ AMAYA**  
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.c.p. Archivo



Juan de Dios Báltiz 310 Pte. Col. Guadalupe, Culiacán, Sinaloa, C.P. 80220  
Tel. 01 (667) 713-3804 y 454-0100  
www.tecnm.mx | culiacan.tecnm.mx



# RECOMENDACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Tecnológico de Culiacán

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Culiacán, Sin., 17/junio/2020

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

OFICIO No.: DEPI-3MCI/VI/2020

ASUNTO: Recomendación de Impresión de Tesis

**ING. ROGELIO ESTRADA VÁZQUEZ**  
**ESTUDIANTE DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA**  
**P R E S E N T E.-**

Por medio de la presente y en virtud de que este comité ha revisado y aprobado el trabajo de tesis a su cargo titulado "**Síntesis y caracterización de nanopartículas de  $TiO_2$  y  $TiO_2/Ag$  y su aplicación para el tratamiento de agua residual**". Este comité recomienda la autorización para la impresión de su tesis.

Sin otro particular reciba un cordial saludo.

**ATENTAMENTE**

**Dra. Yaneth Alejandra Bustos Terrones**  
Directora de tesis

**Dra. Mabel Vaca Mier**  
Co-directora

**Dra. Hilda Karina Ramírez Medina**  
Revisora

C.c.p. Archivo



Juan de Dios Báltiz 310 Pte. Col. Guadalupe, Culiacán, Sinaloa, C.P. 80220

Tel. 01 (667) 713-3804 y 454-0100

www.tecnm.mx | culiacan.tecnm.mx



**Síntesis y caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag y su aplicación para el  
tratamiento de agua residual**

Tesis presentada por:

**I.A. Rogelio Estrada Vázquez**

Aprobada en contenido y estilo por:

**Dra. Yaneth Alejandra Bustos Terrones**

Director de tesis

**Dra. Mabel Vaca Mier**

Codirector de Tesis

**Dra. Hilda Karina Ramírez Medina**

Miembro del Jurado

## AGRADECIMIENTOS

---

Agradezco al **Instituto Tecnológico de Culiacán** por haberme dado la oportunidad de realizar el grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería. Así también por haberme dado siempre el apoyo que necesité.

A mis Maestros que me han orientado y apoyado.

A la Dra. Victoria Bustos Terrones por permitir llevar a cabo a su lado una Estancia de Investigación y por compartir de sus conocimientos para que este proyecto fuese posible.

A la Dra. Hilda Karina Ramírez Medina por tomarse el tiempo de asesorarme y apoyarme a lo largo de esta etapa en mi carrera profesional.

Al Dr. Jesús Gabriel Rangel Peraza y la M.C. Edith Padilla Gasca por admitir llevar dicha Investigación en el Laboratorio de Posgrado e Investigación en Ciencias Ambientales y en el Laboratorio de Cromatografía y Espectrometría.

A mis Padres, Hijo, Esposa y Hermanos por ser el pilar en el cual me he apoyado, ustedes que sin esperar nada, lo dieron todo en cada decisión que tomo en este trayecto de vida, por sus consejos, enseñanzas y valores de los cuales, sin ellos no sería lo que ahora soy. Este logro también es de ustedes

A mis amigos que conocí en este trayecto de vida, por cada momento compartido y palabras de aliento, a todos y cada uno de ellos, muchas gracias.

Y un agradecimiento muy especial a mis directores de tesis:

**Dra. Yaneth Alejandra Bustos Terrones**

**Dra. Mabel Vaca Mier**

Por haberme tenido la confianza, paciencia y apoyo en todo momento, gracias a ustedes fue posible la realización de esta tesis.

**MUCHAS GRACIAS**

## **DECLARACIÓN DE AUTENTICIDAD**

Por la presente declaro que, el presente trabajo de investigación de tesis de maestría es original, resultado de mi trabajo profesional, el cual no he copiado de otras tesis similares, artículos, memorias de congresos, entre otros, en versión digital o impresa. Caso contrario, menciono explícitamente su origen o autor, tanto en el cuerpo del texto, figuras, cuadros, tablas u otros que tengan derechos de autor.

También, declaro que este trabajo de tesis de maestría que pongo en consideración para evaluación no ha sido presentado anteriormente para obtener algún grado académico o título, ni ha sido publicado en sitio alguno. Estoy consciente de que el hecho de no respetar los derechos de autor y cometer plagio, es objeto de sanciones bajo la normativa que rige al Tecnológico Nacional de México.

De identificarse falsificación, plagio, fraude, o que el trabajo de tesis maestría haya sido publicado anteriormente; asumo las consecuencias y sanciones que de mi acción se deriven, responsabilizándome por todas las cargas pecuniarias o legales que se deriven de ello sometiéndome a la normas establecidas y vigentes del Tecnológico Nacional de México.

**I.A. Rogelio Estrada Vázquez**

*El Mayor Enemigo del Conocimiento no es la  
Ignorancia, es la Ilusión del Conocimiento.*

*Stephen Hawking*

## RESUMEN

---

### **Síntesis y caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag y su aplicación para el tratamiento de agua residual**

En este estudio, se llevó a cabo la síntesis y caracterización de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag y se evaluó su eficiencia en la oxidación de materia orgánica. Las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag fueron sintetizadas mediante el método Sol-Gel y el método de reducción química respectivamente. Así mismo, fueron caracterizadas mediante cuatro diferentes técnicas (Difractometría de rayos-X, Espectrofotometría UV-Vis, Espectroscopia FTIR y Microscopia Electrónica de Barrido). Posteriormente, se evaluó el uso de las nanopartículas sintetizadas en el tratamiento de agua residual mediante un proceso de fotocatalisis utilizando luz UV. Se utilizó agua residual doméstica generada en el Instituto Tecnológico de Culiacán. A esta agua, se le realizó un pretratamiento para retirar partículas de gran tamaño que pueden interferir con la luz UV. El pretratamiento consistió en un filtro empacado con diferentes materiales (Zeolita, Antracita y carbón activado) mediante un reactor tubular. Para evaluar la oxidación de materia orgánica del agua residual se determinó la Demanda Química del Oxígeno. El volumen de muestra tratado fue de 200 mL, las concentraciones de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag fueron de 0.25, 0.5 y 1 mg/L; y longitud de onda de luz UV fue de  $\lambda=254$  nm. Como resultado, el pretratamiento removió un 31% de materia orgánica. El proceso de fotocatalisis logró una eliminación máxima de 76.96% con un tiempo de residencia de 2 h al utilizar TiO<sub>2</sub>/Ag. Con estos resultados se puede concluir que el tratamiento de fotocatalisis podría ser una alternativa en el tratamiento completo de aguas residuales domésticas.

**Palabras claves:** Agua residual, TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>/Ag, fotocatalisis, pretratamiento, luz UV.

## ABSTRACT

---

### **Synthesis and characterization of TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>/Ag nanoparticles and their application for wastewater treatment**

In this study, the synthesis and characterization of the TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>/Ag nanoparticles, and their efficiency in the oxidation of organic matter were evaluated. The TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>/Ag nanoparticles were synthesized by the Sol-Gel method and the reduction chemical method, respectively. Likewise, they were characterized by four techniques (X-ray Diffractometry, UV-Vis Spectrophotometry, FTIR Spectroscopy, and Scanning Electron Microscopy). Subsequently, domestic wastewater from the Technological Institute of Culiacán was treated with the synthesized nanoparticles using a UV light photocatalysis process. This wastewater was pretreated to remove large particles that can interfere with UV light. The pretreatment consisted of a filter packed with different materials (Zeolite, Anthracite, and activated carbon) using a tubular reactor. To evaluate the oxidation of organic matter in the wastewater, the Chemical Oxygen Demand was determined. The treated wastewater sample volume was 200 mL, the TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>/Ag concentrations were 0.25, 0.5, and 1 g/L, and the wavelength of UV light was  $\lambda = 254$  NM. As a result, the pretreatment removed 31% organic matter, and the photocatalysis process achieved a maximum elimination of 76.96% with a residence time of 2 h when using TiO<sub>2</sub>/Ag. In conclusion, the photocatalysis treatment could be an alternative in the complete treatment of domestic wastewater.

**Keywords:** Wastewater, TiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>/Ag, photocatalysis, pretreatment, UV light.

# ÍNDICE DE CONTENIDO

---

## Síntesis y caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag y su aplicación para el tratamiento de agua residual

### Contenido

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO.....	4
2.1. Procesos de oxidación avanzada (POA's).....	4
2.2. Fotocatálisis heterogénea con TiO <sub>2</sub> .....	6
2.3. Teoría de bandas.....	8
2.4. Síntesis de nanopartículas.....	9
2.4.1. Método de síntesis Sol-Gel.....	10
2.4.2. Dopaje de nanomateriales.....	10
2.4.3. Síntesis de nanopartículas de plata (Ag) mediante reducción química.....	11
2.5. Caracterización.....	12
2.5.1. Difractometría de rayos-X.....	13
2.5.2. Espectrofotometría Ultravioleta-Visible.....	13
2.5.3. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	13
2.5.4. Microscopia Electrónica de barrido (SEM).....	14
2.5.5. Ecuación de Scherrer: determinación de tamaño de partícula.....	14
2.6. Aguas residuales.....	15
2.7. Tipos de tratamiento de aguas residuales.....	15
ANTECEDENTES.....	17
OBJETIVOS.....	21
Objetivo General.....	21
Objetivos Específicos.....	21

JUSTIFICACIÓN.....	22
ALCANCES Y LIMITACIONES.....	24
HIPÓTESIS .....	25
CAPITULO III. MATERIALES Y MÉTODOS.....	26
3.1. Síntesis de nanopartículas de TiO <sub>2</sub> en fase anatasa mediante el método Sol-Gel.....	26
3.2. Síntesis de nanopartículas de TiO <sub>2</sub> /Ag mediante reducción química con modificación al método Turkevitch. ....	27
3.3. Determinación del tamaño de partícula o cristal: Ecuación de Scherrer. ....	29
3.4. Muestreo y Caracterización del agua residual. ....	29
3.5. Pretratamiento de agua residual. ....	30
3.6. Tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis. ....	30
3.7. Análisis estadístico para el tratamiento de agua residual.....	31
CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	32
4.1. Síntesis de nanopartículas de TiO <sub>2</sub> y TiO <sub>2</sub> /Ag.....	32
4.1.1. Síntesis de nanopartículas de TiO <sub>2</sub> . ....	32
4.1.2. Síntesis de nanopartículas de TiO <sub>2</sub> /Ag. ....	33
4.2. Caracterización de nanopartículas de TiO <sub>2</sub> y TiO <sub>2</sub> /Ag.....	33
4.2.1. Difractometría de rayos-X. ....	33
4.2.2. Ecuación de Scherrer. ....	36
4.2.3. Espectrofotometría UV-Vis. ....	37
4.2.4. Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).....	39
4.2.5. Microscopia Electrónica de Barrido (SEM). ....	42
4.3. Muestreo y caracterización de agua residual. ....	43
4.4. Pretratamiento de agua residual. ....	44
4.5. Aplicación de tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis. ....	46

CAPÍTULO V. CONCLUSIONES .....	58
CAPÍTULO VI. REFERENCIAS .....	60
ANEXOS .....	68

## LISTA DE FIGURAS

---

### Síntesis y caracterización de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ y $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ y su aplicación para el tratamiento de agua residual.

---

Figura 1. Clasificación de procesos de oxidación avanzada. (Sanz <i>et al.</i> , 2013).....	5
Figura 2. Mecanismo del proceso de fotocatalisis sobre una partícula semiconductor de $\text{TiO}_2$ . (Sarria <i>et al.</i> , 2005) .....	6
Figura 3. Poliformos del dióxido de titanio (a) anatasa, (b) rutilo y (c) brookita. (Zarazua-Aguilar <i>et al.</i> , 2017).....	7
Figura 4. Diagrama de bandas prohibidas del conductor, semiconductor y aislante.....	9
Figura 5. Mecanismo de formación de nanopartículas de plata a partir de reducción química en disolución de sal $\text{AgNO}_3$ . (Oroz, 2009).....	12
Figura 6. Nanopartículas obtenidas mediante el método Sol-Gel .....	32
Figura 7. Síntesis de nanopartículas de $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ . (Oroz, 2009).....	33
Figura 8. Difractograma de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ .....	34
Figura 9. Difractograma de nanopartículas de $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .....	35
Figura 10. Difractograma de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ y $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .....	36
Figura 11. Imagen digital de los coloides de plata a diferentes concentraciones. ....	38
Figura 12. Espectro de absorción UV-Vis de nanopartículas de Ag a diferentes concentraciones. ....	39
Figura 13. Espectros FTIR de nanopartículas de plata.....	40
Figura 14. Espectros FTIR de $\text{TiO}_2$ , $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ y Ag. ....	41
Figura 15. Imagen SEM de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ (a) 50 nm y (b) 20 nm. ....	43
Figura 16. Diagrama esquemático del sistema de pretratamiento de agua residual. ....	45
Figura 17. Comparativo de agua residual (a) antes y (b) después del pretratamiento.....	46
Figura 18. Representación del sistema de tratamiento de fotocatalisis. ....	47
Figura 19. Porcentaje de remoción en el tratamiento de agua residual mediante fotocatalisis con $\text{TiO}_2$ a diferentes concentraciones de catalizador. ....	49
Figura 20. Porcentaje de remoción en el tratamiento de agua residual mediante fotocatalisis con $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ a diferentes concentraciones de catalizador .....	51

Figura 21. Evidencia de participación en el “XVIII CONGRESO INTERNACIONAL Y  
XXIV CONGRESO NACIONAL DE CIENCIAS AMBIENTALES” ..... 68

## LISTA DE TABLAS

---

### Síntesis y caracterización de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ y $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ y su aplicación para el tratamiento de agua residual

---

Tabla 1. Niveles de procesamiento de aguas residuales en México .....	16
Tabla 2. Métodos para la caracterización de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ y $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .....	28
Tabla 3. Parámetros y Técnicas para la caracterización del agua residual.....	30
Tabla 4. Valores de la caracterización del agua residual.....	44
Tabla 5. Remoción de materia orgánica mediante el proceso de pretratamiento .....	46
Tabla 6. Resumen de resultados obtenidos mediante fotocatalisis con $\text{TiO}_2$ .....	48
Tabla 7. Resumen de resultados obtenidos mediante fotocatalisis con $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .....	50
Tabla 8. Resumen estadístico en la evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 0.25 g/L .....	52
Tabla 9. Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 0.25 g/L.....	52
Tabla 10. Resumen estadístico en la evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 0.5 g/L .....	53
Tabla 11. Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 0.5 g/L.....	53
Tabla 12. Resumen estadístico en la evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 1 g/L	54
Tabla 13. Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 1 g/L.....	54
Tabla 14. Resumen estadístico en la evaluación del $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ con una concentración de 0.25 g/L.....	55
Tabla 15. Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ con una concentración de 0.25 g/L.....	55
Tabla 16. Resumen estadístico en la evaluación del $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ con una concentración de 0.5 g/L.....	56
Tabla 17. Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ con una concentración de 0.5 g/L.....	56

Tabla 18. Resumen estadístico en la evaluación del TiO <sub>2</sub> /Ag con una concentración de 1 g/L.....	57
Tabla 19. Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO <sub>2</sub> /Ag con una concentración de 1 g/L.....	57

## CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

La gestión del agua como uno de los principales recursos del planeta es una tarea imprescindible para los humanos. Aunque la tierra contiene diversos cuerpos de agua, incluidos los océanos y los ríos, los recursos de agua son bastante limitados por la naturaleza y por los impactos antropogénicos (Reddy *et al.*, 2017). Por otra parte, la mayoría de las actividades humanas que utilizan agua generan aguas residuales. En todos los países, excepto en los más desarrollados, la mayor parte de las aguas residuales se vierte directamente al medio ambiente sin un tratamiento adecuado, por lo que, a medida que crece la demanda global del agua, el volumen de aguas residuales generadas y su nivel de contaminación se encuentran en constante aumento en todo el mundo (ONU, 2017).

Las aguas residuales crudas son consideradas como altamente contaminadas, aun cuando la cantidad de contaminantes que estas contengan puedan parecer pequeñas, llegan a tener serios impactos ecológicos y a la salud si se descargan sin tratar (Mihelcic & Zimmerman, 2011). Las aguas residuales municipales presentan una gran cantidad de contaminantes que tienen una acción muy compleja sobre el medio ambiente, al afectar el desarrollo natural de los ecosistemas. Estas aguas residuales han sido tratadas por métodos convencionales. Sin embargo, la efectividad de estos procesos está limitado en los últimos años principalmente por restricciones cada vez más severas (Forero *et al.*, 2005). Entre estas restricciones se consideran las siguientes:

- Contiene materia orgánica, misma que es susceptible a oxidarse. El cloro no discrimina entre bacterias y materia orgánica, así que reaccionará y se consumirá con ambos.
- La turbidez y los sólidos suspendidos totales en el agua residual hacen que la oxidación únicamente con luz UV sea ineficaz.
- La baja dosificación puede no desactivar efectivamente algunos virus, esporas y quistes (Aguirre *et al.*, 2004).

A consecuencia de los problemas identificados en la aplicación de procesos de oxidación, como son la cloración y la radiación UV, hoy en día, encontrar un método efectivo

para el tratamiento de aguas residuales se ha convertido en una necesidad importante (Bustos-Terrones *et al.*, 2020).

Por tal motivo, se impulsa la aplicación de los procesos de oxidación avanzada que se basan en la generación de especies reactivas de oxígeno capaces de mineralizar contaminantes orgánicos e inorgánicos (Reddy *et al.*, 2017) y, además, se ha encontrado un creciente interés en la fotocatalisis al usar materiales semiconductores en la solución de problemas de contaminación del medio ambiente (Castillo-Ledezma *et al.*, 2011). La catálisis se usa como soporte en el tratamiento de fracciones de petróleo; en electroquímica se usa como fotoelectrodo y en electrónica como capacitor debido a su alta constante dieléctrica. Por sus propiedades semiconductoras en su fase anatasa ha sido ampliamente estudiado en control ambiental mediante fotocatalisis heterogénea, ya que presenta foto actividad en la región ultravioleta (UV)-Visible. La eficiencia en estas aplicaciones requiere que el material se encuentre en forma de nanopartículas (Gutiérrez & Castellanos, 2011).

Uno de los catalizadores más utilizados en este proceso es el dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ). Es un fotocatalizador inerte que ha recibido gran atención debido a sus propiedades de estabilidad química, no toxicidad, y características fotocatalíticas relacionadas con la contaminación ambiental (Tabaei, *et al.*, 2012).

El dióxido de titanio es un semiconductor importante que tiene un gran potencial antibacterial y degradación de contaminantes debido a la fuerte oxidación bajo irradiación UV en comparación con otros semiconductores (Wang *et al.*, 2014). Presenta tres polimorfos: anatasa, brookita y rutilo. Estos polimorfos carecen de toxicidad y poseen propiedades químicas, ópticas y eléctricas haciéndolos muy atractivos para diversas aplicaciones que abarcan diferentes sectores de la industria y de la tecnología avanzada.

La fotocatalisis heterogénea con dióxido de titanio es un proceso de oxidación avanzada ampliamente utilizado y considerado como una alternativa a las tecnologías convencionales de oxidación y desinfección del agua, por lo que se considera un proceso clave en el tratamiento completo del agua. Este agente ha demostrado ser altamente efectivo en la descomposición no selectiva de moléculas orgánicas y en la inactivación de

microorganismos debido a las altas tasas de descomposición y mineralización cuando se usa en combinación con ciertas fuentes de radiación. Además, el tratamiento del agua con fotocatalisis heterogénea no requiere la adición de otros reactivos químicos ni genera subproductos de desechos peligrosos (Haider *et al.*, 2017).

El proceso tiene lugar cuando el  $\text{TiO}_2$  se irradia con luz UV cercana, y la estructura de cristal del semiconductor absorbe la energía de los fotones, transfiriendo electrones desde la valencia a la banda conductora. Esta reacción fotocatalítica genera pares de electrones en la superficie del semiconductor. Se ha informado que los agujeros en las bandas de valencia tienen un potencial redox positivo capaz de oxidar sustratos adsorbidos en la superficie del catalizador y, en presencia de agua y oxígeno adsorbidos, especies reactivas de oxígeno como los radicales superóxidos, los radicales hidroxilos y el peróxido de hidrógeno se producen por reacciones redox. Se sabe que estos agentes son agentes oxidantes fuertes, no selectivos, por lo tanto, son responsables de romper sustancias y tienen efectos antimicrobianos debido a su potencial de oxidación (Castillo-Ledezma *et al.*, 2011).

El dióxido de titanio se ha utilizado más ampliamente debido a sus ventajas superiores, por ejemplo, propiedades catalíticas favorables, viabilidad económica y estabilidad mejorada. Pero, debido a algunos inconvenientes conocidos del  $\text{TiO}_2$  (por ejemplo, alta recombinación y disminución de la sensibilidad solar), se han desarrollado varios tipos de modificaciones para mejorar la eficiencia fotocatalítica (Reddy *et al.*, 2017). Debido a estos inconvenientes, se ha investigado la incorporación de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  dopadas con otras nanopartículas y está por convertirse en una estrategia para el desarrollo de actividad fotocatalítica mejorada. Se ha empleado la fotocatalisis de  $\text{TiO}_2$  combinada con metales y no metales, y se ha demostrado que los fotocatalizadores modificados tienen actividades fotocatalíticas y antibacterianas más fuertes en comparación con las de  $\text{TiO}_2$  solo. Por lo tanto, una reacción fotocatalítica por  $\text{TiO}_2$  dopada con un metal o un no metal es un enfoque atractivo y puede aplicarse a la eliminación de bacterias, virus y sustancias tóxicas (Yang *et al.*, 2014).

## CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO

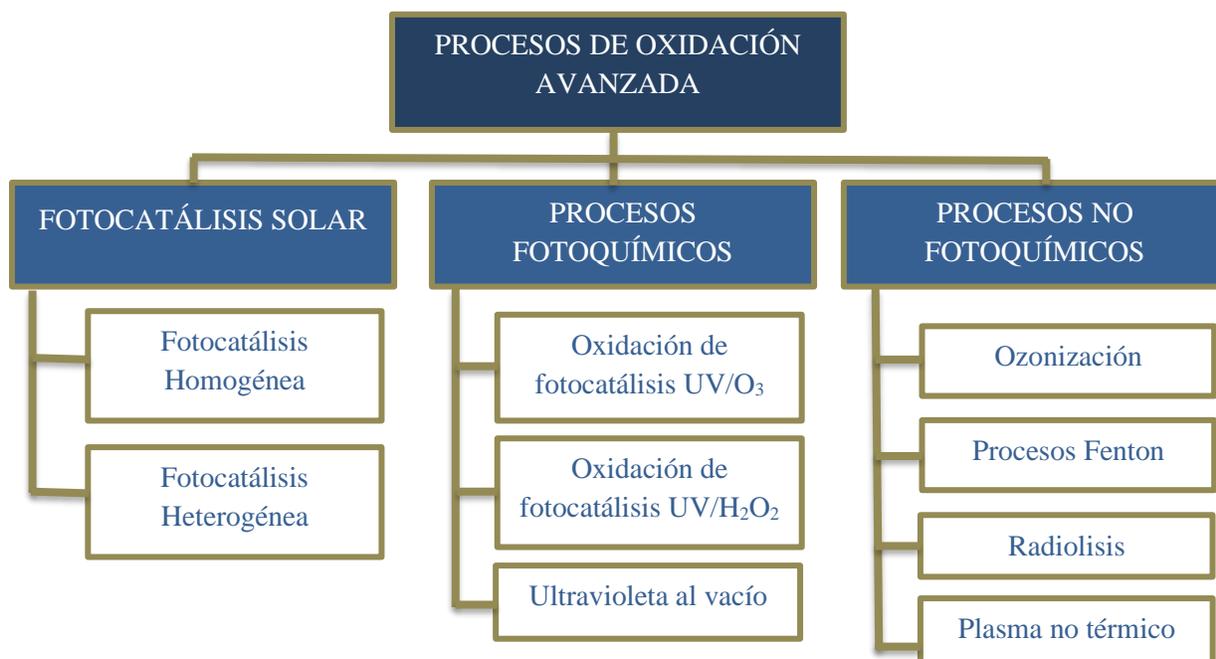
Ante la preocupación de la sociedad por preservar al medio ambiente se han implementado una gran variedad de nuevos procesos eficientes para degradar contaminantes que pueden alterar la estabilidad de nuestros recursos (Akpan & Hameed, 2009). La contaminación del agua es uno de los mayores retos con gran importancia en el mundo, debido a que las principales fuentes de contaminación son las aguas residuales municipales e industriales aportando contaminantes a las aguas superficiales con facilidad de acumularse y transportarse a las aguas subterráneas (Garcés Giraldo *et al.*, 2004).

Los procesos de oxidación avanzada (POA's), hoy en día, surgen como una alternativa novedosa y tecnológicamente viable para la protección y la conservación de los recursos naturales implementándose en el tratamiento de aguas residuales.

### 2.1. Procesos de oxidación avanzada (POA's).

Los procesos de oxidación avanzada son procesos en los que se generan especies reactivas de oxígeno, siendo el principal el radical hidroxilo ( $\text{OH}\cdot$ ). Estos procesos fisicoquímicos tienen la capacidad de alterar y producir cambios en las estructuras químicas de los contaminantes degradándolos a agua y dióxido de carbono (Bes *et al.*, 2018).

La aplicación de estos procesos, tienen su principal acción en el tratamiento terciario logrando la inhibición microbiológica e incluso la eliminación biodegradable de distintos compuestos. Existen diferentes tipos de tecnologías en las que se aplican los POA's. La **Figura 1** muestra los principales procesos de oxidación avanzada.



**Figura 1.** Clasificación de procesos de oxidación avanzada. (Sanz *et al.*, 2013)

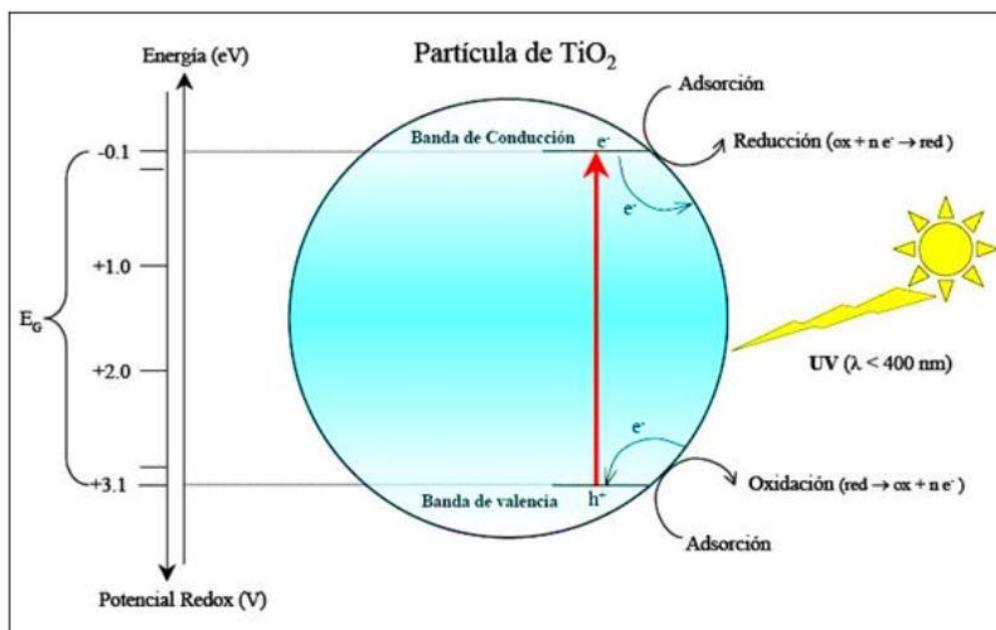
En el tratamiento las aguas residuales, este tipo de proceso de oxidación avanzada predominan ciertas ventajas ante los métodos convencionales (Castro-Peña & Durán-Herrera, 2014). Algunas de estas ventajas son las siguientes:

- Transforman de fase a los contaminantes permitiendo su mineralización completa.
- No generan (o forman en concentraciones bajas) subproductos.
- Efectivo al degradar contaminantes refractarios que resisten a los métodos de tratamiento de aguas convencionales,
- Descomposición de los reactivos utilizados como oxidantes en productos inocuos.

## 2.2. Fotocatálisis heterogénea con TiO<sub>2</sub>.

La fotocatalisis es considerada una de las tecnologías más importantes en el tratamiento de efluentes líquidos (Giraldo & Mesa, 2005) tomando gran importancia en la degradación de contaminantes, al despertar su interés a finales de la década de los 60 (Fujishima *et al.*, 2007). Este proceso tiene lugar al absorber fotones de luz visible o UV de manera directa o indirecta por un semiconductor (Gálvez *et al.*, 2001<sup>a</sup>), en consecuencia, produce una aceleración en la fotorreacción en presencia de un catalizador, que al interactuar con los contaminantes da como resultado la aparición de pares hueco-electrón a través de un estado de excitación.

Los electrones que han sido excitados se transfieren hasta la especie reducible, mientras que los electrones la especie oxidable son aceptados por el catalizador ocupando los huecos ( $e^-$ ,  $h^+$ ). De esta manera el flujo de electrones es considerado nulo, manteniéndose inalterado el catalizador (**Figura 2**) produciendo reacciones de oxido-reducción y de esta forma se logra la degradación de los contaminantes (Gálvez *et al.*, 2001<sup>b</sup>; Domènech *et al.*, 2001).



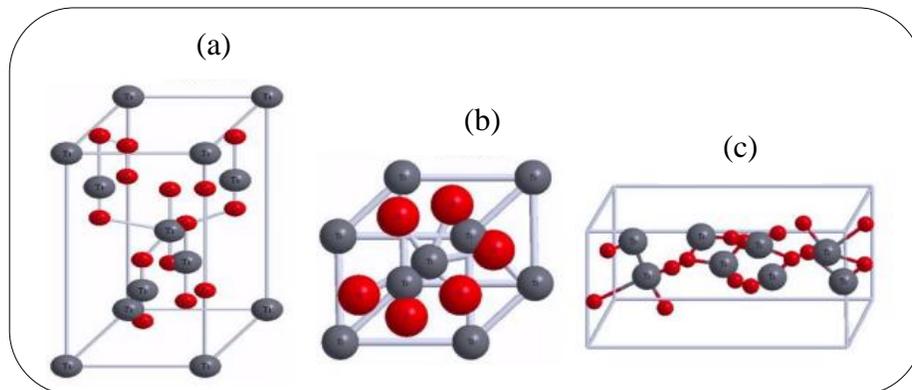
**Figura 2.** Mecanismo del proceso de fotocatalisis sobre una partícula semiconductor de TiO<sub>2</sub>. (Sarria *et al.*, 2005)

El dióxido de titanio es un catalizador que al entrar en contacto con radiación de luz con longitud de onda inferiores a 380 nm es fácilmente foto excitado debido a su tamaño de brecha de banda de 3.2 eV (Sarria *et al.*, 2005). La formación de pares hueco-electrón se representa mediante la siguiente ecuación (1):



Este hueco-electrón tiene la capacidad de recombinarse, liberando calor en este proceso. Así mismo, producen reacciones oxido reducción al interactuar con los iones y moléculas que se encuentren a una distancia muy pequeña al migrar el electrón a la superficie del semiconductor (Guarín Llanes & Mera Benavides, 2011).

Este catalizador presenta distintos polimorfos que carecen de toxicidad: anatasa, rutilo y brookita (**Figura 3**), los cuales tienen diferentes aplicaciones en sectores como la industria y de tecnología avanzada haciéndolos atractivos de acuerdo con sus propiedades eléctricas, ópticas y químicas (Bernasik *et al.*, 1993; Alfaro & Muñoz, 2017).



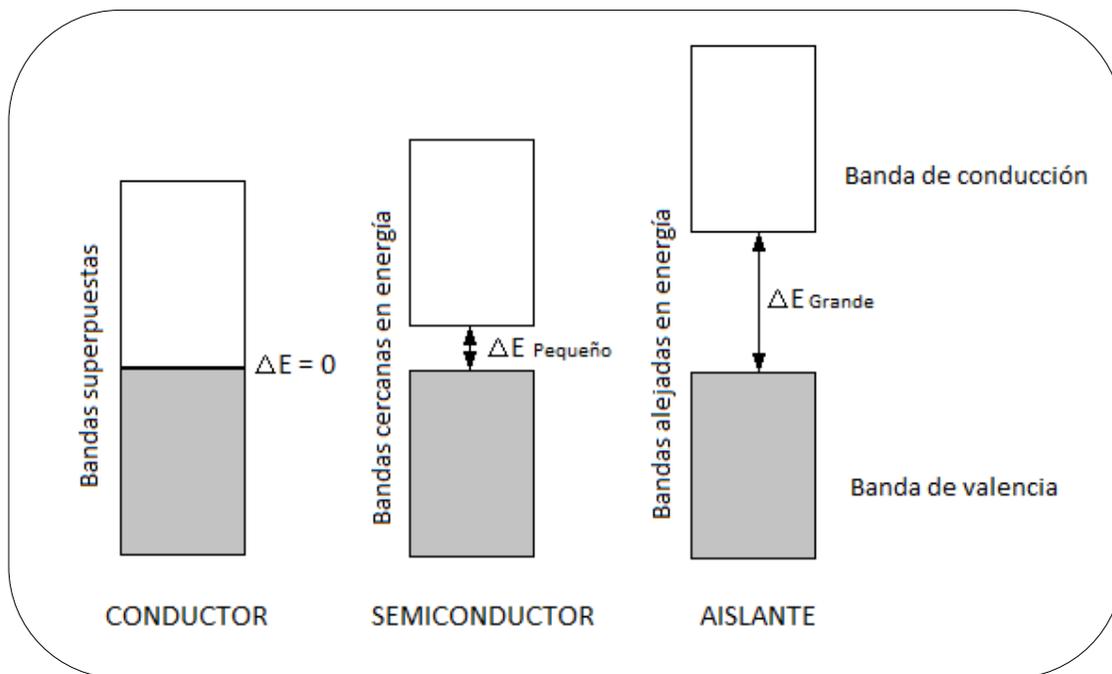
**Figura 3.** Polimorfos del dióxido de titanio (a) anatasa, (b) rutilo y (c) brookita. (Zarazua-Aguilar *et al.*, 2017)

De acuerdo con sus propiedades semiconductoras, el  $\text{TiO}_2$  en su fase anatasa ha sido ampliamente estudiado en control ambiental (tratamiento de aguas y de aire) mediante fotocatalisis heterogénea, ya que presenta fotoactividad en la región UV-Visible. La eficiencia en estas aplicaciones requiere que el material se encuentre en forma de nanopartículas, por lo que es importante emplear un método de síntesis que nos permita obtener esta fase pura en escala nanométrica, y esto se logra mediante método Sol-Gel (Zarazua-Aguilar *et al.*, 2017).

### **2.3. Teoría de bandas.**

Esta teoría involucra tanto a la banda de valencia como a la banda de conducción. La banda de valencia está formada por los orbitales moleculares con los electrones de valencia, mientras que la banda de conducción está ocupada por orbitales moleculares vacíos. En algunas ocasiones, estas dos bandas suelen solaparse energéticamente (Córdova *et al.*, 2017).

Este modelo expone los comportamientos eléctricos de las sustancias conductoras, semiconductoras y aislantes. En el primer caso, las dos bandas (valencia y conducción) son solapadas energéticamente, disponiendo de los orbitales moleculares vacíos logrando conducir corriente eléctrica. Contrario a esto, las bandas de valencia de los semiconductores y aislantes no se solapa con la banda de conducción por lo que presentan una zona denominada banda prohibida (**Figura 4**). Para el caso de los semiconductores, la banda prohibida tiene una anchura no muy grande, por esta razón los electrones con energía cinética suficiente pasan a la banda de conducción, mientras que, para el caso de los aislantes los electrones no pueden saltar a la banda de conducción debido a que su banda prohibida es demasiado ancha, generando que esta siempre se encuentre vacía (Vivas-Reyes *et al.*, 2008).



**Figura 4.** Diagrama de bandas prohibidas del conductor, semiconductor y aislante.

#### 2.4. Síntesis de nanopartículas.

La síntesis de nanopartículas ha despertado el interés científico debido a que presentan diversas propiedades que son mejores e incluso muy diferentes a las de tamaño macro. Su tamaño en partículas se encuentra dentro del orden nanométrico ( $10^{-9}$  m) (Zarazua-Aguilar *et al.*, 2017). Para la obtención de estas nanopartículas se han implementado distintos tipos o técnicas, en las que destacan tres categorías: métodos físicos, síntesis química y procesos mecánicos.

La más utilizada es la síntesis química, en la cual el crecimiento de nanopartículas se efectúa en medio líquido conformado por distintos reactantes. El crecimiento químico de nanomateriales da lugar a un proceso de precipitación de fase sólida de una solución. En el caso particular de un disolvente, tiene cierta solubilidad en un soluto, por lo que el exceso del soluto tendrá lugar a la precipitación y a la generación de nano cristales (Mosquera *et al.*, 2015). Dentro de la síntesis química existen diversos métodos para sintetizar dióxido de titanio y el más común es el método sol-gel (Urbano *et al.*, 2011).

#### **2.4.1. Método de síntesis Sol-Gel.**

El método Sol-Gel sirve para la obtención de nanomateriales avanzados de alta tecnología debido a que es considerado como un método de química suave. A su vez, permite controlar las características de la nanoestructura sintetizando materiales de alta pureza. Tiene cuatro etapas: hidrólisis, policondensación, secado y descomposición térmica (Gupta & Tripathi, 2012).

Por otra parte, este método hace uso de precursores utilizando metales inorgánicos, entre los más destacados el tetraisopropóxido y tetracloruro de titanio. Dichos precursores, suelen tener un alto costo e insolubles debido a que en contacto con agua y aire la hidrólisis se genera de forma rápida (Ge & Xu, 2007).

#### **2.4.2. Dopaje de nanomateriales.**

Esta técnica surge con la intención de modificar las propiedades estructurales, eléctricas y ópticas de un semiconductor agregando impurezas. Dependiendo de estas impurezas, a los semiconductores que se modificaron ligeramente se les conoce como “extrínsecos”, mientras que a los semiconductores que obtiene un alto dopaje son denominados “degenerados”, debido a que su comportamiento es más similar a la de un conductor que a la de un semiconductor (Alfaro & Muñoz, 2017).

El dopaje de nanopartículas de oro o de plata tienen interesantes aplicaciones en ciencias de los materiales, bioquímicas, biomédicas y ambientales, por lo cual se han desarrollado métodos de síntesis para producir nanopartículas de tamaños y formas definidas (Gómez, 2013). Cuando la luz impacta con las nanopartículas metálicas causa la excitación óptica de los electrones. La principal forma de excitación óptica que ocurre es la oscilación colectiva de electrones en la banda de valencia del metal, estas oscilaciones coherentes ocurren en la interfaz del metal con el medio dieléctrico y se llaman plasmones superficiales. El espectro de extinción de nanopartículas de oro y plata presenta una intensa absorción en la zona visible debido a la excitación del plasmón y por eso han sido usadas como pigmentos. Las características de absorción del plasmón dependen del metal, del dieléctrico y del tamaño y forma de las nanopartículas.

Una de las estrategias más ampliamente usadas para la obtención de nanopartículas metálicas esféricas es el método desarrollado por Turkevich (Turkevich, 1985). Consiste en la reducción de una sal precursora de oro o plata, a partir del agregado de un reductor débil. El proceso debe ser llevado a cabo a una temperatura cercana a la ebullición (alrededor de 90 °C), ya que a temperatura ambiente el proceso está cinéticamente desfavorecido y no ocurre en una escala temporal adecuada.

Durante el proceso de síntesis luego del agregado del reductor a la sal metálica, la solución inicialmente translúcida, comienza a colorearse según el tamaño de las partículas resultantes. El tiempo total de reacción utilizado suele ser alrededor de 30 min. La solución coloidal obtenida es estable durante períodos prolongados (algunos meses o incluso años), siendo el estabilizante el propio reductor o sus productos de reacción (Oroz, 2009). El método de Turkevich es versátil pudiendo obtenerse nanopartículas de diferentes tamaños mediante la variación de la relación entre la concentración del precursor metálico y el estabilizante. El tamaño promedio de las nanopartículas obtenidas disminuye a medida que la concentración del estabilizante se incrementa (Zanella, 2012).

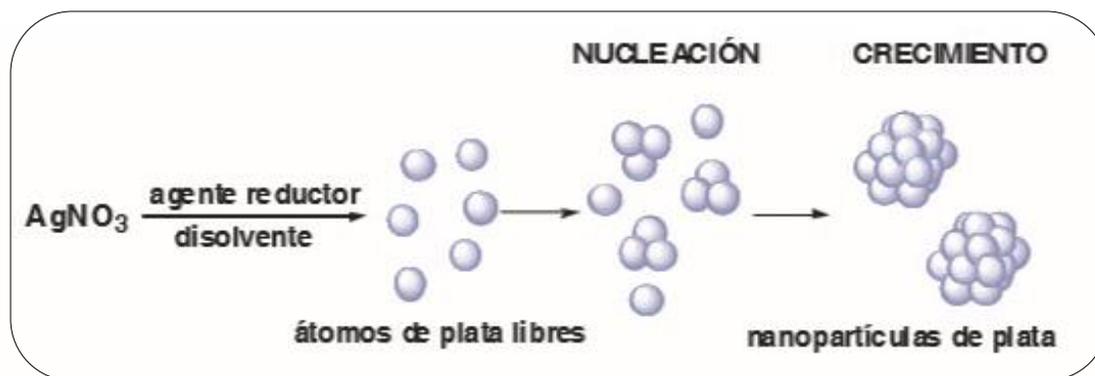
#### **2.4.3. Síntesis de nanopartículas de plata (Ag) mediante reducción química.**

La síntesis de nanomateriales mediante la reducción química en disolución coloidal necesita la utilización de métodos que controlar la forma y el tamaño de las nanopartículas para conseguir partículas mono dispersas, las cuales deben exhibir una propiedad determinada. Para que se lleve a cabo la síntesis metálica de nanopartículas, deben estar presentes los siguientes compuestos:

- Precursor metálico
- Agente reductor
- Agente estabilizante

La formación de los coloides a partir de la reducción de los iones libres del metal consta de dos fases importantes: nucleación y crecimiento (**Figura 5**). El primer proceso necesita una alta energía de activación, contrario al segundo caso que requiere una baja energía de activación. Una parte muy importante en estos procesos son los parámetros de

reacción, los cuales al ser controlados mediante modificaciones en las velocidades relativas da como resultado a la obtención de nanopartículas de mejor forma y tamaño nanométrico (Oroz, 2009).



**Figura 5.** Mecanismo de formación de nanopartículas de plata a partir de reducción química en disolución de sal  $\text{AgNO}_3$ . (Oroz, 2009)

En la síntesis de nanopartículas de plata se consideran dos diferentes tipos de métodos: el primero Lee-Meisel (Lee & Meisel, 1982) y el segundo Creighton (Creighton *et al.*, 1979). El primer método de síntesis permite hacer modificaciones al método Turkevich que inicialmente es usado para la síntesis de nanopartículas de oro. Estas modificaciones optan por el uso de nitrato de plata como precursor metálico, y citrato de sodio como agente reductor. El segundo método permite la reducción de nitrato de plata en presencia de borohidruro de sodio como agente reductor, siendo el mejor método en la síntesis de nanopartículas de plata dando lugar a partículas de plata de aproximadamente 10 nm.

## 2.5. Caracterización.

El desarrollo de la nanociencia y la nanotecnología en la actualidad permite la identificación de los nanomateriales a partir de distintas técnicas de caracterización debido a la gran importancia de conocer sus propiedades para implementarlos en diferentes aplicaciones específicas (Vargas *et al.*, 2017).

### **2.5.1. Difractometría de rayos-X.**

El haz de rayos-X en esta técnica de caracterización inciden sobre los materiales sólidos, donde parte de este haz se esparce en todas direcciones a raíz de los electrones que se asocian a los átomos o iones que localiza en el trayecto. El resto de este haz da origen a la difracción de rayos-X, en la que se relaciona la longitud de ondas de los rayos-X y el trayecto interatómico del ángulo de incidencia del haz difractado. Esta técnica permite identificar y cuantificar los elementos presentes en los materiales, ya que cada uno de los componentes presenta un patrón único (Lytle, 1964).

### **2.5.2. Espectrofotometría Ultravioleta-Visible.**

La espectrofotometría UV-Vis es una técnica de caracterización que implica la espectroscopia de fotones en la región de radiación UV-Vis. Esta técnica se caracteriza por utilizar los rangos de luz visible y adyacentes. En estas regiones del espectro electromagnético, las moléculas son sometidas a transiciones electrónicas (Morillo *et al.*, 2009).

Esta técnica mide la intensidad de la luz ( $I$ ) que atraviesa la muestra comparándola con la intensidad la luz antes de atravesar la muestra ( $I_0$ ). A esta relación se le conoce comúnmente como transmitancia ( $I/I_0$ ) y suele expresarse en porcentaje (%T). Por otro parte, la absorbancia es basada en la transmisión y está dada por la siguiente ecuación (2):

$$A = -\log(\%T) \quad (2)$$

### **2.5.3. Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).**

La espectroscopia infrarroja (IR) se basa en el hecho de que la mayoría de las moléculas absorben la luz en el rango infrarrojo del espectro electromagnético y esta energía se convierte en vibración molecular. Esta absorción es específica de los enlaces entre los átomos presentes en la molécula. Utilizando un espectrómetro, esta absorción de luz infrarroja a través del material de la muestra se mide en función de la longitud de onda (típicamente como números de onda de 4000 a 600  $\text{cm}^{-1}$ ). Se emplea para la obtención de la

huella dactilar de las moléculas de una muestra al absorber la onda infrarroja en función a sus enlaces químicos y estructurales; de esta manera proporciona información de la estructura específica de la molécula mediante una serie de bandas que son identificadas da partir de los grupos funcionales (Valdés *et al.*, 2008).

#### **2.5.4. Microscopia Electrónica de barrido (SEM).**

La microscopia electrónica de barrido (Scanning Electron Microscopy) es una técnica de caracterización a nivel superficial que proporciona información de la morfología y de la descomposición química de los materiales (Ipohorski & Bozzano, 2013). El principio de esta técnica es la utilización de un haz de electrones en vez de un haz de luz, formando así una imagen ampliada de las superficies de los materiales. Mediante estos análisis, permite la caracterización de una amplia gama de materiales, entre estos se consideran: materiales nanoestructurados, polímeros, fibras, aleaciones metálicas, minerales, biomateriales, hidrogeles y películas delgadas (Vargas *et al.*, 2017).

#### **2.5.5. Ecuación de Scherrer: determinación de tamaño de partícula.**

La ecuación de Scherrer en difracción de rayos-X y cristalografía, es una fórmula que relaciona el tamaño de partículas sub-micrómetros, o cristalitos en un sólido a la ampliación de un pico den un patrón de difracción (García, 2007). Se utiliza en la determinación del tamaño de las partículas de cristales en forma de polvo. La ecuación (3) de Scherrer se puede escribir como:

$$\beta = \frac{k \times \lambda}{FWHM(S) \times \cos \theta} \quad (3)$$

Donde:

$\beta$  = Tamaño promedio del cristal.

$K$  = Factor del cristal y su valor es 0.9

$\lambda$  = Longitud de onda de radiación utilizada (nm).

$\Theta$  = Posición de pico de difracción.

FWHM (S) = Ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra.

## 2.6. Aguas residuales.

La calidad del agua comúnmente se ve afectada por las actividades humana agregando contaminantes procedentes de viviendas y áreas industriales. En consecuencia, se producen lo que se conoce como aguas residuales. El tratamiento de estas aguas son una serie de procesos que permite su reincorporación a los sistemas de agua potable y también a los mantos acuíferos. Sin embargo, el vertimiento de aguas residuales sin tratamiento alguno genera implicaciones medioambientales, económicas y sociales (Lozada, 2012). Entre estas implicaciones se consideran las siguientes:

- Toxicidad: los principales afectados son la flora y fauna que se encuentran en los cuerpos de aguas receptores.
- Infecciones: las aguas residuales contienen organismos patógenos que pueden afectar a los organismos terrestres y marinos que entran en contactos con estas aguas.
- Malos olores: Generan gases a consecuencia de la descomposición efectuada por las bacterias.
- Contaminación térmica: los desechos líquidos de las industrias pueden elevar la temperatura de las áreas donde se desechan.

En términos generales, las aguas residuales sin tratamiento tienen la capacidad de provocar enfermedades humanas, entre ellas, la colera, diarreas, fiebres, etc. Además, contiene derivados de combustibles y nuevos contaminantes que aún no están contemplados en la normatividad mexicana que regula los límites y tipos de contaminantes en las plantas de tratamiento mismas que inciden de manera importante en el desarrollo de enfermedades crónico-degenerativas como el cáncer (Cruz-Colín *et al.*, 2019).

## 2.7. Tipos de tratamiento de aguas residuales.

El tratamiento de aguas residuales son procesos en los que el principal objetivo es la remoción de contaminantes presentes en el agua (**Tabla 1**). Actualmente México cuenta con una cobertura de 2477 plantas de tratamiento de aguas residuales. Sin embargo, únicamente el 57% de las aguas recolectadas mediante el sistema de drenaje municipal son tratadas,

mientras que un volumen indeterminado de aguas no se colecta y son vertidas directamente al medio ambiente (CONAGUA, 2017).

**Tabla 1.** Niveles de procesamiento de aguas residuales en México

<b>Nivel</b>	<b>Procesos</b>	<b>Concepto</b>	<b>Contaminantes removidos</b>	<b>% de plantas existente</b>
Primario	Asentamiento de sólidos	-Sedimentación -Decantación -Lagunas de estabilización	-Ajusta el pH -Orgánicos e inorgánicos	31.14 %
Secundario	Tratamiento biológico de la materia orgánica disuelta	-Lodos activados -Lagunas aireadas -Filtros biológicos	-Orgánicos coloidales -Orgánicos disueltos	60.7 %
Terciario	Desinfección y microfiltración	-Desinfección -Filtración química	-Orgánicos disueltos -Iones -Bacterias -Virus	3.35 %
No especificado				4.81 %

Fuente: (CONAGUA, 2017).

## ANTECEDENTES

El tratamiento y la purificación de aguas residuales por medio de procesos fotocatalíticos con nanomateriales, entre ellos el  $\text{TiO}_2$ , es una de las aplicaciones fotoquímicas que ha despertado el interés en la comunidad científica internacional (Wang *et al.*, 2015).

La fotocatálisis a diferencia de la mayoría de los procesos fotoquímicos se puede emplear para degradar diferentes tipos de contaminantes empleando radiación solar como fuente de energía otorgándole un importante valor ambiental, permitiendo que este proceso sea considerado como un ejemplo de tecnología sostenible (Yadav *et al.*, 2016).

Durante este tipo de proceso fotocatalítico, ocurren distintas reacciones de oxidación y reducción, haciendo posible la degradación e incluso la mineralización de compuestos orgánicos, la reducción de iones inorgánicos y la reducción de otros compuestos orgánicos más complejos (Fujishima *et al.*, 2007). Entre sus aplicaciones destacan las siguientes:

- Tratamiento de aguas residuales.
- Desinfección de agua.
- Implementación de dióxido de titanio en vidrio autolimpiante.
- Utilización de dióxido de titanio en revestimientos fotocatalíticos auto esterilizantes (para su aplicación en superficies de contacto con alimentos y en otros entornos en los que se propagan patógenos microbianos por contacto indirecto).
- Oxidantes de contaminantes orgánicos mediante partículas magnéticas recubiertas con nanopartículas de dióxido de titanio y agitadas mediante un campo magnético al ser expuestas a luz ultravioleta.

Ante estas aplicaciones existen diversos estudios enfocados a evaluar el proceso de fotocatálisis mediante dióxido de titanio como catalizador. Abarcando algunos de ellos en el tratamiento de aguas residuales.

Entre estos estudios se encuentra el realizado por Losada *et al.*, 2017, quienes evaluarán un sistema de tratamiento de agua residual que contenía distintos tipos de colorantes azoicos

implementando el proceso de fotocatalisis con  $\text{TiO}_2$ . Como fuente de irradiacion fue evaluada la luz solar y luz artificial. Implementaron un reactor con iluminaci3n artificial en el que aplicaron un dise1o experimental Box-Behnken, modificando las concentraciones de colorantes y  $\text{TiO}_2$ . El sistema evaluado mediante el tratamiento con luz artificial como fuente de irradiacion mostr3 que los factores que influyeron significativamente fueron el  $\text{TiO}_2$  y las concentraciones de colorantes; Mediante el dise1o estudiado Box-Behnken se pudieron establecer expresiones matematicas para la oxidacion materia organica y la decoloraci3n. En el caso del sistema con luz solar como fuente de irradiaci3n, en un lapso de 3 h, logr3 remover un 100% de color y 80% de la DQO, demostrando as3, la capacidad degradativa del sistema fotocatal3tico mediante fotocatal3sis con  $\text{TiO}_2$  y luz solar para la remediaci3n de las aguas cargadas con mezclas de colorantes.

Otra investigaci3n es la realizada por Dodoo-Arhin *et al.*, 2018, en la cual sintetizaron a trav3s de m3todos Sol-Gel y procedimientos hidrotermales part3culas de  $\text{TiO}_2$  mesoporoso nanoestructurados con 3rea superficial especifica alta y de tama1o nanom3trico con promedio dentro de 2 nm y 20 nm. Las nanopart3culas fueron caracterizadas utilizando la difracci3n de rayos-X (XRD), el an3lisis de 3rea superficial Brunauer-Emmett-Teller (BET), Microscopia Electrónica de Barrido (SEM), Espectrometr3a Infrarrojo por Transformadas de Fourier (FTIR) y Espectroscopia Raman. Evaluaron las nanoestructuras de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas como catalizadores en la descomposici3n fotocatal3tica de colorantes de rodamina B ( $\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{C}_1\text{N}_2\text{O}_3$ ) y Sud3n III ( $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}$ ) en un reactor discontinuo con la ayuda de luz UV. Los resultados muestran el 100% de descomposici3n del tinte Sud3n III al utilizar catalizador hidrot3rmico, por otra parte, se muestra un 94% de descomposici3n del tinte rodamina B al usar el catalizador sintetizado mediante el m3todo Sol-Gel. El estudio concluye que las nanopart3culas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas tienen aplicaciones potenciales prometedoras en la descomposici3n asistida por luz UV de una amplia gama de contaminantes colorantes.

Por otro lado, Castillo-Ledezma *et al.*, 2011 demostraron la efectividad fotocatal3tica del catalizador de  $\text{TiO}_2$  dopado con nitr3geno en la inactivaci3n de *E. coli* en suspensiones acuosas bajo irradiaci3n completa de espectros solares. Evaluaron el efecto de 3 par3metros (pH, tipo de irradiaci3n y concentraci3n de  $\text{TiO}_2$  dopado con nitr3geno) en la eficacia de la desinfecci3n. De igual manera probaron las siguientes condiciones: Radiaci3n solar completa

(UV-Visible) y radiación solar visible sola, cuatro concentraciones de catalizador (0.0, 0.10, 0.25 y 0.5 mg/mL) y seis valores de pH (6.0, 6.5, 7.0, 7.5, 8.0 y 8.5). El proceso de desinfección fue mejorado bajo irradiación cuando se añadió el fotocatalizador dopado con nitrógeno a la solución. Se observó una menor energía acumulada junto con mayores tasas de inactivación en los experimentos que probaron TiO<sub>2</sub> dopado con nitrógeno en comparación con los resultados obtenidos en las muestras sin el catalizador. El valor de pH tuvo un papel importante en los mecanismos de inactivación que parecen estar relacionados con la permeabilidad en la pared celular y con la carga superficial de la partícula. Los valores de pH 6.5 y 8.0 mejoran la eficiencia antimicrobiana del catalizador por lo que se identificó como las condiciones más favorables, mientras que el pH 7.0 se identificó como las condiciones menos favorables para la inactivación microbiana.

En el trabajo de Wang *et al.*, 2016 sintetizaron con éxito nanomateriales dopados con boro y/o cerio mediante el método Sol-Gel. Como resultado, los iones de boro y cerio dopado con TiO<sub>2</sub> exhibieron una excelente actividad antimicrobiana fotocatalítica inhibiendo el crecimiento de bacterias *Staphylococcus aureus*. El TiO<sub>2</sub> dopado con iones muestran un tamaño de cristal pequeño con un área superficial específica alta, lo que es beneficioso para la adsorción de bacterias en la superficie de materiales, así como la actividad antimicrobiana fotocatalítica.

De igual manera, Wang *et al.*, 2014 sintetizaron una serie de nanomateriales de TiO<sub>2</sub> dopado con iones de carbono y boro mediante el método Sol-Gel para mejorar la actividad microbiana del nanomaterial. Se caracterizó por 5 métodos: Microscopía Electrónica de Barrido por emisión de campo (FESEM), Patrón de difracción de rayos-X (XRD), Espectroscopia ultravioleta-visible por reflectancia difusa (UV-Vis DRS), Espectroscopia de fotoelectrones de rayos-X (XPS) y Espectrometría infrarrojo por Transformadas de Fourier (FTIR). Usaron el método del matraz de agitación en los experimentos antibacterianos eligiendo bacteria estándar *Staphylococcus aureus* y *E. coli*. Los resultados obtenidos muestran que el nanomaterial de TiO<sub>2</sub> dopado con carbono y boro bajo irradiación de luz visible ha mejorado las actividades antibacterianas en comparación con el TiO<sub>2</sub> simple, exhibiendo un efecto antibacteriano sinérgico significativo.

Otra investigación enfocada a la fotocatalisis es la realizada por Fernández *et al.*, 2015, quienes evaluaron la fotocatalisis con TiO<sub>2</sub>/UV usando películas delgadas empleadas para el tratamiento de agua residual de microbiología. Emplearon un método simple de sedimentación por gravedad sobre sustrato de vidrio para la preparación de las películas. Estudiaron el uso de pirofosfato de sodio (Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), microondas y ultrasonido para la disminución de las partículas de TiO<sub>2</sub> en las películas. Establecieron que el mejor método para disminuir los agregados resulto de una combinación de Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (0.01M) y radiación de microondas (700 W, 20 min). Las películas fueron sintetizadas por métodos microscópicos y espectroscópicos obteniendo la fase anatasa (brecha de energía de 3.2 e.V) y tamaños de partículas de 83 nm. Los ensayos fotocatalíticos utilizando las películas de TiO<sub>2</sub> generaron un 99.5% de decoloración, 79% de remoción de carbono orgánico total y una inactivación microbiana total luego de 14 h de tratamiento. Así mismo, no encontraron reactivación microbiana luego de 48 h de finalizado el tratamiento.

Al igual que Fernández *et al.*, 2015, otra investigación afín es la realizada por Alrousan *et al.*, 2009, en la que también evaluaron la inactivación fotocatalítica de *E. coli* usando películas inmovilizadas tanto en agua destilada como superficial. Determinaron que la carga optima del catalizador para la inactivación de *E. coli* fue de 0.5 mg/cm<sup>2</sup>. De igual forma, concluyeron que el pH del agua no jugó un papel importante dentro de un rango de 5.5 a 8.5 unidades de pH.

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo General**

Estudiar el efecto del proceso de fotocatalisis en la remoción de contaminantes en agua residual doméstica mediante nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  como catalizador obtenidas a través de la síntesis de nanomateriales implementando los métodos Sol-Gel y reducción química respectivamente.

### **Objetivos Específicos**

- Sintetizar nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  mediante el método Sol-Gel y el método de reducción química, respectivamente.
- Caracterizar nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  a través de Difractometría de rayos-X, Espectrofotometría UV-Vis, Espectroscopia FTIR y Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) para el tratamiento de agua residual.
- Diseñar y aplicar un pretratamiento para el agua residual.
- Evaluar la remoción de materia orgánica del agua residual mediante la fotocatalisis con nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .

## JUSTIFICACIÓN

Hoy en día, la baja disponibilidad del agua afecta a muchos países del mundo, pues una de las principales razones es el grado de contaminación que existe entre ellas. La contaminación del agua es causada generalmente por actividades humanas, debido a que existen diversas fuentes que añaden agentes contaminantes al agua.

La generación de aguas residuales se relaciona directamente con la población, por ello, la generación de aguas residuales va en aumento al mismo tiempo que incrementa la población del país. (Ramírez García, 2018).

Por lo tanto, el tratamiento de las aguas residuales adquiere mayor relevancia para asegurar la recolección, conducción, tratamiento y su adecuada disposición en los cuerpos de agua receptores, evitando que perjudique al medio ambiente y la salud de la población.

Los recursos hídricos en nuestro país, al igual que en el resto del mundo, se encuentran bajo una creciente presión. Algunos de los principales responsables que el uso global del agua se encuentre ante un aumento significativo son: el crecimiento demográfico, la urbanización, la agricultura y la industria, conduciendo a la escasez del recurso (De la Peña *et al.*, 2013).

La disposición final de los residuos líquidos sin tratamiento alguno o tratadas de manera inadecuada contaminan los cuerpos de agua natural. Como resultado de su contaminación, algunos ecosistemas evidencian signos de degradación, reduciéndose en cantidad y calidad sus servicios ambientales y en algunos casos perdiéndose de manera irremediable su biodiversidad. La falta de tratamiento de aguas residuales es un obstáculo en México que limita derecho humano al agua, recurso que con las intervenciones negativas del ser humano puede no ser renovable (Hernández-Salazar *et al.*, 2018).

Ante esta situación el uso del agua en el mundo y en México representa uno de los más importantes retos ambientales para el futuro y para hacer frente a la problemática es necesario incrementar el acceso y la calidad de los servicios de agua potable, alcantarillado y saneamiento. Por ello, es considerable el volumen de aguas residuales que se vierten en el medio ambiente sin que se le implemente un tratamiento adecuado (ONU, 2017).

Debido a esto, en el tratamiento de las aguas residuales se han generado nuevas tecnologías entre las cuales se tiene el tratamiento de oxidación avanzada, el cual presenta ventajas sobre las técnicas que comúnmente se utilizan como el tratamiento primario y secundario. Entre los tratamientos de procesos de oxidación avanzada comúnmente conocidos, destaca el tratamiento fotocatalítico, debido a que en este tipo de tratamiento se obtienen agentes súper oxidantes como los radicales hidroxilos ( $\bullet\text{OH}$ ) que ayudan a la oxidación de contaminantes.

Para llevar a cabo la fotocatalisis se necesita la combinación de la fotoquímica con la fotocatalisis, por lo que la luz y el catalizador son estrictamente necesarios para acelerar las reacciones químicas. En este tipo de procesos se utilizan varios tipos de semiconductores, y entre los más comunes se encuentra el  $\text{TiO}_2$  debido a sus altas eficiencias. El  $\text{TiO}_2$  en los últimos años se ha demostrado que tiene varias aplicaciones ambientales que van desde la desinfección hasta la mineralización de contaminantes orgánicos e inorgánicos.

Por tal motivo, la realización de este proyecto se enfoca en evaluar la oxidación de contaminantes en el agua residual doméstica, debido a que cada día se generan grandes volúmenes de agua residual en México, las cuales son descargadas al alcantarillado público sin tratamiento alguno.

## ALCANCES Y LIMITACIONES

La presente investigación se llevó a cabo en el Laboratorio de Fenómenos de Superficie e Interfaces, del Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas (CIICAp) de la Universidad Autónoma del Estado de Morelos (UAEM), en el Laboratorio de Posgrado e Investigación en Ciencias Ambientales y el Laboratorio de Cromatografía y Espectrometría del TecNM-Instituto Tecnológico de Culiacán.

Se efectuó un proceso de oxidación avanzada denominada fotocatalisis implementando nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y nanopartículas de  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  utilizando luz UV como fuente de irradiación. Para la aplicación del proceso en el tratamiento de agua residual, el agua de referencia es agua residual doméstica que es obtenida del alcantarillado del TecNM-ITC justamente antes de ser descargada al alcantarillado público de la ciudad.

Se desarrolló una técnica capaz de remover contaminantes presentes en el agua residual, mediante el proceso de fotocatalisis. El proceso generado será reproducible utilizando agua residual doméstica.

## HIPÓTESIS

- La síntesis de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  ayudará a controlar el tamaño y la forma de las nanopartículas para adaptar las propiedades de los materiales.
- La caracterización de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  permitirá establecer el entendimiento y control de la síntesis y aplicaciones de estas.
- El uso de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  como catalizador mediante el proceso de fotocatalisis en el sistema de tratamiento de agua residual permitirá una alta oxidación de contaminantes presentes en el agua.
- La actividad fotocatalítica será más eficiente al incorporar nanopartículas de plata (Ag) al  $\text{TiO}_2$  en el proceso de oxidación en el tratamiento de agua residual.

## CAPITULO III. MATERIALES Y MÉTODOS

En esta investigación, la degradación de materia orgánica se efectuó en un sistema de tratamiento a nivel de laboratorio para aguas residuales domésticas mediante fotocátalisis con nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ . Para ello, fue necesario utilizar materiales, equipos y técnicas eficientes para el desarrollo de la investigación. Este trabajo consta en dos tipos de fases:

- ✓ Fase I: Síntesis y Caracterización de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .
- ✓ Fase II: Evaluación del sistema de tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis.

### Fase I. Síntesis de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ y $\text{TiO}_2/\text{Ag}$

La manipulación de las condiciones en la síntesis permite controlar el tamaño y forma de las partículas, debido a que provee los medios necesarios para adaptar las propiedades de los materiales a una aplicación en específico.

#### 3.1. Síntesis de nanopartículas de $\text{TiO}_2$ en fase anatasa mediante el método Sol-Gel.

El método Sol-Gel, es un método que se aplica en la ciencia de los nanomateriales (Zanella, 2012) implementándose de la siguiente manera:

El Isopropóxido de titanio ( $\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$ ) se utilizó como precursor y se hidrolizó inicialmente bajo mezcla, mediante la adición de etanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ) y ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ). La función del etanol fue la de controlar la velocidad de hidrólisis, mientras que el ácido clorhídrico funcionó como catalizador en el método de síntesis, obteniendo así, una catálisis ácida.

- Se adicionó Isopropóxido de titanio a 15 mL de etanol.
- Luego se añadió gota a gota 10 mL de agua destilada, mientras se mantuvo la mezcla en agitación vigorosa.
- Se continuó con la agitación durante 10 min.
- Por último, se adicionó 0.5 mL de ácido clorhídrico en concentración 0.1 M.

- Se calentó el sistema hasta 70 °C (Cuidando no exceder esta temperatura) hasta evaporar el agua destilada residual.
- Se colocó el producto en un crisol de cerámica y se sometió a un horno en condiciones de temperatura de 100 °C para secarlo.
- La fase anatasa del TiO<sub>2</sub> se obtuvo mediante un tratamiento térmico a 500 °C por 2 h, con una rampa de temperatura de 5 °C/min, partiendo de la temperatura ambiente.

### **3.2. Síntesis de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>/Ag mediante reducción química con modificación al método Turkevitch.**

La síntesis del TiO<sub>2</sub>/Ag se implementó al utilizar el método de reducción química con una modificación al método Turkevitch (Gómez, 2013; Oroz, 2009); se empleó nitrato de plata (AgNO<sub>3</sub>) como reactivo inicial y borohidruro de sodio (NaBH<sub>4</sub>) como agente reductor. Se prepararon 3 tipos de soluciones a diferentes concentraciones entre ellas; solución de nitrato de plata en concentración de 2.5 mM, solución de citrato de sodio (Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>O<sub>7</sub>H<sub>5</sub>) en concentración de 2.5 mM y solución de borohidruro de sodio en concentración de 10 mM.

- Se mezclaron 100 mL de la solución de nitrato de plata con 100 mL de la solución de citrato de sodio y se mantuvo en agitación por al menos 5 min.
- Una vez que se terminó de agitar, a esta solución se le añadieron 3 mL de la solución de borohidruro de sodio y de nuevo se mantuvo la solución en agitación de 1 a 3 min hasta obtener un cambio en la coloración de la solución final.
- Se recuperó dióxido de titanio que se sintetizó mediante el método Sol-Gel y se colocó el producto en un crisol de cerámica.
- Se agregaron gota a gota la solución con la plata hasta cubrir todo el TiO<sub>2</sub> y después se introdujo a un horno en condiciones de temperatura de 100 °C para secarlo y evaporar toda el agua residual.
- Finalmente, se sometió a un tratamiento térmico a 500 °C por 2 h, con una rampa de temperatura de 5 °C/min, partiendo de la temperatura ambiente.

## Fase I. Caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag.

La evaluación o caracterización de la calidad de las nanopartículas se realizó mediante la identificación de la fase de formación de las muestras de polvo obtenidas (Difractometría de rayos-X), la morfología y el tamaño del cristal (microscopía electrónica de barrido), los espectros de absorción (espectrofotometría UV-Vis), entre otras. En la **Tabla 2** se describen los métodos que son utilizados para caracterizar el TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag.

**Tabla 2.** Métodos para la caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag.

Método*	Equipo	Determinación
Difractometría de rayos-X	Difractor de rayos-X Marca: Bruker, equipado con un objetivo de cobre ( $\lambda=0.15418$ nm).	Mide las intensidades de rayos-X dispersados en una muestra como función del ángulo de dispersión.
Espectrofotometría UV-Vis	Espectrofotómetro UV-Vis Marca: Genesy 10s.	Identifica los grupos funcionales de las moléculas y determina el contenido y fuerza de una sustancia.
Espectroscopia FTIR	Espectroscopio FTIR Nicolet iS50.	Determina las estructuras de las moléculas con las características de absorción de la radiación infrarroja de acuerdo con su vibración molecular
Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	SEM 200 FEI Nova Nano Resolución: 1nm a 30Kv, 1.5 nm a 10 Kv (bajo vacío).	Permite la observación y caracterización superficial de sólidos. Se utilizan electrones en lugar de luz, formando así, una imagen.

\*(Xue *et al.*, 2013; Wang *et al.*, 2016).

### 3.3. Determinación del tamaño de partícula o cristal: Ecuación de Scherrer.

El tamaño de la partícula se refiere al cuerpo coherente donde se lleva a cabo la difracción de rayos-X, es decir, el volumen del material en el que es posible aplicar la operación de simetría de traslación (García, 2007). La reducción en el tamaño de la partícula da como resultado el encogimiento de los picos de difracción. Por otra parte, se puede estimar el promedio del tamaño del cristal empleando la ecuación de Scherrer (Ec. 4). siempre y cuando la red cristalina esté libre de deformaciones y los cristales predominen de manera general en la muestra.

$$\beta = \frac{k \times \lambda}{FWHM(S) \times \cos \theta} \quad (4)$$

Donde:

$\beta$  = Tamaño promedio del cristal.

$K$  = Factor del cristal y su valor es 1.0.

$\lambda$  = Longitud de onda de radiación utilizada ( $\lambda_{Cu}$ ).

$\Theta$  = Posición de pico de difracción.

FWHM (S) = Ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra.

## Fase II. Evaluación del sistema de tratamiento de agua residual mediante fotocatalisis.

### 3.4. Muestreo y Caracterización del agua residual.

El agua residual que es utilizada es muestreada del sistema de drenaje de la salida del TecNM-ITC. Se tomaron muestras compuestas con intervalos de 3 h de acuerdo con la metodología APHA (Frason, 1992). La caracterización del agua residual es importante debido a que de esta manera se conoce su estado de contaminación y a su vez sirve de referencia al momento de obtener la cinética de oxidación del agua residual. La **Tabla 3** muestra los parámetros que se utilizaron en la caracterización del agua residual.

**Tabla 3.** Parámetros y Técnicas para la caracterización del agua residual.

Parámetros	Técnicas*	Unidades
Demanda Química de Oxígeno	Técnica 5220	mg/L
Sólidos Suspendedos Totales	Técnica 2540	mg/L
Salinidad	Técnica 2520	mg/L
Conductividad	Técnica 2510	μS/cm
Temperatura	Técnica 2550	°C

\*(Frason, 1992).

### 3.5. Pretratamiento de agua residual.

Debido a que las muestras de agua residual fueron tomadas directamente del alcantarillado y no presentan ningún tipo de tratamiento previo, se empleó un pretratamiento de agua residual para eliminar algunos contaminantes presentes. Consistió en colocar materiales filtrantes en un reactor (tubular de acrílico transparente de 100 cm de alto y 4,5 cm de diámetro interno).

Los materiales filtrantes fueron seleccionados debido a su alta capacidad de retención de contaminantes sólidos. Estos materiales son: carbón activado, zeolita y antracita. El carbón activado es seleccionado debido a que es un material con alto grado de porosidad y una alta superficie interna (Luna *et al.*, 2007). La antracita porque es ideal para sistemas de filtración debido a su forma angular y los sólidos penetran profundamente, siendo retenidos. Finalmente, la zeolita debido al hecho de que la partículas suspendidas o coloidales pueden ser retenidas en sus poros (Toro *et al.*, 2006). El agua residual cruda se hace pasar por el reactor tubular y después se realizan la evaluación de los parámetros de calidad del agua.

### 3.6. Tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis.

Se evaluó la eficiencia de oxidación de contaminantes en esta etapa del tratamiento mediante el proceso de fotocátalisis con nanopartículas de TiO<sub>2</sub> con luz UV como fuente de irradiación. El agua residual que se utiliza se tomó en el sistema de alcantarillado del TecNM-ITC y previamente tratada en el sistema de pretratamiento antes de esta etapa. El agua se sometió al sistema de tratamiento en donde se evaluaron 3 concentraciones de catalizador

(0.25 g/L, 0.5 g/L y 1 g/L) para el caso de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag. El reactor donde se realizó este proceso es una lampara ultravioleta con una longitud de onda ( $\lambda=254$  nm) con capacidad de 250 mL. Para efectuar el proceso, el catalizador se agregó al agua y posteriormente se sometió al reactor en el cual ocurrió una catálisis heterogénea, donde catalizador y agua no son mezclados completamente. El agua tratada en este proceso se evaluó mediante los parámetros de la calidad del agua siendo el parámetro principal la demanda química de oxígeno (DQO). Una vez que terminado el proceso de tratamiento se determinó el porcentaje de remoción (% remoción) para cada uno de los tratamientos con las concentraciones de catalizador. El porcentaje de remoción se calculó con la siguiente ecuación (5):

$$\% \text{ Remocion} = \left( \frac{S_0 - S}{S_0} \right) \times 100 \quad (5)$$

Donde:

% remoción: Porcentaje de remoción del sistema, (%).

S<sub>0</sub>: Carga contaminante de entrada, (mg/L).

S: Carga contaminante de salida (mg/L).

### **3.7. Análisis estadístico para el tratamiento de agua residual.**

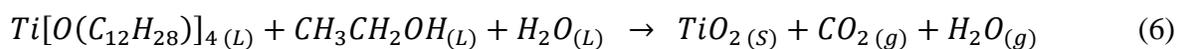
El análisis de varianza se realizó mediante el programa Sthatgraphics. Como ya se mencionó anteriormente, la oxidación se evaluó mediante la DQO. Este parámetro se midió en 5 momentos diferentes en un rango de 2 h con un total de 4 repeticiones, obteniendo un promedio de estos.

## CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. Síntesis de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag.

#### 4.1.1. Síntesis de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>.

La síntesis de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> mediante el método Sol-Gel fue escogida por que es uno de los métodos de química suave para la obtención de materiales inorgánicos avanzados de alta tecnología. Gracias a que el método permite la manipulación del material a nivel molecular de las diversas etapas de la reacción Sol-Gel, es posible sintetizar materiales de alta pureza controlando las características de la microestructura (Zanella, 2012). La reacción química puede describirse de la siguiente manera:



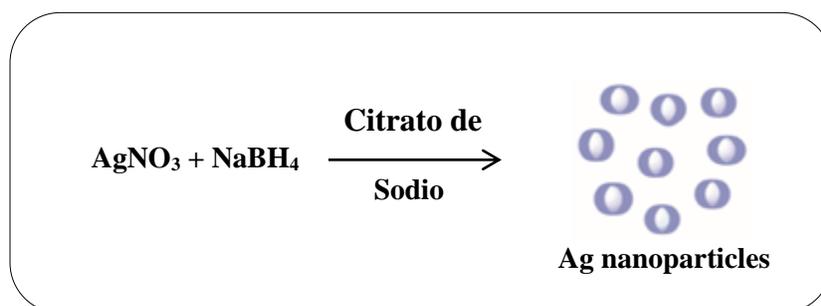
Las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> obtenidas después del proceso, fueron sometidas a un proceso de secado y posteriormente a un tratamiento térmico de 500 °C. Estas partículas se muestran a continuación:



**Figura 6.** Nanopartículas obtenidas mediante el método Sol-Gel

#### 4.1.2. Síntesis de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>/Ag.

La síntesis de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub>/Ag se realizó por el método de reducción química (Zanella, 2012) empleando AgNO<sub>3</sub> como reactivo inicial y borohidruro de sodio como agente reductor mediante una modificación al método Turkevitch, el cual es utilizado para sintetizar partículas de oro (Oroz, 2009). La reacción química puede describirse en la **Figura 7**.



**Figura 7.** Síntesis de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>/Ag. (Oroz, 2009)

Las nanopartículas obtenidas fueron sometidas a 100 °C para secarlo y posteriormente a un tratamiento térmico de 500 °C por 2 h para obtener la estructura anatasa del TiO<sub>2</sub>.

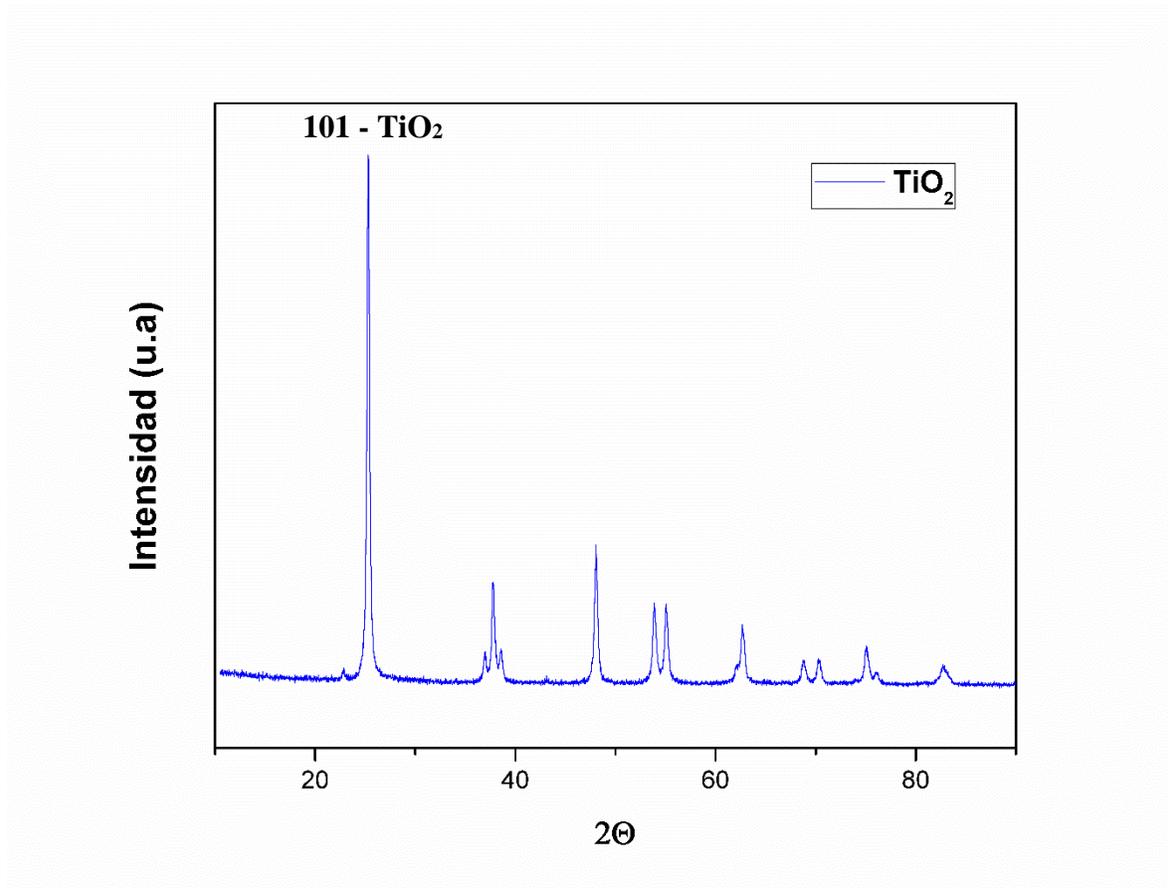
#### 4.2. Caracterización de nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag.

La caracterización de las nanopartículas de TiO<sub>2</sub> y TiO<sub>2</sub>/Ag obtenidas a partir de los métodos de Sol-Gel y reducción química respectivamente, se evaluaron mediante cuatro métodos de caracterización diferentes: Difractometría de rayos-X, Espectrofotometría UV-Vis, Espectroscopia FTIR y Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).

##### 4.2.1. Difractometría de rayos-X.

La difractometría de rayos-X se realizó para investigar los patrones en la estructura del TiO<sub>2</sub> en la fase anatasa, después de la calcinación con un tratamiento térmico a 500 °C.

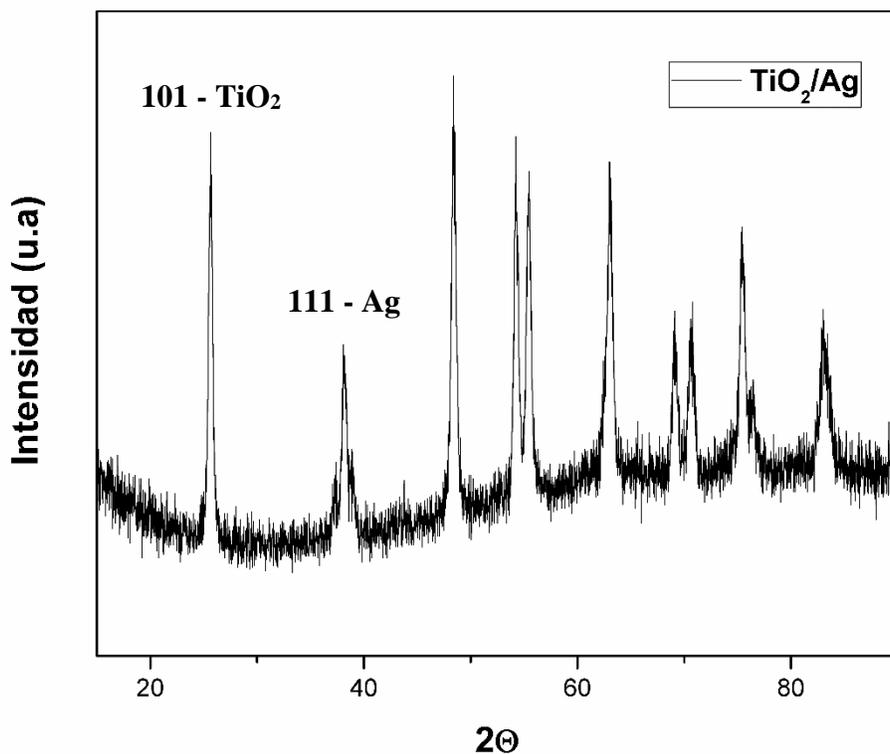
Se estudiaron las propiedades estructurales de las nanopartículas a partir de los difractogramas obtenidos de un difractómetro de rayos-X Bruker D2 Phaser, equipado con un ánodo rotatorio de  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\lambda = 1.54184 \text{ nm}$ ). Los patrones de rayos-X fueron registrados en un rango de  $2\Theta$  entre  $10^\circ$  y  $100^\circ$ . El difractograma para el  $\text{TiO}_2$  se muestra en la **Figura 8**.



**Figura 8.** Difractograma de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ .

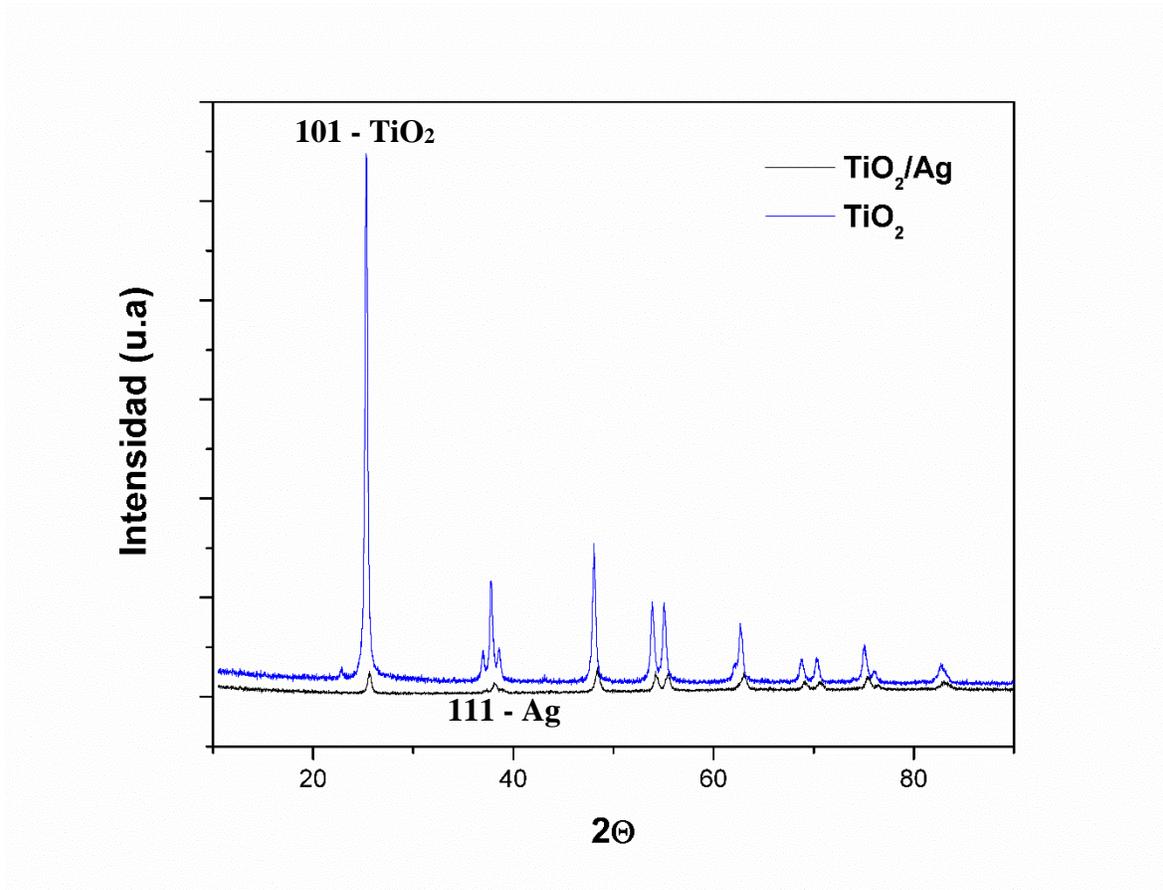
La **Figura 8** muestra la estructura de fase de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ . Se encontró que el  $\text{TiO}_2$  exhibió una fase anatasa en el pico de difracción ( $2\Theta = 25^\circ$ ) como fase cristalina homogénea predominante. Lo que es consistente con lo reportado en la literatura (Wang *et al.*, 2016; Yang *et al.*, 2014). Además, la presencia de  $\text{TiO}_2$  en fase anatasa coincide con el patrón de barras del equipo marca Bruker, equipado con un objetivo de cobre ( $\lambda = 1.54184 \text{ nm}$ ) con tarjeta de identificación PDF 00-021-1272.

Para el caso de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ , se obtuvo el siguiente difractograma que se muestra en la **Figura 9**. Se encuentra que el  $\text{TiO}_2$  exhibe una fase anatasa ( $2\theta = 25^\circ$ ) como fase cristalina homogénea predominante y la plata (Ag) se exhibe ( $2\theta = 35^\circ - 40^\circ$ ). Lo que es consistente con lo reportado en la literatura (Echavarría *et al.*, 2017; Ledezma *et al.*, 2014).



**Figura 9.** Difractograma de nanopartículas de  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .

Después de estudiar los resultados obtenidos en los difractogramas de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  sintetizadas, se hace una comparación entre ambas estructuras de las fases de las nanopartículas. Esta comparación de difractogramas se muestra en la **Figura 10**. En esta figura se muestra la comparación en las estructuras de fase de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ . Lo que es consistente con lo reportado por algunos investigadores (Belmares-Perales *et al.*, 2013).



**Figura 10.** Difractograma de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ .

Una vez que se analizaron los resultados obtenidos en las figuras anteriores, se determina que efectivamente se tienen nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  en las muestras analizadas mediante la difracción de rayos-X, obtenidas de la síntesis de nanomateriales mediante el método Sol-Gel y una modificación al método Turkevitch.

#### 4.2.2. Ecuación de Scherrer.

Para estudiar y comprobar el tamaño de las nanopartículas o cristales obtenidos mediante el proceso de síntesis, se evalúa el tamaño empleando la ecuación de Scherrer que se muestra a continuación (6):

$$\beta = \frac{k \times \lambda}{FWHM(S) \times \cos \theta} \quad (6)$$

Donde:

$\beta$  = Tamaño promedio del cristal.

$K$  = Factor del cristal y su valor es 0.9

$\lambda$  = Longitud de onda de radiación utilizada (nm).

$\Theta$  = Posición de pico de difracción.

FWHM (S) = Ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra.

Ahora, teniendo los siguientes datos:

$K = 0.9$

$\lambda = 1.54184$

$\Theta = 25/2$

FWHM (S) = 0.1

Sustituyendo los datos en la ecuación (6), se tienen las ecuaciones 7-9.:

$$\beta = \frac{(0.9) \times (1.54184)}{(0.1) \times \cos(25/2)} \quad (7)$$

$$\beta = \frac{(1.387656)}{(0.09762960071)} \quad (8)$$

$$\beta = 14.2134 \text{ nm} \quad (9)$$

De acuerdo con la fórmula de Scherrer y al sustituir los datos pertinentes obtenidos en la difracción de rayos-X, se determina que mediante los métodos de Sol-Gel y reducción química con modificación al método Turkevitch, se obtiene material de tamaño nanoparticulado con valores de 14.2134 nm.

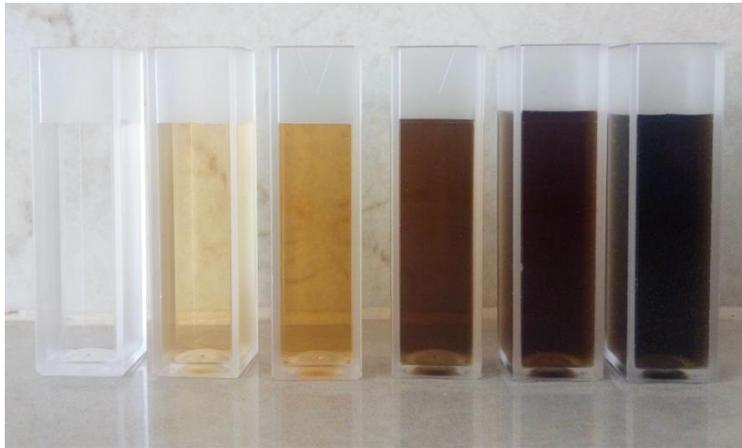
#### 4.2.3. Espectrofotometría UV-Vis.

La espectrofotometría UV-Vis es una de las técnicas analíticas capaz de detectar casi cualquier molécula. Se denomina una técnica general porque la mayoría de las moléculas se

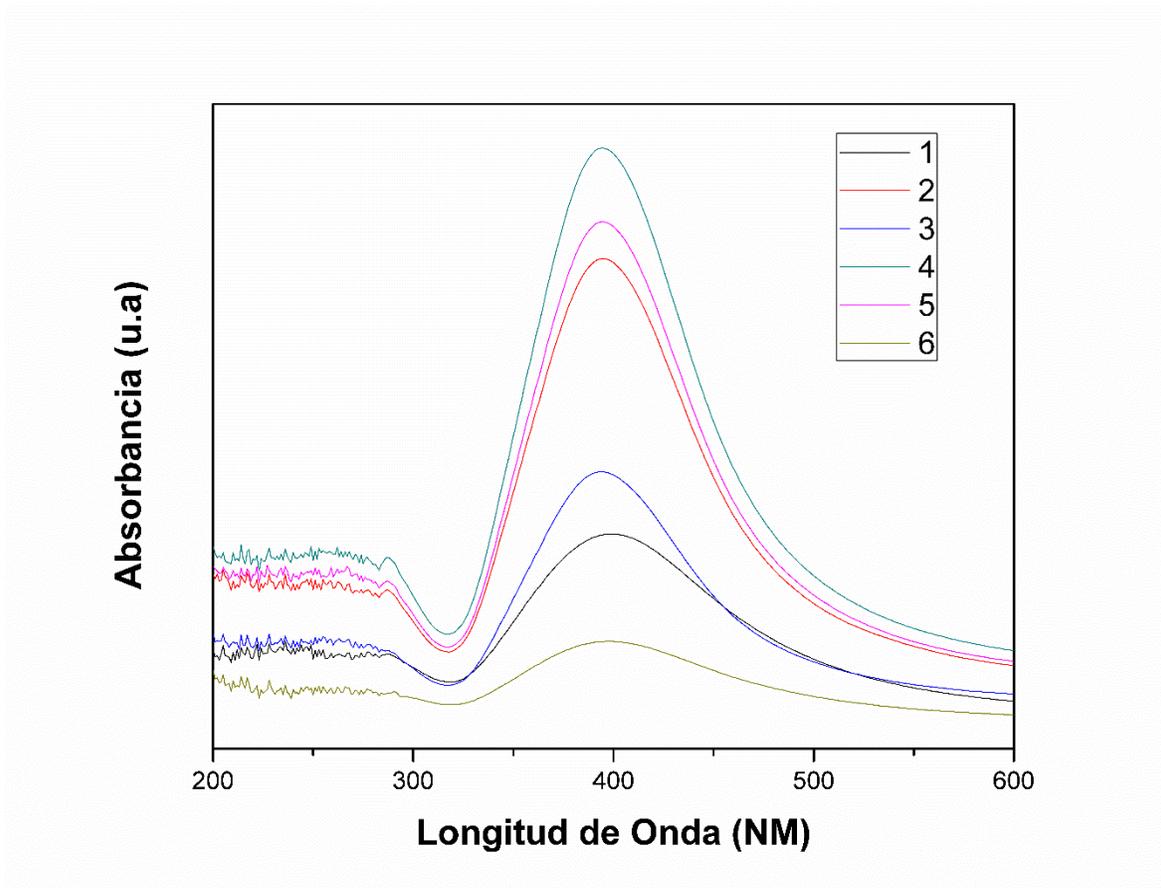
absorbe en el rango de longitud de onda UV-Vis. La UV se extiende de 100-400 nm y el espectro visible de 400-700 nm.

Las soluciones de plata se analizaron usando un espectrofotómetro UV-Vis. La absorbancia de las soluciones se midió en el rango de espectros de longitud de onda 200-600 nm, que incluía el máximo de absorbancia de las nanopartículas de plata (Pinto *et al.*, 2010). Las mediciones se efectuaron inmediatamente después del procedimiento de síntesis y durante la duración de este estudio.

La **Figura 11** muestra las imágenes digitales de los coloides de plata (Ag) que fueron preparadas para obtener las nanopartículas sintetizadas. La **Figura 12** muestra los espectros UV-Vis de los coloides de plata (Ag), obtenidos con diferentes proporciones de soluciones de Ag. El espectro de longitud de onda estudiado fue de 200-600 nm. Los espectros de nanopartículas de plata sintetizadas son muy similares a los reportados por (Pinto *et al.*, 2010). Presentando una  $\lambda_{\max}$  alrededor de 400 nm.



**Figura 11.** Imagen digital de los coloides de plata a diferentes concentraciones.



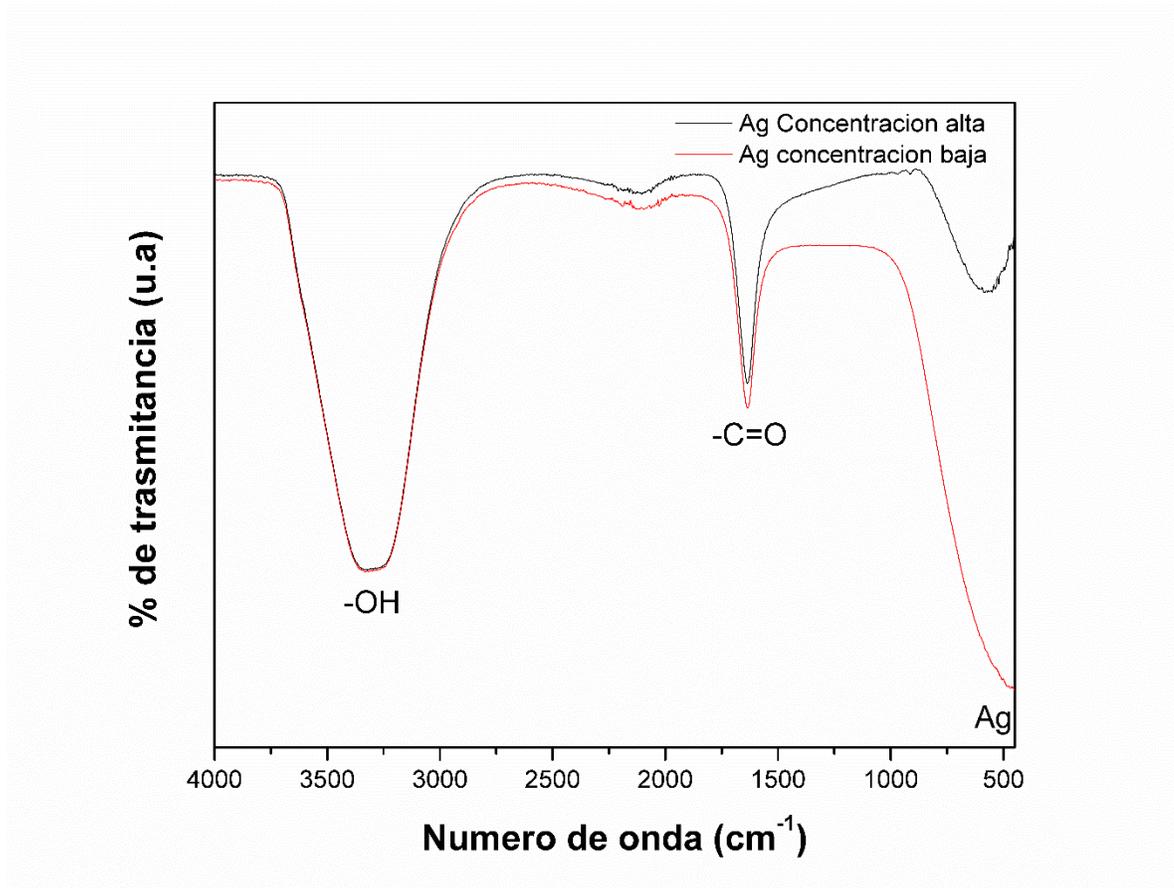
**Figura 12.** Espectro de absorción UV-Vis de nanopartículas de Ag a diferentes concentraciones.

Se determinó que los espectros de absorción UV-Vis de todas las proporciones de soluciones de plata se extienden dentro de la región UV, concluyendo que efectivamente se logró sintetizar nanopartículas de plata mediante el método de reducción química.

#### **4.2.4. Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR).**

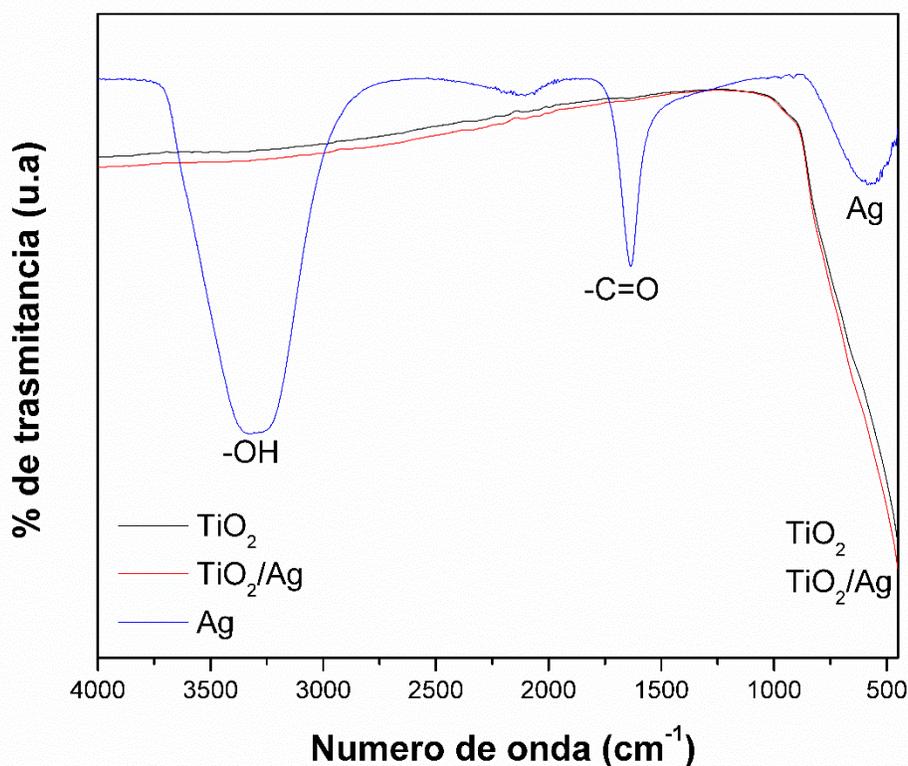
La espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) genera espectros con patrones que proporcionan información estructural. Cuando la radiación infrarroja (IR) pasa a través de la muestra, parte de esa radiación la absorbe la muestra y otra parte se trasmite. La señal que resulta en el detector representa una “huella digital” del espectro molecular de la muestra.

La espectroscopía FTIR se realizó en las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas mediante el método Sol-Gel y las nanopartículas de  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  sintetizadas mediante reducción química para estimar la absorción de los rayos de luz incidentes con respecto a la longitud de onda. Los espectros fueron registrados en un rango de frecuencia de  $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ . Los picos por debajo a los  $500\text{ cm}^{-1}$  corresponden a las vibraciones del  $\text{TiO}_2$ . La presencia de estas bandas no cambian en el nanocompuesto, indicando que se mantiene la estructura de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y que las nanopartículas de Ag solo las recubren. Lo que es consistente con lo reportado en la literatura (Barrientos *et al.*, 2019; Dodoo-Arhin *et al.*, 2018). Así mismo, se caracterizó las nanopartículas de Ag sintetizadas mediante reducción química obteniendo los siguientes espectros FTIR que se muestran en la **Figura 13**.



**Figura 13.** Espectros FTIR de nanopartículas de plata

La **Figura 13** muestra un pico de espectro FTIR alrededor de  $3300\text{ cm}^{-1}$  que se atribuye al modo de estiramiento OH de la superficie y las moléculas de agua adsorbidas. Lo que es consistente con lo reportado en la literatura (Xue *et al.*, 2013). El espectro a su vez revela bandas de absorción a  $1600\text{ cm}^{-1}$  perteneciente a las vibraciones de tensión del enlace C=O, mismos que también son reportados en la literatura (Ronquillo de Jesús *et al.*, 2013).



**Figura 14.** Espectros FTIR de  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  y  $\text{Ag}$ .

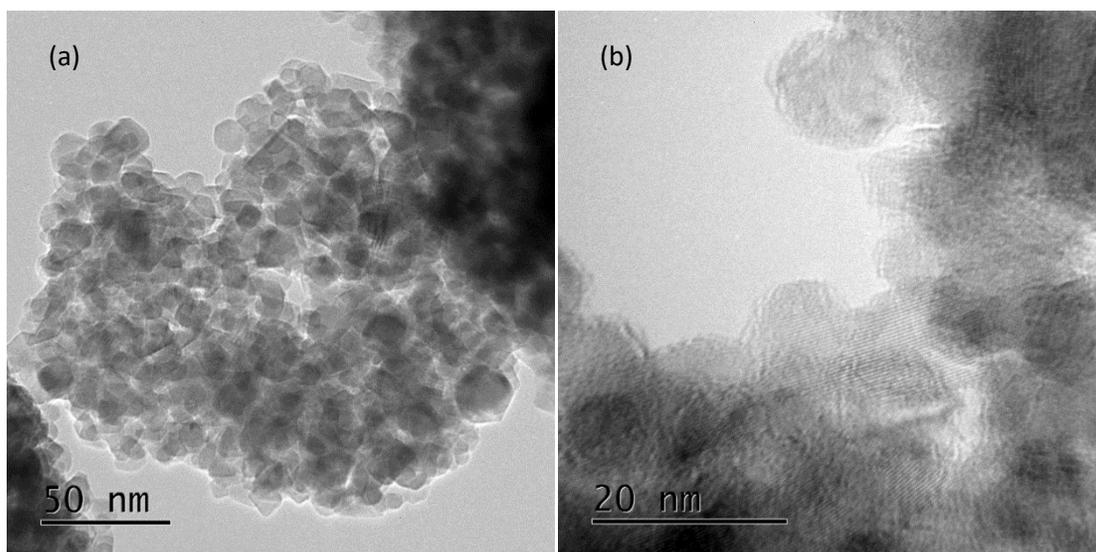
La **Figura 14** muestra la comparación de los espectros FTIR emitidos por las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  y  $\text{Ag}$  sintetizados mediante el método Sol-Gel y el método de reducción química mediante una modificación al método Turkevitch. Se determina que el pico ancho a  $3400\text{ cm}^{-1}$  corresponde al agua en la superficie y los grupos hidroxilo, lo que es consistente con lo reportado en la literatura (Xue *et al.*, 2013). Por otro lado, las bandas de

absorción a  $1600\text{ cm}^{-1}$  pertenecen a las vibraciones de tensión del enlace C=O (Ronquillo de Jesús *et al.*, 2013). Además, los picos que se encuentran por debajo a los  $500\text{ cm}^{-1}$  corresponden a los espectros FTIR emitidos por los materiales de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  lo que es consistente con lo reportado por algunos investigadores (Barrientos *et al.*, 2019).

Con estos resultados obtenidos mediante la caracterización de los materiales de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  utilizando la Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) se puede deducir que las nanopartículas de Ag se encuentran interactuando con el  $\text{TiO}_2$ . Se asume que estas interacciones son las responsables en gran medida, de la estabilidad presentada por las soluciones coloidales de nanopartículas.

#### **4.2.5. Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).**

La microscopia electrónica de barrido (SEM) es una técnica de análisis topográfico, estructural y composicional, la cual se ha sido implementada en estudios de relacionados directamente con semiconductores, nanopartículas, catálisis heterogénea, películas delgadas y dadas sus posibilidades de resolución, magnificación y versatilidad permite que sea aplicada a diversidad de muestras, ambientes y necesidades experimentales (Penagos, 2013). La morfología de las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  sintetizadas se analizaron mediante microscopia electrónica de barrido, debido a que puede caracterizar la forma y el tamaño de las nanopartículas. Las imágenes SEM obtenidas se muestran a continuación:



**Figura 15.** Imagen SEM de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  (a) 50 nm y (b) 20 nm.

La **Figura 15** muestra nanopartículas de forma esférica y de tamaño pequeño menores del rango de 50 nm, por lo que se amplió la resolución demostrando que las nanopartículas tienen un tamaño menor a un rango de 20 nm. Las nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  exhibieron una forma de partículas no uniforme debido a la aglomeración de las partículas. Lo que es consistente con lo reportado en la literatura (Haider *et al.*, 2017).

Con los resultados obtenidos de la caracterización mediante la microscopía electrónica de barrido, se confirma la presencia de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y comparado con los resultados obtenidos mediante la determinación del tamaño de partícula o del cristal utilizando la ecuación de Scherrer, se demuestra que efectivamente se tiene material sintetizado de tamaño nanométrico.

#### **4.3. Muestreo y caracterización de agua residual.**

El agua residual que se utilizó en este trabajo fue generada en la cafetería y en los baños del TecNM-Instituto Tecnológico de Culiacán. El muestreo se realizó en un registro con salida al sistema de alcantarillado. Se tomaron muestras compuestas con intervalos de 3 h de acuerdo con la metodología APHA (Frason, 1992). Estas muestras se trasladaron previo

a su análisis al Laboratorio de Posgrado e Investigación en Ciencias Ambientales y se conservaron en refrigeración a 4°C.

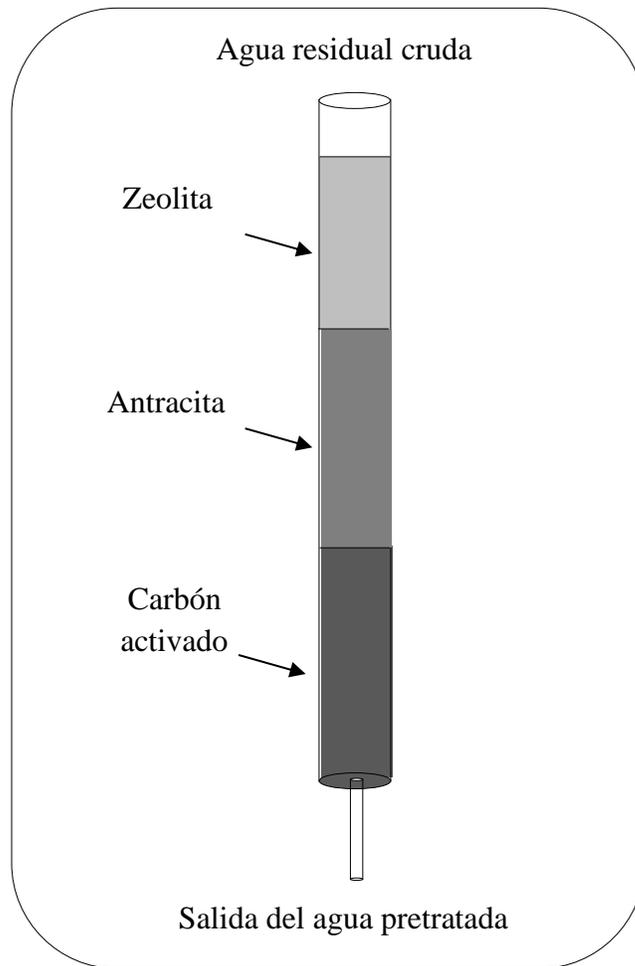
La caracterización del agua residual muestreada se obtuvo mediante parámetros fisicoquímicos de la calidad del agua, con la finalidad de conocer el grado de contaminación presente y eliminar contaminantes en el agua, misma que se utilizó en la implementación del sistema de tratamiento mediante fotocatalisis. La **Tabla 4** muestra los valores obtenidos mediante la caracterización del agua residual.

**Tabla 4.** Valores de la caracterización del agua residual

<b>Parámetros</b>	<b>Técnicas</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Unidades</b>
Demanda Química de Oxígeno	Técnica 5220	173.1	mg/L
Sólidos Suspendidos Totales	Técnica 2540	146.9	mg/L
Salinidad	Técnica 2520	0.6	mg/L
Conductividad	Técnica 2510	379	µS/cm
Temperatura	Técnica 2550	25	°C

#### **4.4. Pretratamiento de agua residual.**

El sistema de pretratamiento demostró una eficiencia de remoción implementando 3 diferentes tipos de materiales filtrantes. Estos materiales fueron: carbón activado (636 cm<sup>3</sup>), zeolita (477 cm<sup>3</sup>) y antracita (223 cm<sup>3</sup>) seleccionados debido a su alta capacidad de retención de contaminantes principalmente sólidos. La **Figura 16** muestra el diagrama del sistema de pretratamiento que ha sido implementado.

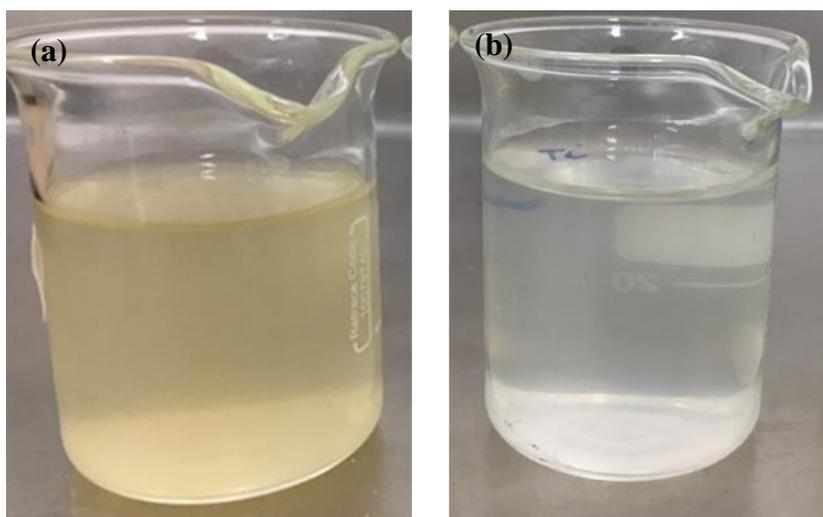


**Figura 16.** Diagrama esquemático del sistema de pretratamiento de agua residual.

El sistema evaluado logró remover un 31% de materia orgánica presente en el agua residual, reduciendo de 173.15 mg/L a 119.48 mg/L. Estos resultados se muestran en la **Tabla 5** y en la **Figura 17**.

**Tabla 5.** Remoción de materia orgánica mediante el proceso de pretratamiento

<b>Demanda Química de Oxígeno</b>			
Muestra	Cantidad	Unidades de medición	% de remoción
Sin pretratamiento	173.1	mg/L	
Con pretratamiento	119.4	mg/L	31%



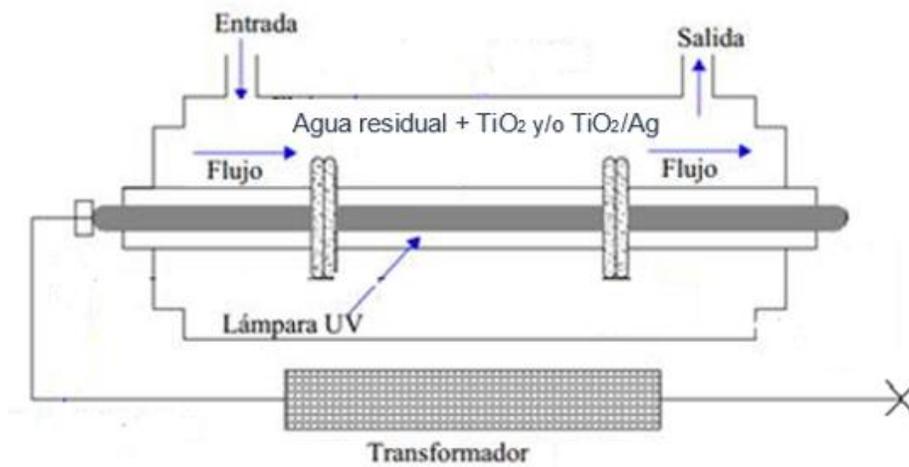
**Figura 17.** Comparativo de agua residual (a) antes y (b) después del pretratamiento.

Se demuestra que el sistema de pretratamiento logra una remoción satisfactoria e importante de contaminantes presentes en el agua residual de interés que ha sido evaluada, por lo que se considera que los materiales seleccionados que conforman el sistema demuestran en conjunto su eficiencia de remoción de contaminantes.

#### **4.5. Aplicación de tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis.**

El sistema de tratamiento de fotocátalisis demuestra la eficiencia de remoción implementando 3 diferentes concentraciones de catalizador. Estas concentraciones fueron: (0.25 g/L, 0.5 g/L y 1 g/L) para el caso de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  seleccionados de acuerdo con lo

reportado en la literatura (Kaneco *et al.*, 2004; Tariq *et al.*, 2005; Gil *et al.*, 2007). La **Figura 18** muestra una representación del sistema de tratamiento de fotocatalisis empleado.



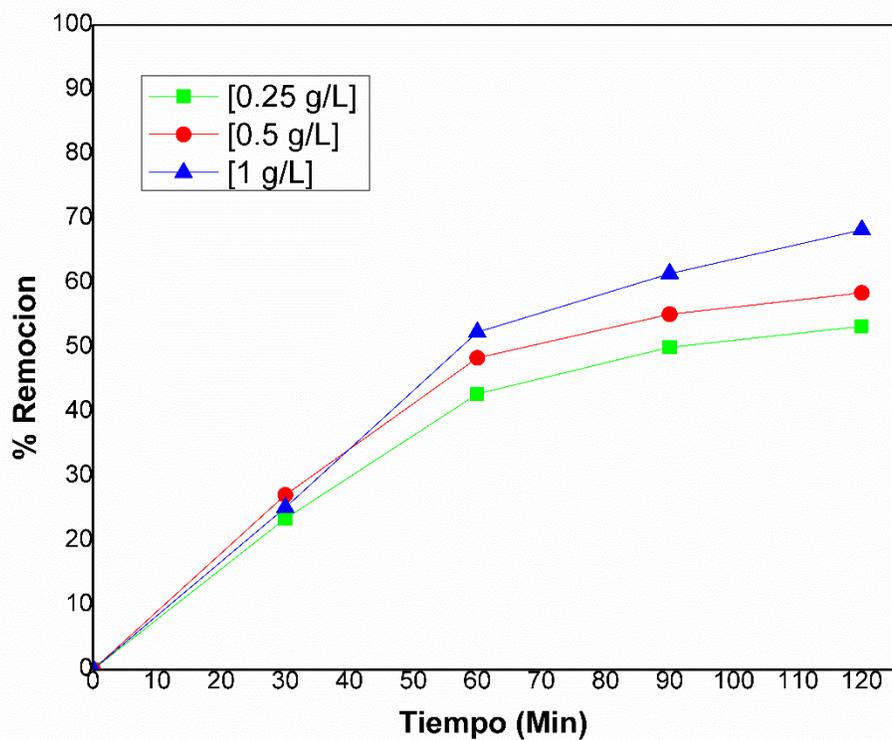
**Figura 18.** Representación del sistema de tratamiento de fotocatalisis.

El agua residual que se utilizó en este proceso es proveniente del sistema de pretratamiento y se evaluó la eficiencia de oxidación de contaminantes en esta etapa de tratamiento mediante fotocatalisis. El agua tratada en este proceso se analizó mediante los parámetros de la calidad del agua siendo el parámetro principal la DQO, que nos indica la oxidación de contaminantes. Estos resultados obtenidos en el proceso de fotocatalisis utilizando nanopartículas de TiO<sub>2</sub> se muestran en la **Tabla 6** donde para cada tratamiento efectuado con las concentraciones de catalizador (0.25 g/L, 0.5 g/L y 1 g/L) se realizaron 4 repeticiones bajo las mismas condiciones de operación.

**Tabla 6.** Resumen de resultados obtenidos mediante fotocatalisis con TiO<sub>2</sub>

Tiempo (Min)	[0.25 g/L]		[0.5 g/L]		[1 g/L]	
	DQO	%	DQO	%	DQO	%
	[mg/L]	Remoción	[mg/L]	Remoción	[mg/L]	Remoción
0	124	0	116.4	0	132.1	0
30	95	23.3	84.9	27	99	25.1
60	71	42.7	60.1	48.3	63	52.3
90	62	50	52.2	55.1	51	61.4
120	58	53.2	48.3	58.4	42	68.2

El sistema de fotocatalisis utilizando nanopartículas de TiO<sub>2</sub> logró remover un 53.22% de materia orgánica presente en el agua residual, reduciendo de 124 mg/L a 58 mg/L para la concentración de 0.25 g/L de catalizador, así mismo, se redujo un 58.44% de materia orgánica presente en el agua residual, degradando de 116.42 mg/L a 48.38 mg/L para la concentración de 0.5 g/L de catalizador, de igual manera se obtuvo un 68.22% de remoción de materia orgánica presente en el agua residual, reduciéndose de 132.18 mg/L a 42 mg/L para la concentración de 1 g/L de catalizador. El porcentaje de remoción para cada tratamiento con las diferentes concentraciones de TiO<sub>2</sub> se muestran en la **Figura 19**.



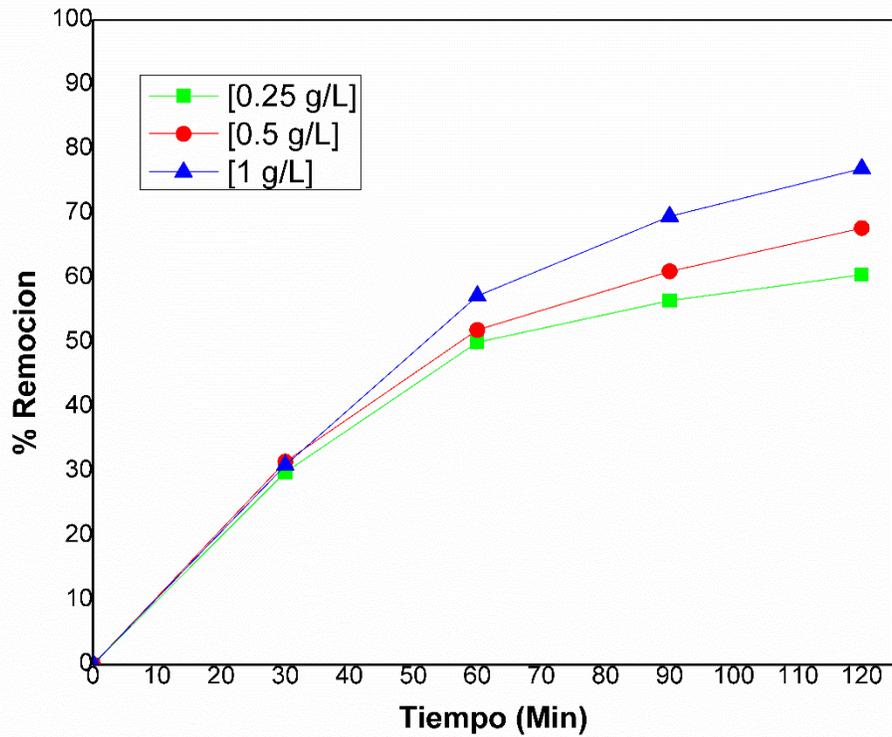
**Figura 19.** Porcentaje de remoción en el tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis con  $\text{TiO}_2$  a diferentes concentraciones de catalizador.

Los resultados obtenidos de la oxidación de contaminantes presentes en el agua residual en el proceso de fotocátalisis utilizando como catalizador nanopartículas de  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  se muestran en la **Tabla 7**. Cabe señalar que para cada tratamiento efectuado con las concentraciones de catalizador (0.25 g/L, 0.5 g/L y 1 g/L) se realizaron 4 repeticiones bajo las mismas condiciones de operación.

**Tabla 7.** Resumen de resultados obtenidos mediante fotocatalisis con TiO<sub>2</sub>/Ag

Tiempo (Min)	[0.25 g/L]		[0.5 g/L]		[1 g/L]	
	DQO	%	DQO	%	DQO	%
	[mg/L]	Remoción	[mg/L]	Remoción	[mg/L]	Remoción
0	124	0	116.4	0	132.1	0
30	87	29.8	79.8	31.4	91.3	30.9
60	62	50	56	51.8	56.6	57.1
90	54	56.4	45.4	61	40.3	69.5
120	49	60.4	37.6	67.7	30.4	76.9

El sistema de fotocatalisis utilizando nanopartículas de TiO<sub>2</sub>/Ag logró remover un 60.48% de materia orgánica presente en el agua residual, reduciendo de 124 mg/L a 49 mg/L para la concentración de 0.25 g/L de catalizador, así mismo, se redujo un 67.70% de materia orgánica presente en el agua residual, degradando de 116.42 mg/L a 37.6 mg/L para la concentración de 0.5 g/L de catalizador. De igual manera, se obtuvo un 76.95% de remoción de materia orgánica presente en el agua residual, reduciéndose de 132.18 mg/L a 30.46 mg/L para la concentración de 1 g/L de catalizador. El porcentaje de remoción para cada tratamiento con las diferentes concentraciones de TiO<sub>2</sub>/Ag se muestran en la **Figura 20**.



**Figura 20.** Porcentaje de remoción en el tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis con  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  a diferentes concentraciones de catalizador

#### 4.6. Evaluación estadística del tratamiento del agua residual mediante fotocátalisis

##### Evaluación del $\text{TiO}_2$ con una concentración de 0.25 g/L

La **Tabla 8** presenta el resumen estadístico de la oxidación de materia orgánica mediante el  $\text{TiO}_2$  con una concentración de 0.25 g/L.

**Tabla 8.** Resumen estadístico en la evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 0.25 g/L

Tiempo	n	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Mínimo	Máximo	Rango
0	4	124	4.3	3.4%	120	130	10
30	4	94	3.2	3.4%	91	98.5	7.5
60	4	71	2.5	3.6%	68.3	74.5	6.2
90	4	62	2.4	4.0%	59.5	65	5.5
120	4	58	2.2	3.9%	55.5	61	5.5

Por otro lado, la **Tabla 9** presenta el análisis ANOVA para estas mismas condiciones. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de los diferentes tiempos con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 9.** Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 0.25 g/L

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	12019.2	4	3004.8	318.1	0
Intra grupos	141.6	15	9.4		
Total (Corr.)	12160.9	19			

### Evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 0.5 g/L

De igual manera, la **Tabla 10** presenta el resumen estadístico de la oxidación de materia orgánica mediante el TiO<sub>2</sub> con una concentración de 0.5 g/L observándose que la variación de los resultados fue muy pequeña, lo que puede decirse que los resultados son confiables.

**Tabla 10.** Resumen estadístico en la evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 0.5 g/L

Tiempo	n	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Mínimo	Máximo	Rango
0	4	116.4	2.8	2.4%	113	120	7
30	4	83.3	1.9	2.3%	81	85	4
60	4	60.1	2.4	4.0%	57	63	6
90	4	52.2	2.2	4.2%	50	55	5
120	4	48.3	2.2	4.7%	45.5	51	5.5

Así mismo, La **Tabla 11** presenta el análisis ANOVA del tratamiento con TiO<sub>2</sub> con concentración de 0.5 g/L para las mismas condiciones presentadas en la tabla anterior. Debido a que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, se determina una diferencia existente estadísticamente significativa entre las medias de los diferentes tiempos con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 11.** Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 0.5 g/L

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	12762.1	4	3190.5	564.3	0
Intra grupos	84.8	15	5.6		
Total (Corr.)	12846.9	19			

### Evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 1 g/L

También se presenta el resumen estadístico de la evaluación del sistema de tratamiento de fotocátalisis utilizando el TiO<sub>2</sub> con una concentración de 1 g/L en la **Tabla 12**.

**Tabla 12.** Resumen estadístico en la evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 1 g/L

Tiempo	n	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Mínimo	Máximo	Rango
0	4	132.1	3	2.3%	128.5	136	7.5
30	4	99	3.1	3.1%	95	102	7
60	4	63	2.9	4.6%	59	66	7
90	4	51	3.2	6.4%	47	55	8
120	4	42	2.1	5.1%	40	45	5

De la misma forma, La **Tabla 13** presenta el análisis ANOVA para estas mismas condiciones. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de los diferentes tiempos con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 13.** Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO<sub>2</sub> con una concentración de 1 g/L

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	22495.1	4	5623.7	648	0
Intra grupos	130.1	15	8.6		
Total (Corr.)	22625.3	19			

### Evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.25 g/L

La **Tabla 14** presenta el resumen estadístico de la oxidación de materia orgánica mediante el TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.25 g/L.

**Tabla 14.** Resumen estadístico en la evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.25 g/L

Tiempo	n	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Mínimo	Máximo	Rango
0	4	124	8.1	6.5%	118	136	18
30	4	87	4.2	4.8%	82	91	9
60	4	62	3.6	5.8%	58	66	8
90	4	54	4.0	7.5%	50	58	8
120	4	49	4.2	8.6%	44	53	9

Por otro lado, la **Tabla 15** presenta el análisis ANOVA para estas mismas condiciones. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de los diferentes tiempos con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 15.** Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.25 g/L

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	15323.2	4	3830.8	144.3	0
Intra grupos	398	15	26.5		
Total (Corr.)	12160.9	19			

### Evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.5 g/L

De igual manera, la **Tabla 16** presenta el resumen estadístico de la oxidación de materia orgánica mediante el TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.5 g/L observándose que la variación de los resultados fue muy pequeña, por lo que los resultados son confiables.

**Tabla 16.** Resumen estadístico en la evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.5 g/L

Tiempo	n	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Mínimo	Máximo	Rango
0	4	116.4	1.9	1.7%	114.2	119	4.8
30	4	79.8	3.4	4.3%	75	83	8
60	4	56	2.9	5.2%	52	59	7
90	4	45.4	2.5	5.6%	42	48.2	6.2
120	4	37.6	2.7	7.2%	34.9	41	6.1

Así mismo, la **Tabla 17** presenta el análisis ANOVA del tratamiento con TiO<sub>2</sub>/Ag con concentración 0.5 g/L para las mismas condiciones presentadas en la tabla anterior. Debido a que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, se determina una diferencia existente estadísticamente significativa entre las medias de los diferentes tiempos con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 17.** Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 0.5 g/L

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	16227	4	4056.7	525	0
Intra grupos	115.9	15	7.7		
Total (Corr.)	16342.9	19			

### Evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 1 g/L

También se presenta el resumen estadístico de la evaluación del sistema de tratamiento de fotocatalisis empleando el TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 1 g/L en la **Tabla 18**.

**Tabla 18.** Resumen estadístico en la evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 1 g/L

Tiempo	n	Promedio	Desviación Estándar	Coefficiente de Variación	Mínimo	Máximo	Rango
0	4	132.1	3.4	2.5%	128.7	136	7.3
30	4	91.3	1.2	1.4%	89.5	92.4	2.9
60	4	56.6	2.6	4.6%	53	59	6
90	4	40.3	2.3	5.7%	38	43.2	5.2
120	4	30.45	2	6.5%	28	32.8	4.8

De la misma forma, la **Tabla 19** presenta el análisis ANOVA para estas mismas condiciones. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de los diferentes tiempos con un nivel del 95.0% de confianza.

**Tabla 19.** Análisis estadístico ANOVA en la evaluación del TiO<sub>2</sub>/Ag con una concentración de 1 g/L

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	27780.5	4	6945.1	1179.3	0
Intra grupos	88.3	15	5.8		
Total (Corr.)	27868.9	19			

## CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

El tratamiento de aguas residuales mediante el método de fotocátalisis con la aplicación de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  es una técnica factible, debido a que se demostró la disminución de materia orgánica en el agua residual tipo doméstica.

Se sintetizaron partículas  $\text{TiO}_2$  de tamaño nanométrico utilizando el método de síntesis Sol-Gel, así como también el dopaje de coloides de plata metálica en nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  con una modificación al método Turkevich implementando la reducción química en donde las variables controladas de síntesis influyeron de manera importante en el tamaño de la partícula para su aplicación en procesos fotocatalíticos. La principal ventaja del método de dopaje consiste en su capacidad de controlar el tamaño de las partículas y al ser evaluados en el proceso de fotocátalisis los recubrimientos de  $\text{TiO}_2$  exhibieron actividad fotocatalítica que se vio fuertemente reforzada por la incorporación del metal.

La caracterización de las nanopartículas obtenidas en los métodos de síntesis se efectuó con cuatro diferentes técnicas: Difractometría de rayos-X, Espectrofotometría UV-Vis, Espectroscopia FTIR y Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) demostrando en cada una de ellas la aparición de material nanométrico perteneciente al dióxido de titanio y a los coloides de plata incrustados en el mismo.

El proceso de pretratamiento es un proceso fundamental para preparar las aguas residuales en el siguiente proceso de tratamiento al eliminar algunos sólidos presentes que pueden interferir en la fotocátalisis. Se logró remover un 31% de contaminantes en este proceso permitiendo verificar la capacidad de retención de los materiales seleccionados, en este caso, la zeolita, antracita y carbón activado.

En cuanto a la implementación del proceso de oxidación en el tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis utilizando  $\text{TiO}_2$  en 3 tipos de concentraciones (0.25 g/L, 0.5 g/L y 1 g/L), se demostró la degradación de contaminantes logrando un 53.22%, 58.44% y 68.22% respectivamente en un tiempo de 2 h. Así mismo, en el proceso de oxidación en el tratamiento de agua residual mediante fotocátalisis utilizando  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$  en 3 tipos de

concentraciones (0.25 g/L, 0.5 g/L y 1 g/L), se demostró la degradación de contaminantes logrando un 60.48%, 67.70% y 76.96% respectivamente en un tiempo de 2 h.

Al comparar los resultados obtenidos de las diferentes concentraciones de los catalizadores  $\text{TiO}_2$  y  $\text{TiO}_2/\text{Ag}$ , se demostró que la mejor concentración en cuanto a la degradación de contaminantes en el proceso de fotocátalisis fue la de 1 g/L para los dos casos.

## CAPÍTULO VI. REFERENCIAS

- Aguirre, P. A., García, J., & Sahuquillo, R. M. (2004). Desinfección con cloro y luz UV en un proceso convencional de regeneración de agua. *Ingeniería del agua*, 11(1), 75-89.
- Akpan, U. G., & Hameed, B. H. (2009). Parameters affecting the photocatalytic degradation of dyes using TiO<sub>2</sub>-based photocatalysts: a review. *Journal of hazardous materials*, 170(2-3), 520-529.
- Alfaro, A. G. R., & Muñoz, U. M. (2017). Síntesis de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>-Fe-N por métodos de sol-gel, y su caracterización. *Jóvenes en la ciencia*, 3(2), 1928-1932.
- Alrousan, D. M., Dunlop, P. S., McMurray, T. A., & Byrne, J. A. (2009). Photocatalytic inactivation of *E. coli* in surface water using immobilised nanoparticle TiO<sub>2</sub> films. *Water research*, 43(1), 47-54.
- Barrientos, K. C., Iparraguirre, D. E. A., & Cavero, H. A. A. (2019). Síntesis y caracterización de nanocompuestos Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/Ag: su efecto contra *Enterobacter aerogenes* y *Enterococcus faecalis*. *Revista Colombiana de Química*, 48(2), 33-39.
- Belmares-Perales, S., Torres-López, E., Coparán-Elizondo, J. L., Arriaga-Garza, J., & Elizondo-Villarreal, N. (2013). Síntesis y caracterización de nanopartículas de oro, plata y hierro por el método de fisicoquímica verde.
- Bernasik, A., Radecka, M., Rekas, M., & Sloma, M. (1993). Electrical properties of Cr- and Nb-doped TiO<sub>2</sub> thin films. *Applied surface science*, 65, 240-245.
- Bes, S., Silva, A., & Bengoa, C. (2018). Manual técnico sobre procesos de oxidación avanzada aplicados al tratamiento de aguas residuales industriales. *España: CYTED*.
- Bustos-Terrones, Y. A., Estrada-Vázquez, R., Ramírez-Pereda, B., Bustos-Terrones, V., & Rangel-Peraza, J. G. (2020). Kinetics of a Fixed Bed Reactor with Immobilized Microorganisms for the Removal of Organic Matter and Phosphorous. *Water Environment Research*. "PUBLISHED IN ADVANCE".

- Castillo-Ledezma, J. H., Salas, J. S., López-Malo, A., & Bandala, E. R. (2011). Effect of pH, solar irradiation, and semiconductor concentration on the photocatalytic disinfection of *Escherichia coli* in water using nitrogen-doped TiO<sub>2</sub>. *European Food Research and Technology*, 233(5), 825.
- Castro-Peña, L., & Durán-Herrera, J. E. (2014). Degradación y decoloración de agua contaminada con colorantes textiles mediante procesos de oxidación avanzada. *Revista Tecnología en Marcha*, 27(2), 40-50.
- CONAGUA. (2017). Estadísticas del agua en México. Edición 2017: recuperado de: [sina.conagua.gob.mx/publicaciones/EAM\\_2017.pdf](http://sina.conagua.gob.mx/publicaciones/EAM_2017.pdf).
- Córdova, J. G. P., Melo, E. R., & Walle, B. L. (2017). Estudio de los mecanismos de conducción eléctrica en películas delgadas de PVB. *Ingenierías*, 20(76), 55.
- Creighton, J. A., Blatchford, C. G., & Albrecht, M. G. (1979). Plasma resonance enhancement of Raman scattering by pyridine adsorbed on silver or gold sol particles of size comparable to the excitation wavelength. *Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 2: Molecular and Chemical Physics*, 75, 790-798.
- Cruz-Colín, M. E., Ricárdez-García, V. A., Malpica-Cruz, L., Rodríguez-Cardozo, L., Cisneros-Montemayor, A., Zepeda, J. A., & García-Searcy, V. (2019). Dimensión social en ecosistemas marinos y costeros.
- De la Peña, M. E., Ducci, J., & Zamora Plascencia, V. (2013). *Tratamiento de aguas residuales en México*. Inter-American Development Bank.
- Dodoo-Arhin, D., Buabeng, F. P., Mwabora, J. M., Amaniampong, P. N., Agbe, H., Nyankson, E., ... & Asiedu, N. Y. (2018). The effect of titanium dioxide synthesis technique and its photocatalytic degradation of organic dye pollutants. *Heliyon*, 4(7), e00681.

- Domènech, X., Jardim, W. F., & Litter, M. I. (2001). Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. *Eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea*, 3-26.
- Echavarría, A. M., Robledo, S., & Bejarano, G. (2017). Influencia de las nanopartículas de Ag sobre las propiedades mecánicas y tribológicas y en el efecto citotóxico y bactericida de los recubrimientos de TaN (Ag). *Revista de Metalurgia*, 53(1), 085.
- Fernández, J. A., Cardozo, M. G., Carrascal, A. K., Salcedo, J. C., Pedroza, A. M., & Daza, C. E. (2015). Tratamiento de agua residual de microbiología usando películas delgadas de TiO<sub>2</sub>. *Ingeniería Y Competitividad*, 17(1), 35-48.
- Forero, J. E., Ortiz, O. P., & Rios, F. (2005). Aplicación de procesos de oxidación avanzada como tratamiento de fenol en aguas residuales industriales de refinería. *CT&F-Ciencia, tecnología y futuro*, 3(1), 97-109.
- Frason, M. A. H. (1992). Métodos normalizados: para el análisis de aguas potables y residuales. American Water Works Association (Denver) Water Pollution control Federation (Washington) American Public Health Association (Washington).
- Fujishima, A., Zhang, X., & Tryk, D. A. (2007). Heterogeneous photocatalysis: from water photolysis to applications in environmental cleanup. *International journal of hydrogen energy*, 32(14), 2664-2672.
- Gálvez, J. B., Rodríguez, S. M., Gasca, C. A. E., Bandala, E. R., Gelover, S., & Leal, T. (2001a). Purificación de aguas por fotocatalisis heterogénea: estado del arte. *Purificación de aguas por fotocatalisis heterogénea: estado da arte. La Plata*.
- Gálvez, J. B., Rodríguez, S. M., Peral, J., Sánchez, B., & Cardona, A. I. (2001b). Diseño de reactores para fotocatalisis: evaluación comparativa de las distintas opciones. *Eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea*.
- Garcés Giraldo, L. F., Mejía Franco, E. A., & Santamaría Arango, J. J. (2004). La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales.

- García, M. L. R. (2007). Determinación del tamaño de cristal utilizando el software Jade 6.5. *Centro de Investigación en Energía, Universidad Nacional Autónoma de México, México.*
- Ge, L., & Xu, M. (2007). Fabrication and characterization of TiO<sub>2</sub> photocatalytic thin film prepared from peroxo titanate acid sol. *Journal of sol-gel science and technology*, 43(1), 1-7.
- Gil, E., Quintero, L., Rincón, M., & Rivera, D. (2007). Degradación de colorantes de aguas residuales empleando UV/TiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/Fe<sup>2+</sup>. *Revista Universidad EAFIT*, 43(146), 80-101.
- Giraldo, L. F. G., & Mesa, G. A. P. (2005). Cinética de degradación y mineralización del colorante naranja reactivo 84 en aguas. *Revista Lasallista de Investigación*, 2(2), 21-25.
- Gómez, G. L. (2013). Nanopartículas de plata: tecnología para su obtención, caracterización y actividad biológica. *Investigación en Discapacidad*, 2(1), 18-22.
- Guarín Llanes, C. Y., & Mera Benavides, A. C. (2011). Heterogeneous Photocatalysis with TiO<sub>2</sub> for Liquid Wastes Treatment with Presence of the Bromocresol Green Indicator. *Revista Ingenierías Universidad de Medellín*, 10(19), 79-88.
- Gupta, S. M., & Tripathi, M. (2012). A review on the synthesis of TiO<sub>2</sub> nanoparticles by solution route. *Central European Journal of Chemistry*, 10(2), 279-294.
- Gutiérrez, M. P., & Castellanos, M. A. (2011). Síntesis por el método sol-gel aplicado al estudio del polimorfismo en nanopartículas de TiO<sub>2</sub>. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología*, 4(1).
- Haider, A. J., AL-Anbari, R. H., Kadhim, G. R., & Salame, C. T. (2017). Exploring potential environmental applications of TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Energy Procedia*, 119, 332-345.
- Hernández-Salazar, A. B., Moreno-Seceña, J. C., & Sandoval-Herazo, L. C. (2018). Tratamiento de aguas residuales industriales en México: Una aproximación a su situación actual y retos por atender. *RINDERESU*, 2(1-2), 75-87.

- Ipohorski, M., & Bozzano, P. (2013). Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales. *Ciencia e investigación*, 63(3), 43-53.
- Kaneco, S., Rahman, MA, Suzuki, T., Katsumata, H. y Ohta, K. (2004). Optimización de las condiciones de degradación fotocatalítica solar del bisfenol A en agua utilizando dióxido de titanio. *Revista de fotoquímica y fotobiología A: Química*, 163 (3), 419-424.
- Ledezma, A., Romero, J., Hernández, M., Moggio, I., Arias, E., Padrón, G., ... & Torres, S. (2014). Síntesis biomimética de nanopartículas de plata utilizando extracto acuoso de nopal (*Opuntia* sp.) y su electrohilado polimérico. *Superficies y vacío*, 27(4), 133-140.
- Lee, P. C., & Meisel, D. (1982). Adsorption and surface-enhanced Raman of dyes on silver and gold sols. *The Journal of Physical Chemistry*, 86(17), 3391-3395.
- Losada, L. M., Castillo, E. J. L., Restrepo, E. A. O., Galvis, E. A. S., & Palma, R. A. T. (2017). Tratamiento de aguas contaminadas con colorantes mediante fotocátalisis con TiO<sub>2</sub> usando luz artificial y solar. *Producción+ Limpia*, 12(2).
- Lozada, P. T. (2012). Perspectivas del tratamiento anaerobio de aguas residuales domésticas en países en desarrollo. *Revista EIA*, 9(18), 115-129.
- Luna, D., González, A., Gordon, M., & Martín, N. (2007). Obtención de carbón activado a partir de la cáscara de coco. *ContactoS*, 64(10), 39-48.
- Lytle, F. W. (1964). X-ray diffractometry of low-temperature phase transformations in strontium titanate. *Journal of Applied Physics*, 35(7), 2212-2215.
- Mihelcic, J., & Zimmerman, J. B. (2011). *Ingeniería ambiental: fundamentos, sustentabilidad, diseño* (No. 628 628).
- Morillo, Á., Chirinos, J., Ibarra, D., Rajmankina, T., & Parada, Á. (2009). Desarrollo de un método analítico por espectrofotometría ultravioleta visible para la determinación de zirconio en catalizadores homogéneos tipo metalocenos para la polimerización de olefinas. *Ciencia*, 12(1).

- Mosquera, E., Rosas, N., Debut, A., & Guerrero, V. H. (2015). Síntesis y caracterización de nanopartículas de dióxido de titanio obtenidas por el método de sol-gel. *Revista Politécnica*, 36(3), 7-7.
- ONU [Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura]. (2017). Aguas residuales: el recurso desaprovechado. Recuperado de: <https://www.agua.org.mx/wp-content/uploads/2017/04/Informe-Mundial-de-las-Naciones-Unidas-sobre-el-Desarrollo-de-los-Recursos-Hidricos-2017.pdf>
- Oroz, M. M. (2009). Nanopartículas de plata: métodos de síntesis en disolución y propiedades bactericidas. In *Anales de la Real Sociedad Española de Química*. Real Sociedad Española de Química. No. 1, pp. 33-41.
- Penagos, J. I. C. (2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Elementos*, 3(3), 133-146.
- Pinto, V. V., Ferreira, M. J., Silva, R., Santos, H. A., Silva, F., & Pereira, C. M. (2010). Long time effect on the stability of silver nanoparticles in aqueous medium: effect of the synthesis and storage conditions. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 364(1-3), 19-25.
- Ramírez García J. M. (2018). Desarrollo de rutas de instrumentación de las contribuciones nacionalmente determinadas en materia de mitigación de gases y compuestos de efecto invernadero (GyCEI) del sector de aguas residuales de México: Mitigación del cambio climático. Recuperado de: [https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/461753/Aguas\\_residuales.pdf](https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/461753/Aguas_residuales.pdf)
- Reddy, P. V. L., Kavitha, B., Reddy, P. A. K., & Kim, K. H. (2017). TiO<sub>2</sub>-based photocatalytic disinfection of microbes in aqueous media: a review. *Environmental research*, 154, 296-303.
- Ronquillo de Jesús, E., Aguilar Méndez, M. A., Guzmán Mendoza, J., & San Martín Martínez, E. (2013). Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata empleando extractos de plantas.

- Sanz, J., Lombrana, J. I., & De Luis, A. (2013). Estado del arte en la oxidación avanzada a efluentes industriales: nuevos desarrollos y futuras tendencias. *Afinidad*, 70(561).
- Sarria, V., Parra, S., Rincón, Á., Torres, R., & Pulgarín, C. (2005). Nuevos sistemas electroquímicos y fotoquímicos para el tratamiento de aguas residuales y de bebida. *Revista colombiana de química*, 34(2), 161-173.
- Tabaei, H. M., Kazemeini, M., & Fattahi, M. (2012). Preparation and characterization of visible light sensitive nano titanium dioxide photocatalyst. *Scientia Iranica*, 19(6), 1626-1631.
- Tariq, M. A., Faisal, M., & Muneer, M. (2005). Semiconductor-mediated photocatalysed degradation of two selected azo dye derivatives, amaranth and bismarck brown in aqueous suspension. *Journal of hazardous materials*, 127(1-3), 172-179.
- Toro, F. D. J. C., Benítez, L. M. L., & Herrera, M. I. Á. (2006). La zeolita en la mitigación ambiental. *Revista Lasallista de investigación*, 3(1), 30-34.
- Turkevich, J. (1985). Colloidal gold. Part I. *Gold Bulletin*, 18(3), 86-91.
- Urbano, M. A. V., Muñoz, Y. H. O., Fernández, Y. O., Mosquera, P., Páez, J. E. R., & Amado, R. J. C. (2011). Nanopartículas de TiO<sub>2</sub>, fase anatasa, sintetizadas por métodos químicos. *Ingeniería y desarrollo*, 29(2), 186-201.
- Valdés, B. S. G., Guerra, M., Mieres, G., Alba, L., Brown, A., Vázquez, N. A. R., ... & de la Hoz, Y. (2008). Caracterización estructural de poliuretanos mediante espectroscopia FTIR y RMN (1H y C13). *Revista iberoamericana de polímeros*, 9(4), 377-388.
- Vargas, Y., Valdivia, A. E. O., Rodríguez, G. I. V., Gómez-Vidales, V., Carvayar, J. A. C., & Bórquez, A. G. (2017). Introducción a la caracterización de materiales, nanomateriales y catalizadores. *Revista Digital Universitaria*, 14(5).
- Vivas-Reyes, R., Anaya, J., & Mercado, L. (2008). Theoretical study to evaluate polyfuran electrical conductivity and the substituent effects on the polymeric chain. *Revista Colombiana de Química*, 37(1), 21-29.

- Wang, W., Huang, G., Jimmy, C. Y., & Wong, P. K. (2015). Advances in photocatalytic disinfection of bacteria: development of photocatalysts and mechanisms. *Journal of Environmental Sciences*, *34*, 232-247.
- Wang, Y., Wu, Y., Yang, H., Xue, X., & Liu, Z. (2016). Doping TiO<sub>2</sub> with boron or/and cerium elements: effects on photocatalytic antimicrobial activity. *Vacuum*, *131*, 58-64.
- Wang, Y., Xue, X., & Yang, H. (2014). Preparation and characterization of carbon or/and boron-doped titania nano-materials with antibacterial activity. *Ceramics International*, *40*(8), 12533-12537.
- Xue, X., Wang, Y., & Yang, H. (2013). Preparation and characterization of boron-doped titania nano-materials with antibacterial activity. *Applied surface science*, *264*, 94-99.
- Yadav, H. M., Kim, J. S., & Pawar, S. H. (2016). Developments in photocatalytic antibacterial activity of nano TiO<sub>2</sub>: A review. *Korean Journal of Chemical Engineering*, *33*(7), 1989-1998.
- Yang, H., Wang, Y., & Xue, X. (2014). Influences of glycerol as an efficient doping agent on crystal structure and antibacterial activity of B-TiO<sub>2</sub> nano-materials. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, *122*, 701-708.
- Zanella, R. (2012). Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología*, *5*(1).
- Zarazua-Aguilar, Y., Paredes-Carrera, S. P., Sánchez-Ochoa, J. C., Avendano-Gómez, J. R., & Flores-Valle, S. O. (2017). Influencia de la irradiación microondas/ultrasonido en la síntesis sol-gel de nano partículas de dióxido de titanio para su aplicación en fotocatalisis. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, *16*(3), 899-909.

# ANEXOS



**Figura 21.** Evidencia de participación en el “XVIII CONGRESO INTERNACIONAL Y XXIV CONGRESO NACIONAL DE CIECIAS AMBIENTALES”