

DETERMINACION DEL CICLO DE VIDA DE LAS PELÍCULAS DE  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  Y  
SU EFECTO ANTIMICROBIANO SOBRE *E.coli* EN LUZ VISIBLE.

EMILY DAYANA BOHÓRQUEZ BONILLA

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.

2018

DETERMINACIÓN DEL CICLO DE VIDA DE LAS PELÍCULAS DE TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag Y  
SU EFECTO ANTIMICROBIANO SOBRE *E.coli* EN LUZ VISIBLE.

EMILY DAYANA BOHÓRQUEZ BONILLA

Trabajo de investigación para optar al Título de  
INGENIERO QUÍMICO

Director

Cesar Augusto Quiñones Segura

Doctor en ciencias

Codirectora,

Adriana Inés Páez Morales

Microbióloga

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERIAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÀ D.C.

2018

Nota de Aceptación (Subdirector Operativo de Investigación)

---

---

---

---

---

Firma Docente Investigador

---

Firma Docente Jurado 1

---

Firma Docente Jurado 2

Bogotá D.C., Agosto 2018

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

**Dr. JAIME POSADA DÍAZ**

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

**Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA – PEÑA**

Vicerrectora Académica y de Posgrados

**Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS**

Decano de Facultad de Ingenierías

**Ing. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI**

Director General de Investigación y Proyección Social

**Ing. MANUEL CANCELADO JIMÉNEZ**

Director Programa de Ingeniería Química

**Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ**

Las directivas de la Universidad de América, Los jurados calificadores y el cuerpo docente No son responsables por los criterios e ideas Expuestas en el presente documento. Estos Corresponden únicamente a los autores.

Dedico principalmente este trabajo de grado a Dios, a mis padres, Mauricio y Marlen, a mi familia que siempre ha estado presente motivándome y apoyándome en cada paso que doy. Este trabajo también se lo dedico a mi gran amigo Sergio que ahora se encuentra en el cielo pero que nunca me ha dejado sola en este camino, a mis amigos, profesores y al grupo de Materiales Fotoactivos.

**EMILY DAYANA BOHORQUEZ BONILLA**

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco primordialmente a Dios, por permitirme vivir esta gran etapa que ya está culminando, por ser la luz en mi vida y en mi caminar a diario, por permitirme cumplir cada meta u objetivo.

A mis padres por ser ese motor y voz de aliento, por darme lo mejor de ellos, por brindarme el amor más grande del mundo, por guiarme por el camino correcto, por sus grandes enseñanzas y por estar presentes en todo momento sin importar la circunstancia, a mi nana por su ejemplo, por enseñarme que la vida está llena de retos que siempre se pueden superar.

En el cielo le agradezco a mi gran amigo Sergio quien se ha convertido en mi Ángel guardián, que me enseñó que la sencillez y la nobleza son virtudes que se deben conservar para poder triunfar, que no importa el momento de dificultad si siempre hay una sonrisa por dar.

También le doy gracias al Dr. Sc. Cesar Augusto Quiñones Segura, por ser el director de este trabajo que con sus regaños y consejos me brindó su apoyo y conocimiento, a la profesora Adriana Inés Páez Morales, que con su paciencia y esfuerzo hizo posible la realización de este proyecto. Agradezco de una manera muy especial al Grupo de Materiales Fotoactivos, a las directivas de laboratorio (Jenny, Alejandro, Jhon) por su colaboración constante para el cumplimiento de este trabajo.

A mis compañeros Tatiana y Cristian por su ardua colaboración, entrega, paciencia y amistad, de manera significativa quiero agradecer a mi compañera, amiga Paola quien me acompañó en este largo camino, motivándome en cada caída, alegrando cada momento de tristeza y lo mejor brindándome los mejores consejos y su amistad.

## CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCION	17
OBJETIVOS	18
1. FUNDAMENTOS	19
1.1 FOTOCATALISIS HETEROGENEA	19
1.2 FOTOCATALISIS AMBIENTAL	20
1.3 SEMICONDUCTORES	20
1.4 DIOXIDO DE TITANIO (TiO <sub>2</sub> )	21
1.4.1 Dióxido de titanio modificado	22
1.4.1.2 Nanopartículas de Plata como agente antimicrobiano.	23
1.4.1.3 Mecanismos de acción antibacteriana de las Np-Ag:	24
1.5 METODOS DE PREPARACION DE LA MEZCLA TiO <sub>2</sub> /CuO	24
1.6 ELABORACION DE PELICULAS	25
1.7 DESINFECCION CON FOTOCATALISIS	27
1.8 SEGUIMIENTO DE DEGRADACION	28
1.9 ANALISIS MICROBIOLOGICO	28
1.8.1 Estándar de Mc Farland	28
1.10 ANALISIS DEL CICLO DE VIDA	33
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	34
2.1 PROTOCOLO LAVADO DE VIDRIOS	34
2.2 REACTIVOS EMPLEADOS PARA LA ELABORACIÓN DE LA MEZCLA	35
2.3 PROTOCOLO DE SUSPENSIÓN DE LA MEZCLA	37
2.3.1 Deposición de la mezcla	37
2.3.2 Modificación de las películas TiO <sub>2</sub> /CuO con plata	38
2.4 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DE PELICULAS TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag	39
2.5 PROTOCOLO MICROBIOLOGICO	42
2.5.1 Reactor	42



3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	46
3.2 ELABORACION DE LAS PELICULAS TiO <sub>2</sub> /CUO	46
3.2.2 Suspensión de la mezcla	46
3.3 CARACTERIZACION MORFOLÓGICA Y ESTRUCTURA DE LA MEZCLA TiO <sub>2</sub> /Cu/Ag	48
3.3.1 Caracterización morfológica (SEM).	48
3.4 FOTODEGRADACION EN AZUL DE METILENO	50
3.5 ADECUACIONES DEL REACTOR	52
3.6 INACTIVACION DE <i>E.coli</i>	52
3.6.3 Análisis del ciclo de vida de la película TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag	56
3.6.3.1 Compuestos utilizados para la elaboración de las películas de TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag	56
3.6.3.2 Procesos excluidos e incluidos para la elaboración de las películas de TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag	57
3.6.3.3 Hipótesis recomendadas sobre el análisis de la elaboración de las películas TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag	57
3.6.3.4 Limitaciones recomendadas sobre el análisis de la elaboración de las películas TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag	57
4. CONCLUSIONES	59
5. RECOMENDACIONES	60
BIBLIOGRAFIA	61
ANEXOS	65

## LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Proceso de fotocátalisis heterogénea.	19
Figura 2. Espectro electromagnético.	22
Figura 3. Mecanismos de acción antibacteriana de np-ag.	24
Figura 4. Spin coating.	26
Figura 6. Comparación patrón de mcfarland con la solución preparada.	29
Figura 7. Bacteria <i>E.coli</i> .	30
Figura 8. Dilución de las muestras.	31
Figura 9. Placas de conteo de coliformes petrifilm de 3m.	32
Figura 10. Protocolo de lavado de vidrios.	35
Figura 11. Protocolo impregnación húmeda.	36
Figura 12. Protocolo de deposición de la mezcla TiO <sub>2</sub> /CuO por el método spin coating.	38
Figura 13. Modificación de las películas TiO <sub>2</sub> /CuO con Plata.	39
Figura 14. Reactor utilizado para la degradación de Azul de Metileno (A.M).	40
Figura 15. Protocolo para la degradación en Azul de Metileno.	41
Figura 16. Curva de calibración de Azul de Metileno.	42
Figura 17. Reactor utilizado para la inactivación de <i>E.coli</i>	43
Figura 18. Incubadora utilizada para el crecimiento de <i>E.coli</i> .	44
Figura 19. Protocolo microbiológico.	45
Figura 20. Resultados del protocolo de lavado de vidrios.	46
Figura 21. Deposición de películas: (A) método spin coating a (1000rpm) (B) método doctor blade.	46
Figura 22. Películas modificadas tio <sub>2</sub> /cuo/ag, (a) depositada a 1000rpm, (b) depositada a 1500rpm y (c) depositada a 2000rpm.	48
Figura 23. Caracterización sem de las películas correspondientes a 1000rpm y 2000rpm.	49
Figura 24. Caracterización estructural de la película modificada con TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag.	50
Figura 25. Degradación de Azul de Metileno con películas TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag a diferentes revoluciones por minuto en luz visible.	51
Figura 26. Degradación de Azul de Metileno con películas TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag a diferentes revoluciones por minuto en luz uv.	52
Figura 27. Inactivación de <i>E.coli</i> mediante películas modificadas con TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag.	53
Figura 28. Ciclo de vida de las películas TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag para la inactivación de <i>E.coli</i> .	55

## LISTA DE TABLAS

	<b>pág.</b>
Tabla 1. Resultados inactivación de <i>E.coli.</i>	54
Tabla 2. Eficiencia de cada replica.	54
Tabla 3. Compuestos utilizados para la elaboración de las películas de TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag.	56

## LISTA DE CUADROS

	<b>pág.</b>
Cuadro 1. Reactivos empleados para el lavado de vidrios.	34
Cuadro 2. Reactivos empleados para la elaboración y activación de la mezcla.	35
Cuadro 3. Equipos para realizar la suspensión.	37
Cuadro 4. Materiales empleados en la degradación de azul de metileno.	40
Cuadro 5. Procesos excluidos e incluidos para la elaboración de las películas de TiO <sub>2</sub> /CuO/Ag.	57

## LISTA DE ANEXOS

	<b>pág.</b>
Anexo A. Propiedades del Dióxido de titanio.	66
Anexo B. Propiedades del nitrato de plata.	67
Anexo C. Preparación de soluciones del precursor.	68
Anexo D. Cálculos para la elaboración de la solución de nitrato de plata.	69
Anexo E. Resultados caja de Petri replica 1, hora 0 (a), hora 11 (b).	70
Anexo F. Resultados caja de Petri replica 2, hora 0 (a), hora 11 (b).	71
Anexo G. Resultados caja de Petri replica 3, hora 0 (a), hora 11 (b).	72
Anexo H. Resultados caja de Petri replica 4, hora 0 (a), hora 11 (b).	73

## GLOSARIO

**BANDA DE CONDUCCION:** es el intervalo de energías electrónicas que, estando por encima de la banda de valencia, permite a los electrones sufrir aceleraciones por la presencia de un campo eléctrico externo y, por tanto, permite la presencia de corrientes eléctricas.

**BANDA DE VALENCIA:** está ocupada por los electrones de valencia de los átomos, es decir, aquellos electrones que se encuentran en la última capa o nivel energético de los átomos. Los electrones de valencia son los que forman los enlaces entre los átomos, pero no intervienen en la conducción eléctrica.

**BANDA PROHIBID:** es la diferencia de energía entre la parte superior de la banda de valencia y la parte inferior de la banda de conducción.

**BAND GAP:** banda ubicada entre la banda de valencia y conducción e indica la energía mínima que necesita un electrón para pasar de la banda de valencia a la de conducción en un semiconductor

**CATALIZADOR:** sustancia capaz de favorecer o acelerar una reacción química sin intervenir directamente en ella.

**DOPADO:** proceso mediante el cual se introducen impurezas en un semiconductor para cambiar sus propiedades electrónicas, esto ayuda a mejorar la eficiencia del fotocatalizador.

**DIFRACCIÓN DE RAYOS X:** método usado para identificar estructuras cristalinas o planos cristalinos dentro de un catalizador complejo por medio de la inducción de un haz de rayos X.

**ESPECTRO DE ABSORCION:** de una materia muestra la fracción de la radiación electromagnética incidente que un material absorbe dentro de un rango de frecuencias. Es, en cierto sentido, el opuesto de un espectro de emisión.

**ESPECTRO VISIBLE:** es la región del espectro electromagnético que el ojo humano es capaz de percibir. A la radiación electromagnética en este rango de longitudes de onda se le llama luz visible o simplemente luz.

**FOTOCATALISIS:** hace referencia a una reacción catalítica que involucra la absorción de luz por parte de un catalizador o sustrato.

**FOTODEGRADACION:** es la degradación de compuestos orgánicos, inorgánicos o bacterias por la absorción de luz UV o visible

**MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM):** método usado principalmente para examinar la topología de la superficie del catalizador y morfología de las partículas y los cristales.

**PRECURSOR:** es una sustancia necesaria para producir otra diferente mediante una reacción química.

**SEMICONDUCTOR:** tiene una resistencia apreciablemente más alta que la de los buenos conductores e inferior a la de los aisladores, la cual decrece al aumentar la temperatura.

**SUSPENSION:** una suspensión es una mezcla heterogénea formada por un sólido en polvo o por pequeñas partículas no solubles (fase dispersa) que se dispersan en un medio líquido (fase dispersante o dispersora).

## RESUMEN

En este proyecto de investigación se llevó a cabo la preparación de una mezcla de dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) con óxido de cobre ( $\text{CuO}$ ) y plata ( $\text{Ag}$ ). La elaboración de la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$  se hizo por el método de impregnación húmeda, la suspensión de esta mezcla fue realizada por medio del Ultra-turrax, la cual fue depositada en vidrio por el método de Spin Coating para formar las películas requeridas, que luego fueron modificadas nuevamente con Nitrato de Plata ( $\text{AgNO}_3$ ) para llegar a dicha modificación.

Para la prueba de funcionalidad de las películas se empleó Azul de Metileno como indicador de la degradación en el espectro visible. Se evaluó la eficiencia de la mezcla para la inactivación de *E.coli* mediante un reactor, donde se llevó a cabo la reacción en un tiempo de 9 horas, tomando muestras a la hora 0, 4 y 9, después de esto se realizó las diluciones correspondientes y se procedió a añadir esta dilución en las placas de conteo de coliformes Petrifilm, seguidamente se hizo el recuento del microorganismo mediante la técnica de recuento en placa.

La mejor degradación se obtuvo con la película modificada de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  depositada a 1000rpm, ya que redujo alrededor de 2 ppm en tan solo 60 minutos, mostrando la mejor adherencia, y homogeneidad de la suspensión depositada.

**Palabras clave.** Microorganismo, modificación, fotocatalisis,  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ , *E.coli*, inactivación, recuento en placa, ciclo de vida.



## INTRODUCCIÓN

Actualmente se sigue presentando la deficiencia de tratamientos para el agua potable, siendo una de las causas principales de enfermedades en la población colombiana, que se ha convertido en un reto para las administraciones municipales debido a que en éstos se muestra con más frecuencia la presencia de muertes de niños menores a 5 años a causa de la enfermedad diarreica aguda. Donde según la Organización Mundial de la Salud (OMS) esta enfermedad podría disminuir mediante el aumento de la disponibilidad de agua potable, el acceso a servicios de saneamiento además de educación para la salud. Colombia en el año 2016 reporto 17 casos mortales y 23.847 menores tenían esta enfermedad<sup>1</sup>. La contaminación en el país alcanza niveles del 100% de IRCA (índice de riesgo de la calidad de agua para consumo humano) en varios municipios del país como Tamalameque, Timbiquí Sitionuevo, entre otros.<sup>2</sup> Donde la principal causa de la enfermedad diarreica aguda es la presencia de la bacteria *E.coli*, esta bacteria se encuentra especialmente en el intestino de animales y humanos provocando hasta la muerte.

Para poder descontaminar el agua y disminuir las cifras de menores afectados por esta enfermedad (EDA), se han desarrollado muchas alternativas como lo es la fotocatalisis, para la inactivación de *E. coli*. El grupo Materiales Fotoactivos de la Universidad de América desarrolla una línea de investigación que trata de la modificación de materiales para la producción de mezclas con mayor actividad o mejores características, que degraden contaminantes en el agua y reaccionen con luz visible, y ha realizado varias investigaciones para la inactivación de dicha bacteria, donde se ha evaluado la temperatura de las películas de TiO<sub>2</sub>/Cu/Ag y su efecto antimicrobiano sobre *E.coli*.

En este caso se determinará el ciclo de vida de dichas películas expuestas a luz visible teniendo en cuenta variables como: temperatura y tiempo de calcinación, pH y cantidad del precursor, y de esta manera dar un paso adicional en la línea de investigación del grupo.

---

<sup>1</sup> CARACOL RADIO. Más de 23.000 niños en La Guajira padecen de enfermedades diarreicas. [en línea] Disponible en: ([http://caracol.com.co/emisora/2016/11/25/riohacha/1480074372\\_810264.html](http://caracol.com.co/emisora/2016/11/25/riohacha/1480074372_810264.html)).2016

<sup>2</sup> EL TIEMPO. ¿Sabe usted dónde se toma la mejor y la peor agua del país? [en línea]. Disponible en: (<http://www.eltiempo.com/multimedia/especiales/calidad-del-agua-en-colombia/16555634/1/>).2016

## OBJETIVOS

### OBJETIVO GENERAL

Determinar el ciclo de vida de las películas de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  y su efecto antimicrobiano sobre *E.coli* en luz visible.

### OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Elaborar las películas de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ .
- Caracterizar las películas de  $\text{TiO}_2$  modificadas con  $\text{CuO}/\text{Ag}$  estructuralmente por el método DRX y morfológicamente por medio del método SEM.
- Adecuar un fotorreactor para realizar la degradación de *E.coli*.
- Analizar la reducción de la bacteria *E.coli* procedente de la Fotocatálisis.

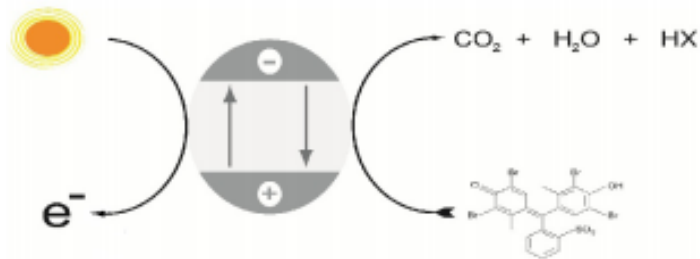
## 1. FUNDAMENTOS

### 1.1 FOTOCATALISIS HETEROGÉNEA

La fotocatalisis heterogénea es una de las tecnologías más relevantes que se usa para la eliminación de contaminantes tóxicos presentes en aguas residuales<sup>3</sup>. La gran cantidad de contaminantes que pueden ser removidos por medio de estos tratamientos y la posibilidad de utilizar radiación solar, hacen que la fotocatalisis heterogénea se convierta en un gran potencial para un futuro sostenible.

Esta técnica se basa en una reacción fotoquímica que transforma la energía solar en energía química sobre la superficie de un semiconductor (sólido en suspensión acuosa o gaseosa) que actúa como catalizador y absorbe de manera directa o indirecta fotones de luz, visible o UV, como se muestra en la figura 1. Este proceso avanzado de oxidación se define como la aceleración de una fotorreacción mediante un catalizador, el cual después de ser activado por la absorción de la luz, acelera el proceso e interacciona con la sustancia contaminante por medio de su estado excitado o la aparición de electrón-hueco.<sup>4</sup>

**Figura 1.** Proceso de fotocatalisis heterogénea.



Fuente: GUARÍN, Carolay. MERA, Adriana. Fotocatalisis heterogénea con  $TiO_2$  para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. 2011, vol.10, p. 81

De acuerdo a la figura 1 la fotocatalisis heterogénea puede llevarse a cabo en cinco pasos:

1. Transferencia de los compuestos a la superficie.
2. Adsorción de los reactivos.

<sup>3</sup> GUARÍN, Carolay. MERA, Adriana. Fotocatalisis heterogénea con  $TiO_2$  para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. Revista Ingenierías Universidad de Medellín 2011, vol. 10, p.81

<sup>4</sup> GUARÍN, Carolay. MERA, Adriana. Fotocatalisis heterogénea con  $TiO_2$  para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. Revista Ingenierías Universidad de Medellín 2011, vol.10, p. 81

3. Reacción en la fase adsorbida.
4. Desorción de los productos.
5. Remoción de los productos de la región interfacial.<sup>5</sup>

## 1.2 FOTOCATALISIS AMBIENTAL

La fotocatalisis actualmente tiene un concepto de construcción sostenible en cuanto al impacto ambiental, ya que al igual que la fotosíntesis elimina CO<sub>2</sub> gracias a la luz solar que genera materia orgánica que elimina contaminantes que pueden estar presentes en aguas.

La degradación progresiva de dichos contaminantes constituye en la actualidad uno de los principales problemas medioambientales, por tanto, es necesario la implementación de tratamientos alternativos para lograr este objetivo. No solo esta nueva tecnología cumple la función de descontaminante en el agua, también es aplicada en pavimentos, fachadas, cubiertas y otros elementos urbanos con el fin de reducir los costos de mantenimiento y limpieza, ya que esto hace que no se acumule la suciedad en la superficie, reduciendo de igual forma los malos olores debido a su carácter anti-bacteriano y aromático.<sup>6</sup>

## 1.3 SEMICONDUCTORES

Los semiconductores tienen una conductividad eléctrica menor a la de un conductor metálico, pero mayor a la de un buen aislante, cuya varía dependiendo de factores como el campo magnético o eléctrico, radiación incidente, temperatura y presión.

Los semiconductores contienen una amplia clase de materiales, cuya conductividad eléctrica aumenta con la temperatura y es significativamente menor que la de los metales. Los semiconductores que se emplean en fotocatalisis son sólidos donde los átomos constituyen una red tridimensional infinita, donde se encuentran solapados los orbitales atómicos, esto facilita que se formen estados electrónicos permitidos y no permitidos como bandas<sup>7</sup>.

---

<sup>5</sup> Jean-Marie Hermann, Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants. En: Catalysis today 53 (1999) p. 115-119

<sup>6</sup> Remtavares, Fundación para el conocimiento Madrid, Fotocatalisis Heterogénea: una técnica alternativa para el tratamiento de aguas contaminadas, 18, abril, 2011

<sup>7</sup> Moreno David, Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO<sub>2</sub>/CuOx mediante la degradación de azul de metileno, Universidad de América. 2015

## 1.4 DIÓXIDO DE TITANIO (TiO<sub>2</sub>)

Como se ha mencionado anteriormente en la fotocatalisis heterogénea se emplean semiconductores sólidos en suspensión acuosa o gaseosa como: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnO y el más ampliamente utilizado TiO<sub>2</sub> Degussa p25 en forma de anatasa 99% y en forma de rutilo 1% ya que presenta mejor eficiencia fotocatalítica, es muy abundante en el planeta tierra, no es tóxico, es estable en soluciones acuosa y no es costoso; se puede encontrar en algunos alimentos, como blanqueante o cremas solares ya que absorbe luz UV. Sin embargo, el TiO<sub>2</sub> solo puede trabajar bajo luz ultravioleta porque posee una onda menor a 388nm y band gap de 3.2 eV,<sup>8</sup> como se muestra en la figura 2

La fotocatalisis heterogénea del dióxido de titanio tiene una amplia gama de aplicaciones como la producción de la energía eléctrica electrolizando el agua, la prevención de la maduración eliminando el etano, tratamiento de aire y tratamientos de aguas ya que el TiO<sub>2</sub> elimina todo tipo de contaminantes por lo que solo con dióxido de titanio se puede alcanzar una completa mineralización del agua

Algunos parámetros que influyen en el proceso de fotocatalisis con TiO<sub>2</sub> son:

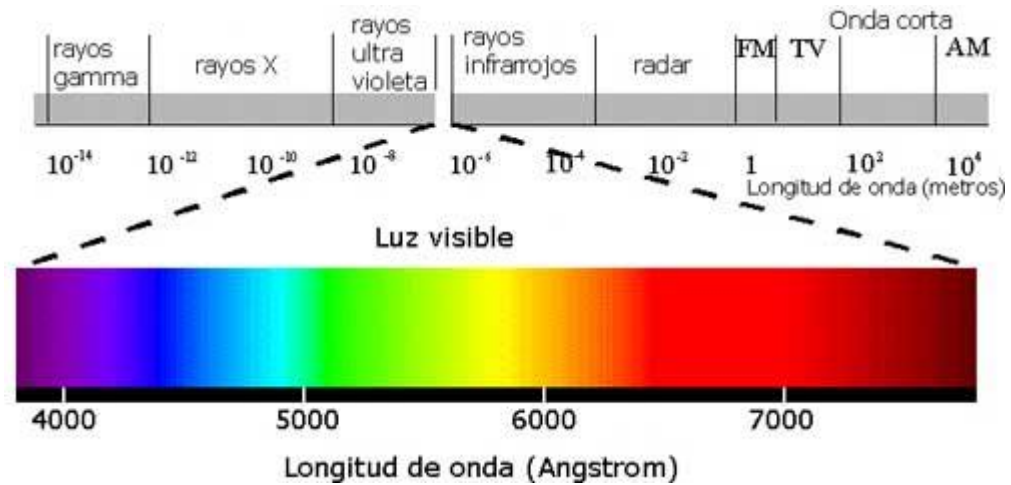
- Longitud de onda e intensidad de la luz.
- El catalizador.
- Temperatura y pH.
- Efecto del oxígeno.
- Concentración inicial del contaminante.
- Calidad del agua a tratar<sup>9</sup>.

---

<sup>8</sup> YADAV, Hemraj M., et al. Preparation and characterization of copper-doped anatase TiO<sub>2</sub> nanoparticles with visible light photocatalytic antibacterial activity. En: Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 2014, vol. 280, p. 32-38

<sup>9</sup> GARCES, Luis. MEJIA, Edwin. SANTAMARIA, Jorge. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Revista lasallista de investigación, vol. 1, no. 1 p. 87-88

**Figura 2.** Espectro electromagnético.



Fuente: Espectro electromagnético [en línea] Disponible en internet: [https://www.google.com.co/search?q=espectro+electromagnetico&source=Inms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwiNyoObr8HbAhXtqFkKHa2dBkwQ\\_AUICigB&biw=1366&bih=613#imgc=7Axhq0U9j\\_5GZM](https://www.google.com.co/search?q=espectro+electromagnetico&source=Inms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwiNyoObr8HbAhXtqFkKHa2dBkwQ_AUICigB&biw=1366&bih=613#imgc=7Axhq0U9j_5GZM)

**1.4.1 Dióxido de titanio modificado.** El dióxido de titanio es un compuesto químico con amplia gama de aplicaciones, que al ser modificado su estructura molecular se convierte en un nanocompuesto con nuevas propiedades como lo es la absorción en luz visible, dejando de lado el uso de luz UV. El TiO<sub>2</sub> puede ser modificado con metales nobles como Rh, Pt, Ni, Ag y Au.<sup>10</sup> Es posible también la sensibilización del colorante que consiste en depositar éstos sobre la superficie del semiconductor.<sup>11</sup> El dióxido de titanio puro funciona como fotocatalizador eficiente bajo luz UV y no exhiben actividad fotocatalítica en la región espectral visible, es por esto que se ve obligado a ser modificado.

**1.4.1.1 Dióxido de Titanio modificado con Plata.** El Dióxido de Titanio es un catalizador de fotodegradación eficaz, pero posee la desventaja que es inactivo en luz visible debido a su espacio de banda ancha (3,2 eV ~ 380nm).<sup>12</sup> En datos reportados se encontró que el TiO<sub>2</sub> dopado con nanopartículas de plata tiene una mayor absorción en el rango de la región visible (400nm), ya que la plata

<sup>10</sup> Moreno David, Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO<sub>2</sub>/CuOx mediante la degradación de azul de metileno, Universidad de América. 2013  
oreno, Op., Cit., p. 4-5

<sup>11</sup> CHAVEZ, Miguel. Evaluación del efecto de la concentración del óxido de cobre en mezclas con dióxido de titanio sobre la actividad microbicida en presencia de luz visible, Universidad América. 2014

<sup>12</sup> CANDAL, Roberto J, Bilmes Sara A. y Blesa Miguel A. Semiconductores con actividad fotocatalítica. Capítulo 4.

no se encuentra presente en toda la superficie del catalizador si fuera así inhibiría la actividad fotocatalítica.

Ventajas de la modificación de Dióxido de Titanio con nanopartículas de la plata:

- Mejora en las propiedades eléctricas y catalíticas.
- Funciona de manera efectiva como agente antimicrobial contra bacterias y virus.
- Mejora de manera significativa la fotocatalisis con la radiación solar.
- Tiene mayor absorción en la región visible.

**1.4.1.2 Nanopartículas de Plata como agente antimicrobiano.** Partiendo del siglo XVII las nanopartículas de plata son utilizadas principalmente para la desinfección del agua, también se utilizan como producto medicinal ejemplo: la solución de nitrato de plata para uso en gotas oculares. Son materiales nanoestructurados cuya base son las sales de plata.<sup>13</sup>

En la década de 1920 la (FDA) de los estados unidos aprueba soluciones de plata iónica como agentes antibacterianos, actualmente ésta combinada con polímeros como quitosan y polisacárido catiónico se usa para vendajes y como potenciador en la actividad antimicrobiana, además de su gran ayuda en tratamientos para quemaduras, cicatrizaciones y heridas.<sup>14</sup>

Los mecanismos de acción microbicidas de las nanopartículas de plata dependen del tamaño, las que miden hasta 80nm pueden penetrar la membrana interior y exterior, mientras las que poseen un diámetro menor a 10nm ocasionan una fuga citoplasmática dado por la formación de poros sobre la pared bacteriana.<sup>15</sup> De esta manera el mecanismo acción de las Np-Ag sobre la bacteria es debido a una atracción electrostática entre la carga negativa de las células bacterianas y la carga positiva de las Np-Ag. Éstas se unen principalmente a la superficie de la membrana celular, interfiriendo en sus actividades principales como: permeabilidad celular y funciones respiratorias de la célula. La bacteria pierde la capacidad de replicación de su ADN y las proteínas celulares se inactivan.<sup>16</sup>

---

<sup>13</sup> CASTELLANO JJ, Shafii SM, Ko F, Donate G, Wright TE, Mannari RJ, Comparative evaluation of silver containing antimicrobial dressings and drugs. *Int Wound J* 2007.

<sup>14</sup> CARDOSO, Patricia. Nanopartículas de plata: obtención, utilización como antimicrobiano e impacto en el área de la salud. *Rev. Hosp. Niños (B. Aires)*. 2016, p. 20-23.

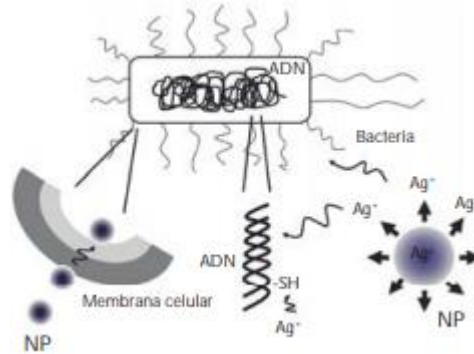
<sup>15</sup> CARDOSO, Patricia. Nanopartículas de plata: obtención, utilización como antimicrobiano e impacto en el área de la salud. *Rev. Hosp. Niños (B. Aires)*. 2016, p. 24-25.

<sup>16</sup> GUADARRAMA, Sarai. Efecto antibacteriano de las nanopartículas de plata versus clorhexidina sobre streptococcus mutans y lasctobacillus casei, Universidad Autónoma del estado de México. 2013

### 1.4.1.3 Mecanismos de acción antibacteriana de las Np-Ag:

1. El material estabilizante y las Np-Ag desestabilizan la membrana bacteriana, y con esto alteran su permeabilidad provocando un daño irreversible.
  2. Las Np-Ag se internalizan en la bacteria con facilidad debido a su tamaño diminuto.
  3. Las Np-Ag en su trayecto van liberando iones de plata que funcionan como reservorio del agente bactericida alterando el citoplasma.
  4. Los iones de plata se enlazan con grupos sulfhídricos de biomoléculas y con compuestos fosforosulfurados como el ADN inactivando a la bacteria.<sup>17</sup>
- Este mecanismo se ve muestra en la figura 3.

**Figura 3.** Mecanismos de acción antibacteriana de Np-Ag.



Fuente: GÓMEZ, Gerardo.  
Nanopartículas de plata: para su obtención, caracterización y actividad biológica.2013, vol. 2, p.21.

## 1.5 MÉTODOS DE PREPARACION DE LA MEZCLA TiO<sub>2</sub>/CuO

**1.5.1 impregnación húmeda.** El método de impregnación, es un procedimiento económico y el más fácil de hacer catalizadores soportados; esta modificación se realizó por medio del método de impregnación húmeda, donde el volumen de poro del soporte se satura con solvente, usualmente agua antes de la impregnación y el soluto se transfiere hacia el interior de los poros solamente por medio de difusión.

Este proceso de impregnación se realiza en 3 etapas:

- La primera etapa consiste en el contacto del soporte con la solución imprégnate por un determinado tiempo.

<sup>17</sup> GÓMEZ, Gerardo. Nanopartículas de plata: para su obtención, caracterización y actividad biológica.2013, vol. 2, p.21-22



- La segunda etapa tiene como fin el secado del soporte para remover el líquido que permanece en el interior de los poros.
- Por último, la tercera etapa se denomina activación del catalizador por calcinación, reducción u otro tratamiento.<sup>18</sup>

## 1.6 ELABORACIÓN DE PELÍCULAS

Cuando se realiza un proceso fotocatalítico en donde interviene un proceso de degradación de contaminantes usando como agente descontaminante  $\text{TiO}_2$  suspendido en el medio se presenta un problema de eliminación del agente que actúa como descontaminante, puesto que, al ser un material muy pequeño, los procesos que intervienen como la filtración y separación convencionales no tienen un rango óptimo para eliminar en su totalidad el  $\text{TiO}_2$ .

Como solución a este problema el  $\text{TiO}_2$  es soportado sobre un sustrato, usualmente vidrio, para utilizar las grandes propiedades del descontaminante sin problemas de depuración de éste. Para la deposición de material se utilizan diferentes métodos como<sup>19</sup>:

**1.6.1 Spin Coating.** Es una técnica utilizada desde hace mucho tiempo en la ciencia moderna como la ingeniería, que tiene como fin la aplicación de recubrimientos de capa delgada. En este proceso se pone una pequeña cantidad de suspensión en el centro del vidrio y posteriormente se somete a altas RPM para lograr que la aceleración centrípeta provoque que la suspensión se distribuya por toda la superficie llegando hasta los bordes del vidrio.<sup>20</sup>El equipo utilizado para este proceso se puede evidenciar en la figura 4.

---

<sup>18</sup> Preparación de catalizadores sólidos: [en línea] Disponible en: [http://www.bdigital.unal.edu.co/43138/24/9587012070\\_Parte%204.pdf](http://www.bdigital.unal.edu.co/43138/24/9587012070_Parte%204.pdf)

<sup>19</sup> BOLAÑOS, David. TRIANA, Nicolás. Evaluación del efecto de la temperatura de calcinación sobre mezcla de  $\text{TiO}_2/\text{CuOx}$  para la inactivación fotocatalítica de *E.coli* en presencia de luz visible, Universidad de América. 2014

<sup>20</sup> HERNANDEZ, Christian. Evaluación de distintas técnicas de deposición de recubrimientos sol-gel en aleaciones de aluminio. Universidad Nacional Autónoma de México. 2014

**Figura 4.** Spin Coating.



Fuente: elaboración propia.

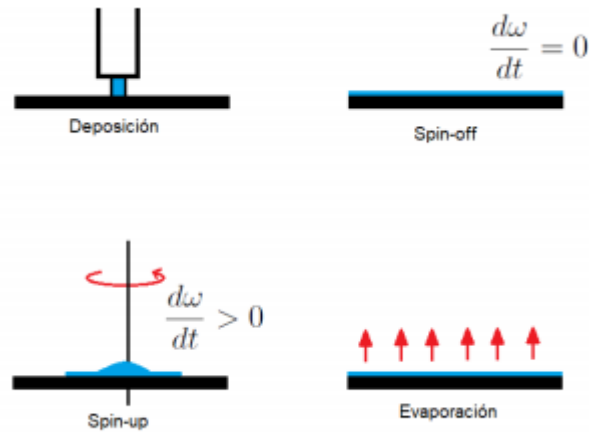
Etapas del proceso de spin coating:

- Deposición: consiste en verter la suspensión sobre el sustrato del spin coater y acelerarlo hasta que se alcance una velocidad de giro seleccionado.
- Spin up: es la etapa que comprende desde la deposición hasta que el sustrato alcanza el giro a la velocidad de rotación deseada, es decir es el proceso de aceleración.
- Spin off: esta etapa abarca la parte del proceso donde ya se ha alcanzado la velocidad de giro deseada y el sustrato se encuentra rotando de forma constante.
- Evaporación: también se conoce como secado es debido a la pérdida por evaporación del solvente<sup>21</sup>. Las siguientes etapas se muestran en la figura 5.

---

<sup>21</sup> LOPEZ, Raquel. Desarrollo de un sistema de spin coating mediante tecnología Arduino. Universidad de Cantabria. 2017

**Figura 5.** Etapas del proceso Spin Coating.



Fuente: LOPEZ, Raquel. Desarrollo de un sistema de spin coating mediante tecnología Arduino. Universidad de Cantabria. 2017

**1.6.2 Doctor Blade.** Este método consiste en depositar una cierta cantidad de la suspensión sobre el vidrio soportado, en la cual se delimita exactamente un grosor constante de la disolución depositada a lo largo de toda la superficie, barriendo con una espátula o cuchilla de precisión.

## 1.7 DESINFECCION CON FOTOCATALISIS

La desinfección cumple un papel muy grande dentro del tratamiento de agua, independientemente de su fuente. A partir de ella se busca la eliminación de microorganismos existentes que puedan provocar enfermedades. Algunos estudios realizados por la (OMS) han detectado altos niveles de coliformes totales y coliformes fecales en agua lluvia, lo que hace necesario la búsqueda de nuevos procesos de tratamiento que sirvan como una alternativa de desinfección.<sup>22</sup>

Actualmente la fotocatalisis heterogénea con  $\text{TiO}_2$  parece ser esa alternativa eficaz a la cloración en la desinfección de aguas por ser económica, limpia y permitir el uso de luz solar para llevar a cabo el proceso.<sup>23</sup> La fotocatalisis heterogénea cumple con las características necesarias para realizar la

<sup>22</sup> SALSONA, J. MENDEZ J.P. Desinfección del agua. Lima, Perú: Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente (OPS). 2002

<sup>23</sup> SAUTHIER, G. Preparación y caracterización de capas delgadas y estructuras de óxido de titanio para aplicaciones fotovoltaicas activadas mediante radiación UV o visible. Universidad Autónoma de Barcelona. 2012

desinfección solar, partiendo de la absorción de longitudes de onda inferiores a 400nm en presencia de un catalizador. Este mecanismo de desinfección se basa en un fenómeno físico por el cual las ondas cortas de la radiación ultravioleta producen una división entre la pared de la célula y la membrana de los microorganismos, con el fin de deteriorar su membrana celular e inhibir su reproducción.<sup>24</sup>

## **1.8 SEGUIMIENTO DE DEGRADACION**

Para verificar la degradación es necesario realizar un proceso de foto degradación con el fin de comprobar la efectividad de las películas depositadas y su correcto funcionamiento para la inactivación microbiana. Para ello se utiliza el azul de metileno ya que es el colorante más usado, puesto que su composición presenta diferentes estructuras químicas, lo que le brinda la característica de ser un indicador en la degradación.

## **1.9 ANALISIS MICROBIOLÓGICO**

El análisis microbiológico es necesario en este proyecto de grado para determinar los caracteres biológicos del proceso con el fin de asegurar la calidad del mismo y poder llevar a cabo un protocolo microbiológico adecuado, es por esto que se requiere conocer un conjunto de definiciones necesarias para poder llevar a cabo este análisis.

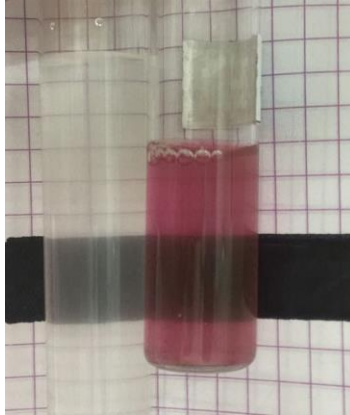
**1.8.1 Estándar de Mc Farland.** En microbiología los estándares de McFarland son usados como una referencia para ajustar la turbidez de la suspensión bacteriana. Como se muestra en la figura 6. El patrón 0,5 de McFarland tiene una aplicación especial en la preparación de inóculos bacterianos para la realización de pruebas de sensibilidad antimicrobiana. Para esto se toma una muestra de la bacteria y se inocula en un tubo con solución salina, en el momento que se produce un poco de turbidez ya se encuentra en el 0,5 (forma visual).<sup>25</sup>

---

<sup>24</sup> QUINTERO, Angie. VARGAS, Camilo. SANABRIA, Juan. Evaluación de un sistema de fotocátalisis heterogénea y pasteurización para desinfección de aguas lluvias.

<sup>25</sup> VALLEJO, Mayra. Escala McFarland. Universidad Central del Ecuador.2012

**Figura 6.** Comparación Patrón de McFarland con la solución preparada



Fuente: elaboración propia.

**1.8.2 *Escherichia coli*.** Es un bacilo gram negativo, anaerobio facultativo de la familia Enterobacteriaceae, capaz de desarrollarse en presencia de sales u otros agentes (tensoactivos) que tengan propiedades similares e inhibitorias del crecimiento y que son capaces de fermentar la lactosa a temperaturas de  $35^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , con producción de ácido, gas y aldehído en un lapso de 18 a 48 horas,<sup>26</sup> y se puede observar en la figura 7. Esta bacteria coloniza el intestino del hombre pocas horas después del nacimiento y se le considera un microorganismo de flora normal, pero hay cepas que pueden ser patógenas y causar daño produciendo diferentes cuadros clínicos entre ellos diarrea.<sup>27</sup>

---

<sup>26</sup> NAVARRO, María. Determinación de *Escherichia coli* y coliformes totales en agua por el método de filtración por membrana en agar chromocult. 2007, p. 3.

<sup>27</sup> RODRIGUEZ, Guadalupe. Principales características y diagnóstico de los grupos patógenos de *Escherichia coli*. Artículo de revisión. 2002, vol.44, p. 465.

**Figura 7. Bacteria *E.coli*.**



Fuente: elaboración propia.

**1.8.2.1 *E.coli* en el agua.** La presencia de esta bacteria en el agua indica una fuerte contaminación de aguas residuales o contaminación de residuos de animales, algunos estudios han demostrado que las concentraciones de *E.coli* son el mejor indicador de enfermedades gastrointestinales. En la tabla 1 se puede evidenciar el nivel de *E.coli* permitido en diferentes clases de agua. Las fuentes de contaminación fecales de humanos y animales representan un grave riesgo para la salud debido a la alta probabilidad de la existencia de agentes patógenos en los residuos fecales, la presencia de esta bacteria también puede ser indicativo de la contaminación con otras bacterias, virus o protozoos.<sup>28</sup>

**Tabla 1.** Niveles de *E.coli* permitidos para los diferentes tipos de agua (ADEQ, 2010 and EPA, 2009)

Propósito	Nivel de <i>E. coli</i>
Agua Potable	Cero
Aguas Superficiales con Contacto Corporal Completo (natación)	235 ufc/100 mL
Aguas Superficiales con Contacto Corporal Parcial (pesca, paseo en embarcaciones, etc...)	575 ufc/100 mL
Aguas Residuales (riego o descarga)	< 2.2 ufc/100 mL < 1.0 ufc/100 mL

Fuente. The University of Arizona. La calidad del agua, *E.coli* y su salud. Collage of Agriculture and Life Sciences.2014, p. 3.

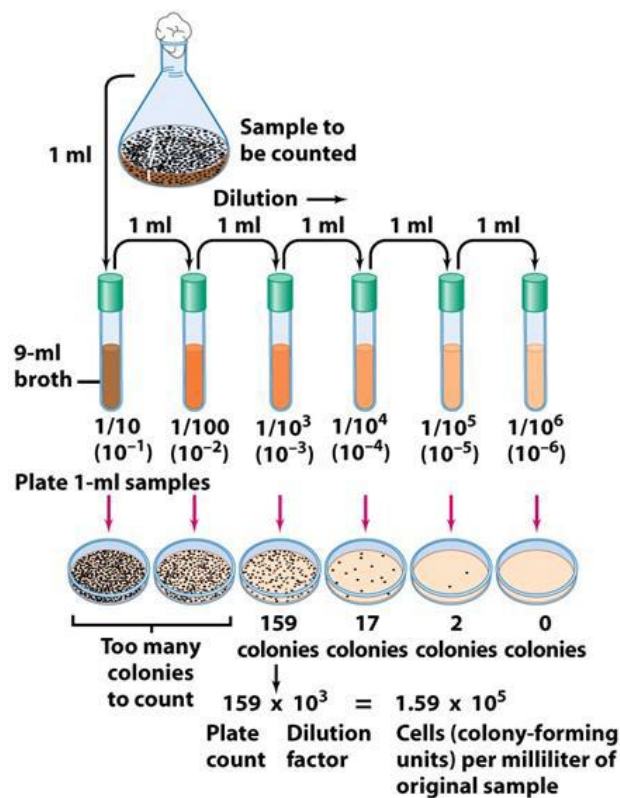
**1.8.3 Recuento en placa.** En recuento en placa es el método más utilizado para la determinación del número de unidades formadoras de colonias. Los recuentos de

<sup>28</sup> The University of Arizona. La calidad del agua, *E.coli* y su salud. Collage of Agriculture and Life Sciences.2014, p. 3.

microorganismos viables se basan en el número de colonias que se desarrollan en placas previamente inoculadas con unas condiciones ambientales determinadas. Estos recuentos no pueden considerarse como recuentos totales ya que solo son susceptibles del contaje aquellos microorganismos capaces de crecer en las condiciones establecidas.<sup>29</sup>

Primero se debe sembrar la bacteria, para ello se prepara una solución salina con el inóculo a un volumen de 4.5 mL, que pasa a ser diluido en diferentes tubos de ensayo para disminuir la concentración de la bacteria como se muestra en la figura 8, se toman los últimos tubos de las diluciones, para ser sembrados en cajas Petri o en placas de conteo de coliformes Petrifilm.

**Figura 8.** Dilución de las muestras.



Fuente. Serial dilution and pour and spread plate, Serial dilution methodology. [en línea] Disponible en: <http://nptel.ac.in/courses/102103015/module5/lec1/5.html>

<sup>29</sup> CANO, Sara. Métodos de análisis microbiológico, normas ISO, UNE. ANALIZA CALIDAD - Departamento de formación.2006, p. 12.

**1.8.3.1 Placas de conteo de coliformes Petrifilm de 3M.** Las placas Petrifilm de 3M proporcionan una alternativa significativamente más sostenible que las pruebas de agar tradicionales para la prueba de indicadores cuantitativos microbianos de alimentos y bebidas. La placa de conteo de coliformes Petrifilm de 3M es un sistema de medio de cultivo listo para muestras que contiene nutrientes de violeta rojo biliar, estas placas proporcionan información total de conteo de coliformes con resultados confirmados en solo 24 horas.<sup>30</sup>un ejemplo de estas placas de conteo se encuentra en la figura 9.

Pasos para el uso de placas Petrifilm.

1. Inocular: levante la película superior y agregue la muestra.
2. Incubar: el diseño de ahorro de espacio minimiza los requisitos de espacio de la incubadora, hay que tener en cuenta la temperatura óptima para su crecimiento.
3. Contar: cuenta las colonias.

**Figura 9.** Placas de conteo de coliformes Petrifilm de 3M.



Fuente. Placas de conteo de coliformes Petrifilm de 3M. [en línea]. Disponible en: [https://www.google.com.co/search?q=petrifilm+coliform+count+plate&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjmqOttszbAhVRt1MKHd\\_EA6QQ\\_AUICigB&biw=1366&bih=662#imgrc=YULvFMArhg3JcM](https://www.google.com.co/search?q=petrifilm+coliform+count+plate&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjmqOttszbAhVRt1MKHd_EA6QQ_AUICigB&biw=1366&bih=662#imgrc=YULvFMArhg3JcM):

<sup>30</sup> Placas de conteo de coliformes Petrifilm de 3M. [En línea]. Disponible en: [https://www.3m.com/3M/en\\_US/company-us/all-3m-products/~-/COLIFOR-3M-Petrifilm-Coliform-Count-Plates/?N=5002385+3293785161&rt=rud](https://www.3m.com/3M/en_US/company-us/all-3m-products/~-/COLIFOR-3M-Petrifilm-Coliform-Count-Plates/?N=5002385+3293785161&rt=rud)



## 1.10 ANALISIS DEL CICLO DE VIDA

El análisis de ciclo de vida es la metodología que se utiliza actualmente para evaluar la carga o el uso medioambiental que se le puede dar a un producto, proceso o actividad en todo su ciclo de vida. Pretende evaluar los potenciales impactos ambientales causados durante todas las etapas, desde la extracción de las materias primas hasta su residuo final.<sup>31</sup>

El análisis de ciclo de vida constituye de esta forma una herramienta medioambiental útil en el diseño de soluciones alternativas, que busquen la reducción de impactos potenciales y se orienten hacia la búsqueda de un desarrollo sostenible. Para este proyecto de grado se analiza el ciclo de vida como la herramienta que permite saber la cantidad de usos que se le pueden dar a la película modificada para la inactivación de *E.coli*.<sup>32</sup>

---

<sup>31</sup> PEREZ, Maria. Analisis e identificación de los impactos ambientales de un equipo eléctrico y electrónico durante su ciclo de vida. Aplicación a una aspiradora doméstica. 2013, p. 32.

<sup>32</sup> PEREZ, Maria. Analisis e identificación de los impactos ambientales de un equipo eléctrico y electrónico durante su ciclo de vida. Aplicación a una aspiradora doméstica. 2013, p. 38.

## 2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 2.1 PROTOCOLO LAVADO DE VIDRIOS

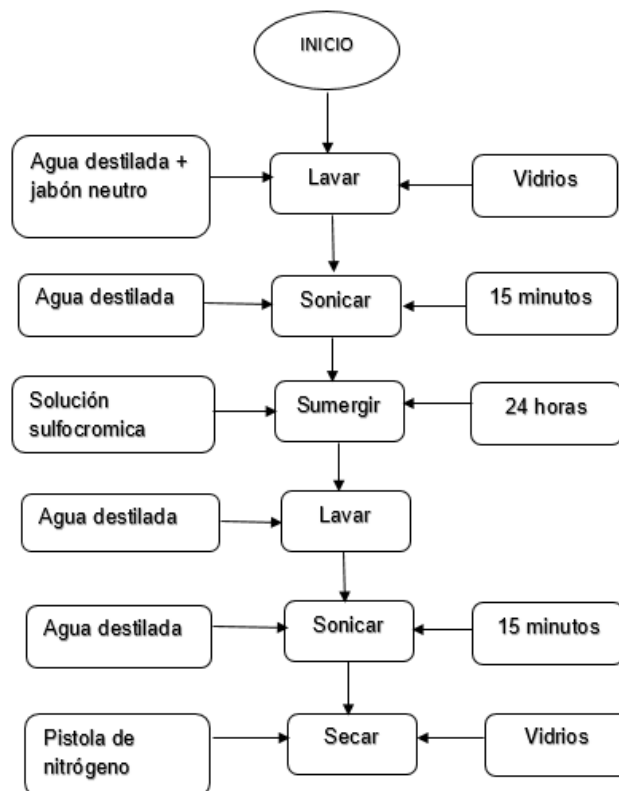
El protocolo de lavado de vidrios es una parte fundamental para el desarrollo experimental del presente proyecto de grado, ya que se debe obtener un vidrio totalmente limpio para la buena adherencia de la mezcla y así lograr una película soportada. Los reactivos utilizados en este protocolo de vidrios se muestran en el cuadro 1, seguido del protocolo escogido para el desarrollo del mismo que se encuentra en la figura 10.

**Cuadro 1.** Reactivos empleados para el lavado de vidrios.

Reactivos	Descripción
<b>Detergente neutro</b>	No contiene fosfatos, con emulsificantes y detergentes no iónicos concentrados.
<b>Agua desionizada</b>	Quita los residuos de los reactivos, mejorando la limpieza del vidrio.
<b>Solución sulfocrómica</b>	Es una solución para limpieza profunda del vidrio sobre todo cuando tiene grasa o productos orgánicos.

Fuente: elaboración propia.

**Figura 10.** Protocolo de lavado de vidrios.



Fuente: elaboración propia.

## 2.2 REACTIVOS EMPLEADOS PARA LA ELABORACIÓN DE LA MEZCLA

Para la elaboración de la mezcla de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag es necesario la implementación de los reactivos que se muestran a continuación en el cuadro 2.

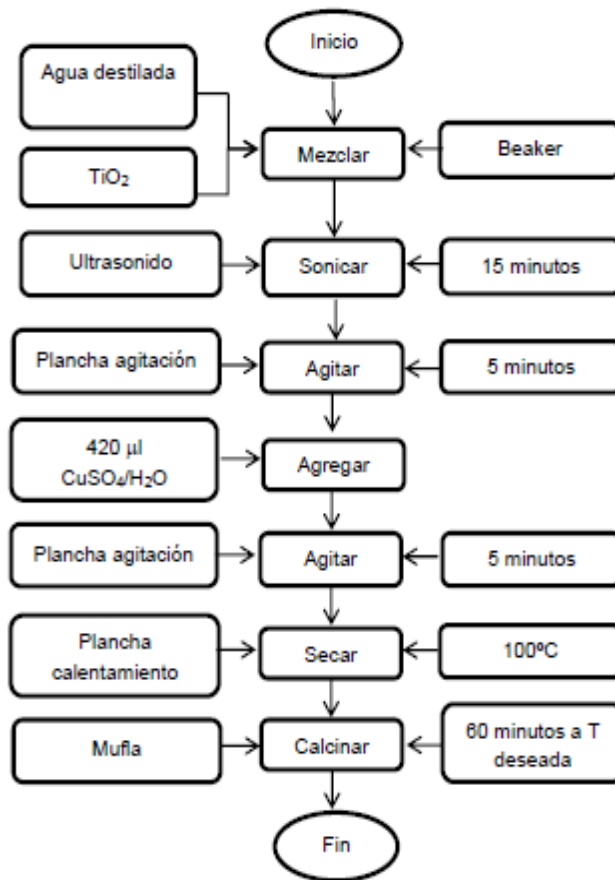
**Cuadro 2.** Reactivos empleados para la elaboración y activación de la mezcla.

Reactivos	Descripción
Dióxido de Titanio (Degussa P 25)	Elaborado por la empresa Sachtleben.
Sulfato de cobre	Precursor del óxido de cobre de apariencia más clara que el nitrato de cobre.
Nitrato de plata	Para la modificación del dióxido de titanio se usó nitrato de plata en forma de cristales de color blanco, como precursor de plata

Fuente: elaboración propia.

**2.2.1 Método de impregnación húmeda.** Como anteriormente descrito este método es el encargado de la modificación del  $\text{TiO}_2$  con el  $\text{CuO}$ , donde surge una relación entre la actividad fotocatalítica y la cantidad de óxido de cobre depositado sobre el  $\text{TiO}_2$ . Para realizar el cubrimiento de la película se utilizó la cantidad de precursor de óxido de cobre que genera un mejor porcentaje de degradación. Para observar con mayor detalle la cantidad de precursor de cobre utilizado en la elaboración de la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$  ver (Anexo 3). A continuación, se muestra en la figura 11 el proceso utilizado para la impregnación húmeda

**Figura 11.** Protocolo impregnación húmeda.



Fuente: elaboración propia.

## 2.3 PROTOCOLO DE SUSPENSIÓN DE LA MEZCLA

Después de la etapa de impregnación y activación de la mezcla se procede a realizar la suspensión de la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$  que luego será depositada, esta suspensión se realizó por 3 diferentes equipos que se muestran en el cuadro 3.

**Cuadro 3.** Equipos para realizar la suspensión.

Equipo	Reactivos
Ultraturrax	Isopropanol 15 mL Modificación 5 g Etilenglicol 3 ml
Mixer	Isopropanol 15 mL Modificación 5 g Etilenglicol 3 mL
Mortero	Isopropanol 15 mL Modificación 5 g Etilenglicol 3 mL

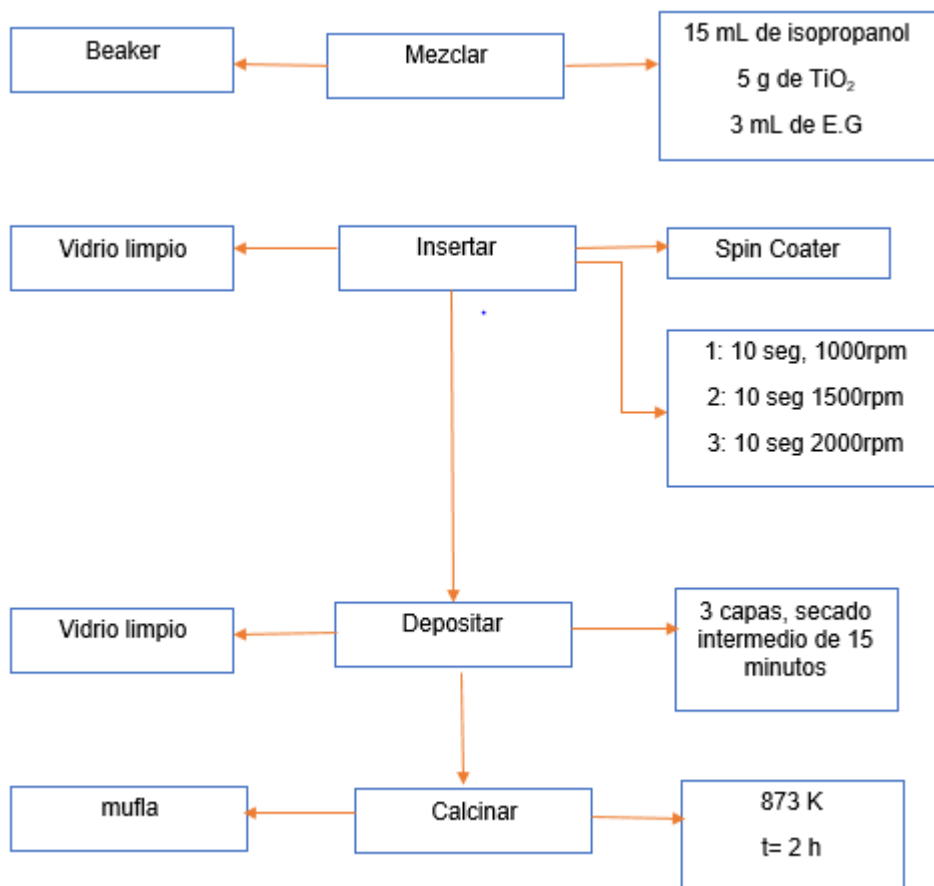
Fuente: elaboración propia.

**2.3.1 Deposición de la mezcla.** la deposición de la mezcla se lleva a cabo por medio de los dos métodos dichos anteriormente (Spin coating y Doctor Blade), que son comparados para así seleccionar el mejor método.

En la deposición por medio de Spin Coater se ubica el sustrato limpio, el cual es fijado por medio de vacío, y se aplican 3 capas de la suspensión con un secado intermedio. El equipo es programado en 3 diferentes revoluciones (1000rpm, 1500rpm y 2000rpm) con una duración de 10s por cada capa.

En la deposición hecha por el método de Doctor Blade se fija el sustrato limpio, y se añaden cierta cantidad de gotas de la suspensión que luego son esparcidas totalmente sobre la superficie del vidrio hasta lograr homogeneidad total. Por ultimo las películas obtenidas mediante los dos procesos son calcinas a  $600^\circ\text{C}$  durante 2 horas. El protocolo que se llevó a cabo para la deposición de la mezcla se aprecia en la figura 12.

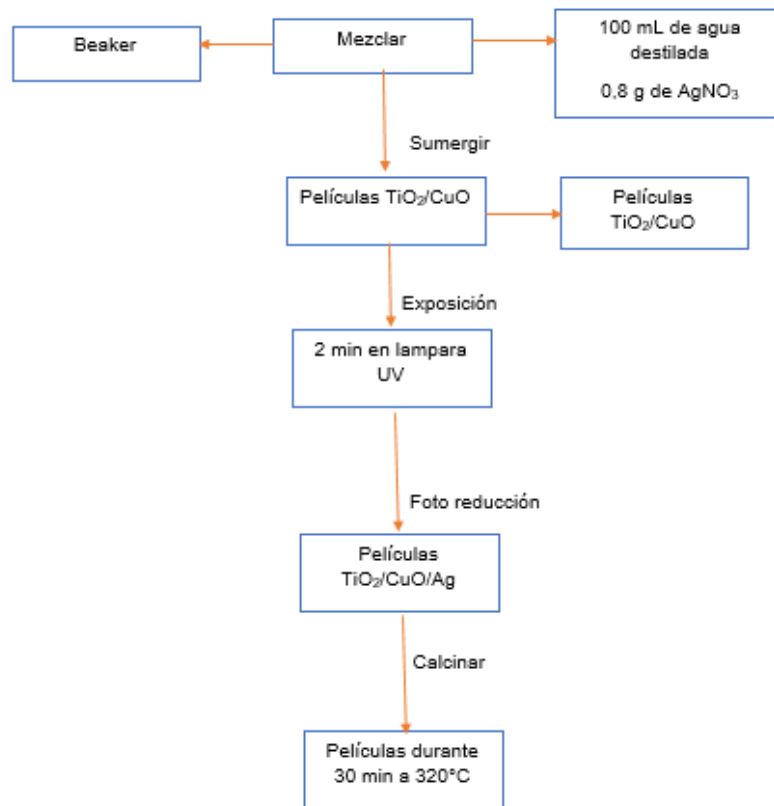
**Figura 12.** Protocolo de deposición de la mezcla TiO<sub>2</sub>/CuO por el método Spin Coating.



Fuente: elaboración propia.

**2.3.2 Modificación de las películas TiO<sub>2</sub>/CuO con plata.** El proceso de modificación con plata de las películas se describe a continuación en la figura 13, y en el anexo 4 se encuentra los cálculos para llegar a la cantidad de precursor de plata adecuado.

**Figura 13.** Modificación de las películas  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$  con plata.



Fuente: elaboración propia.

## 2.4 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DE PELICULAS $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$

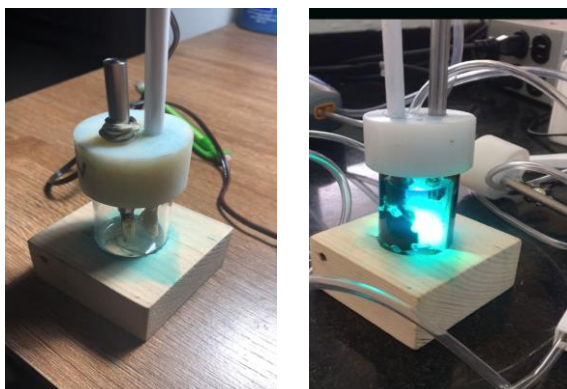
Para determinar la correcta actividad foto degradativa de las películas elaboradas con la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  es necesario hacer una prueba de estas en Azul de Metileno (A.M), como se explicó anteriormente en el seguimiento de degradación, este protocolo se puede observar en la figura 15. El sistema de reacción está compuesto por un reactor, un LED, una bomba y una película  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/$  como se describe a continuación en el cuadro 4 y se puede evidenciar en la figura 14.

**Cuadro 4.** Materiales empleados en la degradación de Azul de Metileno.

Materiales	Descripción
LED'S	LED'S de 3W, emisores de luz UV Y visible.
Reactor	Reactores de vidrio de 30 mL de capacidad, con una tapa hecha en nylon, donde se soporta el LED, la manguera de la bomba y la porta película.
Bomba de aire	Bombas de marca Power que sirven para agitar constantemente la solución y suministrar aire en el reactor.
Espectrofotómetro	Espectrofotómetro de marca Genesys 20 para observar la absorbancia del A.M

Fuente: elaboración propia.

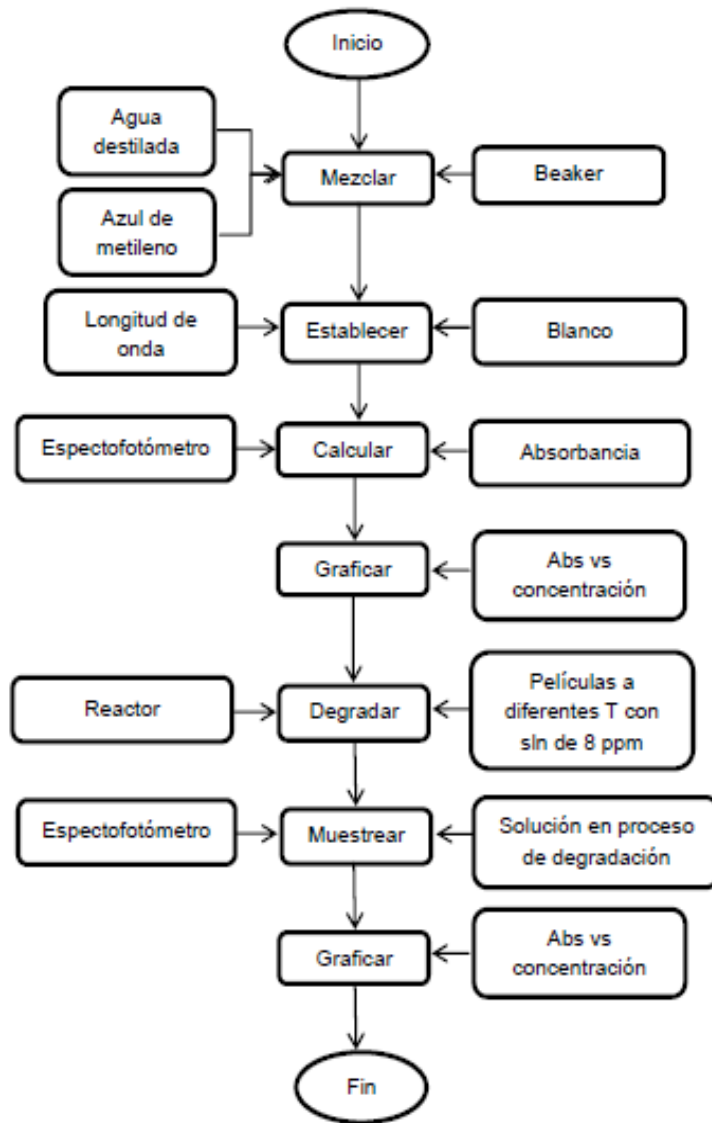
**Figura 14.** Reactor utilizado para la degradación de azul de metileno (A.M).



Fuente: elaboración propia.



**Figura 15.** Protocolo para la degradación en azul de metileno.

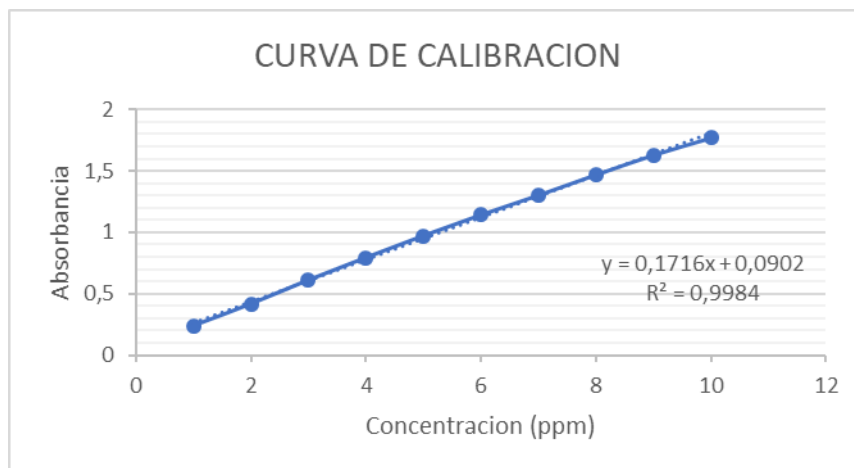


Fuente: elaboración propia.

**2.4.1 Descripción.** Se realizó soluciones de A.M de 1 a 10 ppm, cuyo fin fue elaborar una curva de calibración que permitiera conocer las concentraciones en el proceso, obteniendo la siguiente ecuación:  $y = 0,1716x + 0,0902$  con un  $R^2 = 0,9984$  demostrando un comportamiento lineal establecido por la ley de Lambert-Beer, obteniendo así la siguiente curva de calibración figura 16.<sup>33</sup>

<sup>33</sup> SALIDO, Ezequiel M., et al. Phototransduction early steps model based on Beer-Lambert optical law. En: Vision Research.2017, vol. 131, p. 75-81

**Figura 16.** Curva de calibración de Azul de Metileno.



Fuente: elaboración propia.

## 2.5 PROTOCOLO MICROBIOLÓGICO

Para implementar el protocolo microbiológico mencionado en la figura 19 es necesario especificar las siguientes características, teniendo en cuenta cada una de las variables presentadas.

**2.5.1 Reactor.** El reactor utilizado es el que se construyó en el grupo de Materiales Fotoactivos, que contiene una caja de madera forrada en aluminio con lámparas LED'S de alta potencia, un sistema de ventilación, un sistema de burbujeo de oxígeno y un sistema de control de temperatura, se puede observar en la figura 17. Este reactor contiene 4 fotorreactores de 50 mL de capacidad en donde se depositan las películas de  $TiO_2/CuO/Ag$  y se adicionan 45,5 mL de solución salina. La reacción tiene una duración de 11 horas, tomando la primera muestra a la hora 0, la siguiente muestra a la hora 6, la siguiente a la hora 9 y por último a la hora 11, cada muestra de 1,5 mL. Este reactor es controlado y monitoreado por medio del software LabVIEW que permite el control de ventilación: dos ventiladores de 24 V, puestos en contraflujo, evitando calentamiento, bombas de aire: para agitar las muestras con inóculo, evitando la precipitación del microorganismo, además para garantizar un flujo de oxígeno continuo, temperatura: contiene dos sensores LM35 que permiten el control de la temperatura adecuada dentro del reactor (35°C).

**Figura 17.** Reactor utilizado la para la inactivación de *E.coli*

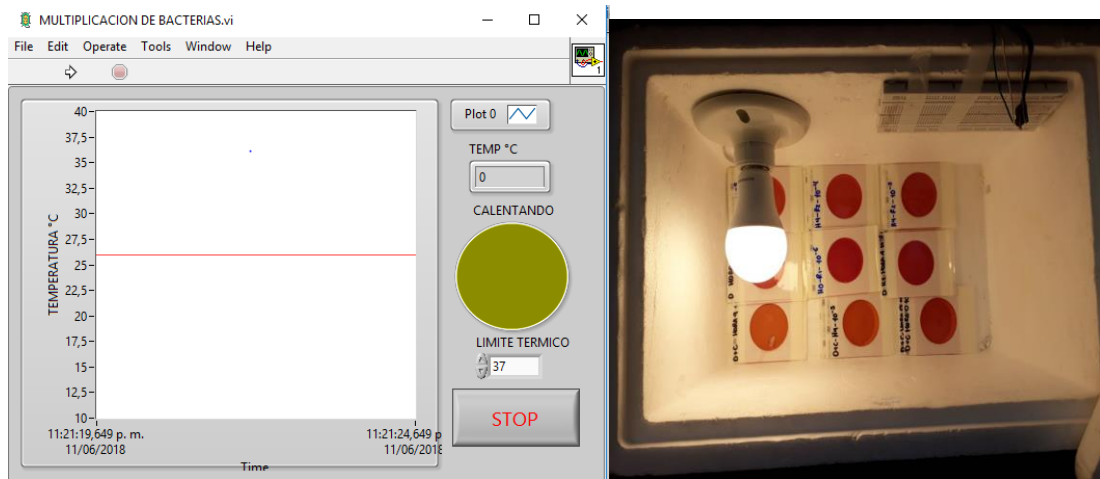


Fuente: elaboración propia.

**2.5.2 Cuantificación de microorganismos.** Después de completar las 11 horas de reacción en el reactor se procedió a realizar las diluciones consecutivas en base 10, tomando alícuotas de 0,5 mL de los tubos de muestreo y llevándolos a un volumen de 4,5 mL de solución salina. Se uso la técnica de recuento en placa en superficie depositando 1 mL de la muestra en las placas de conteo de coliformes Petrifilm, llevando estas placas a una incubadora por un tiempo de 48 horas. Transcurrido este tiempo de incubación se realizó el conteo de las UFC halladas en cada placa, seleccionando las que se encontraran en un rango de 30 a 300 UFC, para evitar errores en la lectura

**2.5.2.1 Incubación.** Para el proceso de incubación de las placas de conteo de coliformes Petrifilm se diseñó un modelo de incubadora que proporcionara las características óptimas para el crecimiento de la bacteria, se aprecia en la figura 18, teniendo como principal objetivo la temperatura controlada entre un rango de 38°C- 40°C, este diseño fue monitoreado por medio de un software LabVIEW encargado de controlar la temperatura

**Figura 18.** Incubadora utilizada para el crecimiento de *E.coli*.



Fuente: elaboración propia.



### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### 3.1 LAVADO DE VIDRIOS

El lavado de vidrios juega uno de los papeles más importantes en cuanto al proceso de deposición de la película, ya que, si no se realiza de la mejor manera, la suspensión elaborada no puede ser adherida pertinentemente. El uso de la solución sulfocrómica es efectiva ya que arrastra todo tipo de grasa y compuestos orgánicos presentes en el vidrio, dejando así un vidrio totalmente limpio y listo para usar el resultado de este lavado de vidrios se puede ver en la figura 20.

**Figura 20.** Resultados del protocolo de lavado de vidrios.



Fuente: elaboración propia.

#### 3.2 ELABORACIÓN DE LAS PELÍCULAS $\text{TiO}_2/\text{CuO}$

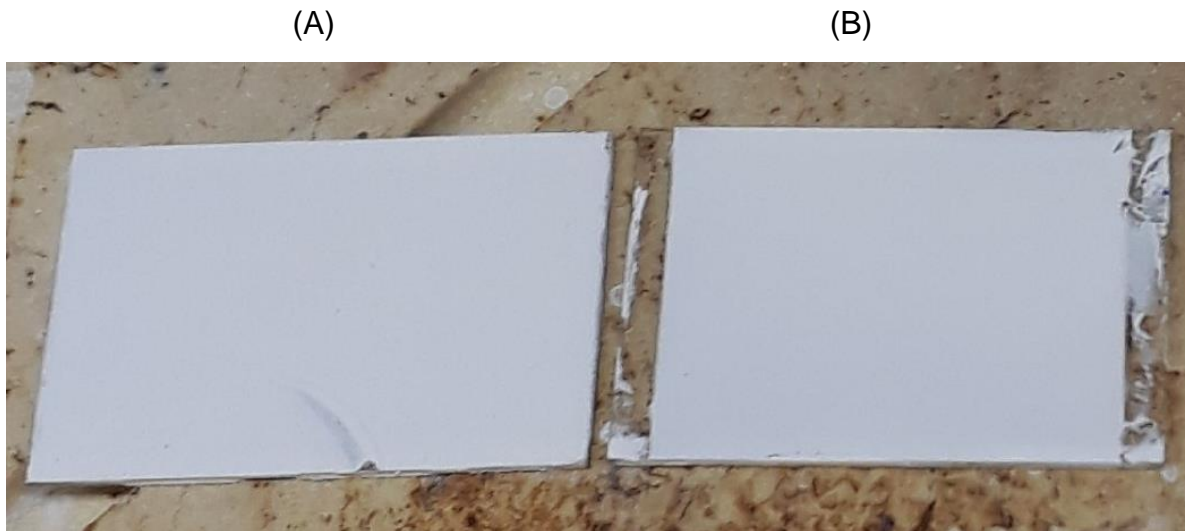
**3.2.1 Elaboración y activación de la mezcla.** La elaboración de la mezcla se llevó a cabo por medio del método de impregnación húmeda, que se repitió varias veces ya que de cada modificación hecha salía aproximadamente 3g de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$  teniendo en cuenta que la temperatura de calcinación se mantuvo constante ( $600^\circ\text{C}$ ).

**3.2.2 Suspensión de la mezcla.** La suspensión de la mezcla se realizó con 3 equipos diferentes con la misma cantidad de reactivos, dando como resultado la mejor suspensión hecha por el equipo denominado Ultra-turrax ya que al ser depositada esta suspensión mostró la mejor homogeneidad, uniformidad y

adherencia en el vidrio, el tiempo en el Ultra-turrax debe ser mayor a 4 minutos, para evitar la formación de aglomerados en la suspensión.

**3.2.3 Deposición de la mezcla.** La deposición de la mezcla fue realizada por los métodos Spin Coating y Doctor Blade, donde se puede evidenciar en la figura 21 que la mejor deposición hecha es por el método de Spin Coating dando como resultados un vidrio totalmente cubierto de manera homogénea con las proporciones adecuadas en la cantidad de suspensión, teniendo en cuenta que las mejores películas fueron las que se hicieron a 1000rpm.

**Figura 21.** Deposición de películas: (A) método Spin Coating a (1000rpm), (B) método Doctor Blade

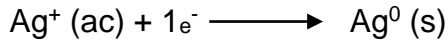
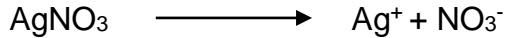


Fuente: elaboración propia.

**3.2.4 Películas depositadas.** En total se obtuvieron 28 películas depositadas con la misma suspensión con la única diferencia en las revoluciones por minuto, (1000rpm, 1500rpm y 2000rpm) esto se hizo para poder seleccionar la mejor película a dicha revolución, y así poder evaluar la mejor degradación en Azul de Metileno, y la evaluación microbiológica, los resultados obtenidos se pueden observar en la figura22.

Luego de realizar las películas modificadas con  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$ , se procedió hacer la modificación del fotocatalizador agregándole plata, de tal manera que cuando las películas se encuentran inmersas en la solución de  $\text{AgNO}_3$  se exponen a la luz UV durante 2 minutos produciendo así la reducción de los iones de plata en forma  $\text{Ag}^+$  a su estado metálico  $\text{Ag}^0$  logrando una separación de los iones  $\text{NO}_3^-$  para luego precipitar la plata.

La oxidación en las películas se hace evidente debido al cambio de color que se presenta minutos después de realizar la exposición de la luz UV, produciendo la siguiente reacción de reducción:



Después de la foto reducción se realiza la calcinación de las películas a 320°C durante 30 minutos, para activar la plata con la finalidad de mejorar su fotoactividad

**Figura 22.** Películas modificadas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag, (a) depositada a 1000rpm, (b) depositada a 1500rpm y (c) depositada a 2000rpm

(a)

(b)

(c)..



Fuente: elaboración propia.

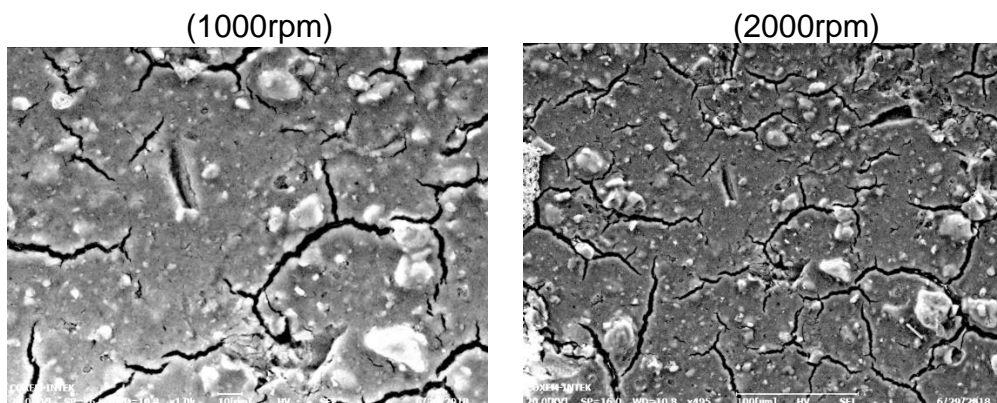
### 3.3 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA Y ESTRUCTURA DE LA MEZCLA TiO<sub>2</sub>/Cu/Ag

**3.3.1 Caracterización morfológica (SEM).** La caracterización morfológica se realizó con un microscopio electrónico de barrido en películas realizadas a 1000rpm y 2000rpm, el cual permitió obtener las imágenes de la figura 23. La caracterización se realizó en alto vacío para permitir el desplazamiento de haz de electrones, la potencia usada fue de 20KV. Los electrones bombardean una pequeña área y son absorbidos por la muestra produciendo electrones



secundarios de baja energía (rayos X) que son atraídos hacia el porta muestras, Al atravesar la muestra e incidir sobre el porta muestras se genera una luz que mediante un fotomultiplicador se convierte en una señal de voltaje, la cual se convierte en imagen.<sup>34</sup>

**Figura 23.** Caracterización SEM de las películas correspondientes a 1000rpm y 2000rpm.



Fuente: elaboración propia.

De las anteriores imágenes se puede analizar que la plata no está presente en todo el recubrimiento superior del catalizador, ya que si esto fuera así inhibiría la actividad fotocatalítica.<sup>35</sup> Se puede observar que la película a 1000rpm presenta una mejor dispersión de la mezcla ya que muestra menos cantidad de espacios lo que indica una correcta deposición de la suspensión por Spin Coating, de igual manera la deposición de la plata en la película hace que aumente la actividad fotocatalítica de la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}$ .

### 3.3.2 Caracterización Estructural por medio de difracción de rayos X. (DRX).

Para la caracterización estructural se realizaron, pruebas en el detector de rayos X de dispersión de energías EDS, con el fin de evaluar las propiedades estructurales de la película modificada con  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$

En la figura 24 se puede observar la presencia de la fase anatasa del Dióxido de Titanio en los picos 25, 28, y 48, evidenciando la presencia de este compuesto en

<sup>34</sup> UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA. Métodos de caracterización de nanopartículas.

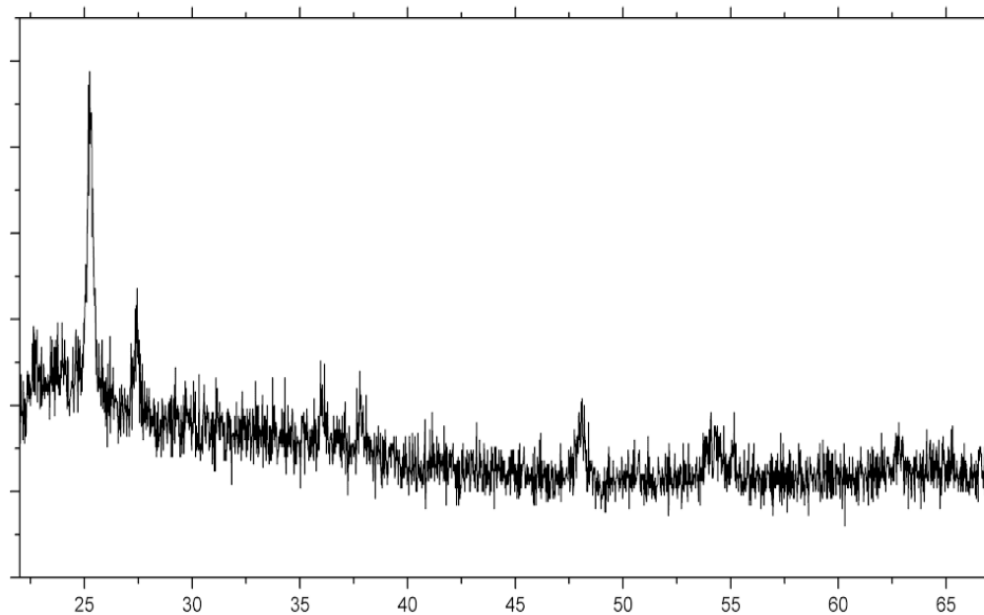
En: Nanomateriales [en línea]

<<http://www.uco.es/~iq2sagrl/nanomateriales/Tema8-diapositivas.pdf>>

<sup>35</sup> MICHAEL K. Seery, Reenamole George. Silver doped titanium dioxide nanomaterials forenhanced visible light photocatalysis, Journal of Photochemistry and Photobiology 2007.

la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ ,<sup>36</sup> así mismo se observa el  $\text{CuO}$  en los picos 35,37 y 54 de los cuales no son tan evidentes puesto que no se encuentran en toda la superficie de la película, de igual manera según fuentes bibliográficas los compuestos de  $\text{Ag}/\text{TiO}_2$  su estructura se encuentra en los picos 27, 45,36,39,19 y 41.

**Figura 24.** Caracterización Estructural de la película modificada con  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ .



Fuente: elaboración propia.

### 3.4 FOTODEGRADACIÓN EN AZUL DE METILENO

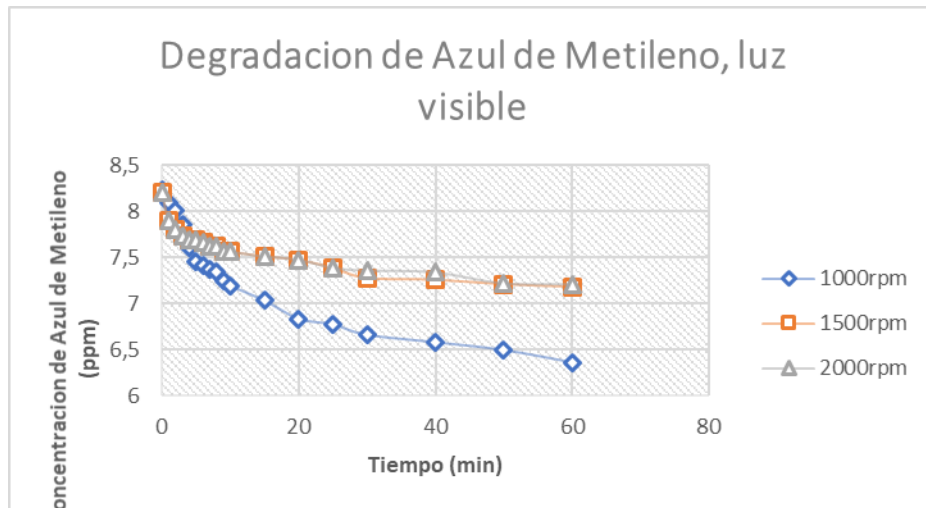
Las películas elaboradas con la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ , a las siguientes revoluciones por minuto: 1000rpm, 1500rpm y 2000rpm fueron sometidas a un examen de funcionalidad realizando degradaciones en Azul de Metileno con una concentración de 8ppm en un fotorreactor bajo el uso de luz visible y UV y bombas de burbujeo, inicialmente se toma una muestra cada minuto durante los diez

---

<sup>36</sup> Universidad de los Andes, <https://investigaciones.uniandes.edu.co/index.php/en/centro-de-microscopia/microscopio-electronico-de-barrido-meb/equipos/74-sistema-de-microanalisis-eds-inca-energy-250>

primeros minutos, luego se procede cada 5 minutos hasta los 30 minutos y por ultimo cada diez minutos hasta llegar a completar la hora (60 minutos).obteniendo las siguientes graficas: figura 25 y figura 26

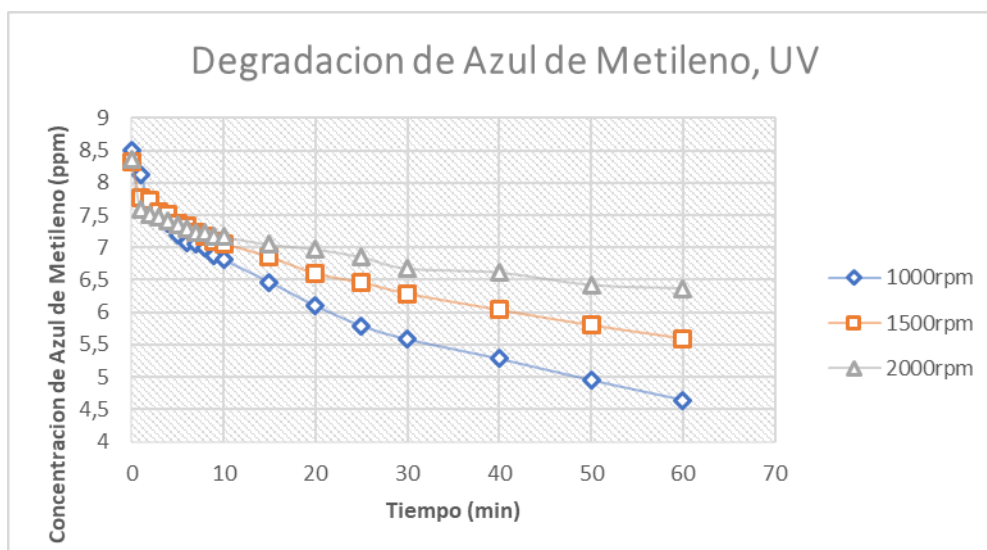
**Figura 25.** Degradación de Azul de Metileno con películas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag a diferentes revoluciones por minuto en luz visible.



Fuente: elaboración propia.

Los resultados que indican una mayor degradación en azul de metileno son las películas depositadas a 1000rpm degradando hasta 2ppm del colorante, debido a que la capa de suspensión resultante es más uniforme.

**Figura 26.** Degradación de Azul de Metileno con películas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag a diferentes revoluciones por minuto en luz UV.



Fuente: elaboración propia.

Se puede rectificar mediante los resultados obtenidos en la degradación de azul de metileno con películas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag bajo UV que la mejor degradación obtenida fue la de las películas a 1000rpm, ya que la presencia de la luz UV hace que el dióxido de titanio presente degrade con mayor facilidad el azul de metileno.

### 3.5 ADECUACIONES DEL REACTOR

El reactor utilizado se construyó en el grupo de Materiales Fotoactivos, que contiene una caja de madera forrada en aluminio con lamparas LED'S de alta potencia, un sistema de burbujeo de oxígeno y un sistema de control de temperatura que es monitoreado y controlado por el software LabVIEW por medio de sensores LM35. Las adecuaciones que se le hicieron a este fotorreactor fue cambiar el sistema de ventilación por unos ventiladores de potencia más alta (24v) con el fin de mejorar y acelerar el proceso de ventilación.

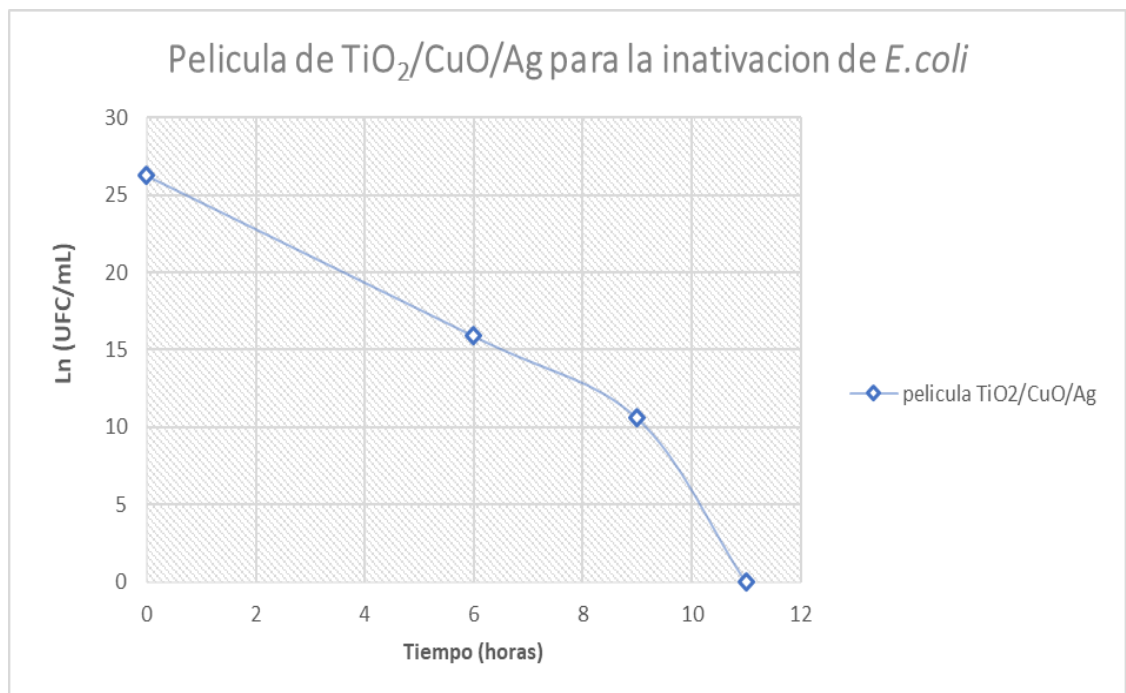
### 3.6 INACTIVACIÓN DE *E.coli*

Para la prueba microbiológica de la bacteria *E.coli*, se realizó la inactivación de ésta, en el reactor anteriormente descrito, exponiendo la bacteria a la película modificada con TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag en presencia de luz visible durante un tiempo de 11 horas, en este trabajo se realizó un monitoreo por medio del software Labview,

para controlar la temperatura, ventilación y agitación durante el proceso, para el control de la temperatura se utilizaron dos sensores LM35, la temperatura promedio registrada fue de 35°C.

Para el requerimiento de oxígeno se emplearon bombas de pecera con el fin de agitar las muestras y evitar la precipitación del microorganismo. En cuanto a la ventilación del sistema se usaron ventiladores con una potencia de 24 V. a continuación se muestra la grafica obtenida para la inactivación de la bacteria de *E.coli*. figura 27.

**Figura 27.** Inactivación de *E.coli* mediante películas modificadas con  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ .



Fuente: elaboración propia.

La película modificada con  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  presenta buena actividad antimicrobiana al eliminar el 99.99% del microorganismo *E.coli* empleando la película de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  en un tiempo de 11 horas de reacción haciendo uso de luz visible. Lo cual es buen resultado ya que esta película también degrada en azul de metileno presentando una buena homogeneidad, adherencia y rugosidad lo cual hace que tenga una mayor efectividad inactivando *E.coli*, ya que estas características le dan la capacidad de adherencia al catalizador y crean más sitios a los que la bacteria pueda llegar, logrando disminuir la reproductibilidad de la bacteria.

**3.6.1 Eficiencia del método.** La eficiencia del método fotocatalítico para las películas modificadas con TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag, se cuantificó respecto a la inactivación del microorganismo: evaluándola con la siguiente fórmula.<sup>37</sup>.

**Ecuación 1.** Eficiencia de la película de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.

$$\% \text{ Eficiencia de la película} = \frac{UFC_{\text{Inicial}} - UFC_{\text{final}}}{UFC_{\text{inicial}}} * 100$$

**3.6.2 Ciclo de vida de las películas.** Para evaluar el ciclo de vida de las películas modificadas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag se realizó la repetibilidad del protocolo microbiológico utilizando 4 veces la misma película modificada, y evaluando la eficiencia de ésta en cuanto a la eliminación del microorganismo *E.coli* y así poder concluir el uso de esta película, los resultados obtenidos en cada repetición y la eficiencia de la película para cada replica se muestran a continuación en la tabla 1 y tabla 2.

**Tabla 1.** Resultados inactivación de *E.coli*.

Tiempo Horas	Replica 1 UFC	Replica 2 UFC	Replica 3 UFC	Replica 4 UFC
0	250*10 <sup>-8</sup>	275*10 <sup>-8</sup>	301*10 <sup>-8</sup>	340*10 <sup>-8</sup>
6	80*10 <sup>-4</sup>	150*10 <sup>-4</sup>	182*10 <sup>-4</sup>	180*10 <sup>-4</sup>
9	4*10 <sup>-3</sup>	44*10 <sup>-3</sup>	82*10 <sup>-3</sup>	250*10 <sup>-3</sup>
11	0	0	5*10 <sup>-3</sup>	120*10 <sup>-3</sup>

Fuente: elaboración propia.

**Tabla 2.** Eficiencia de cada replica.

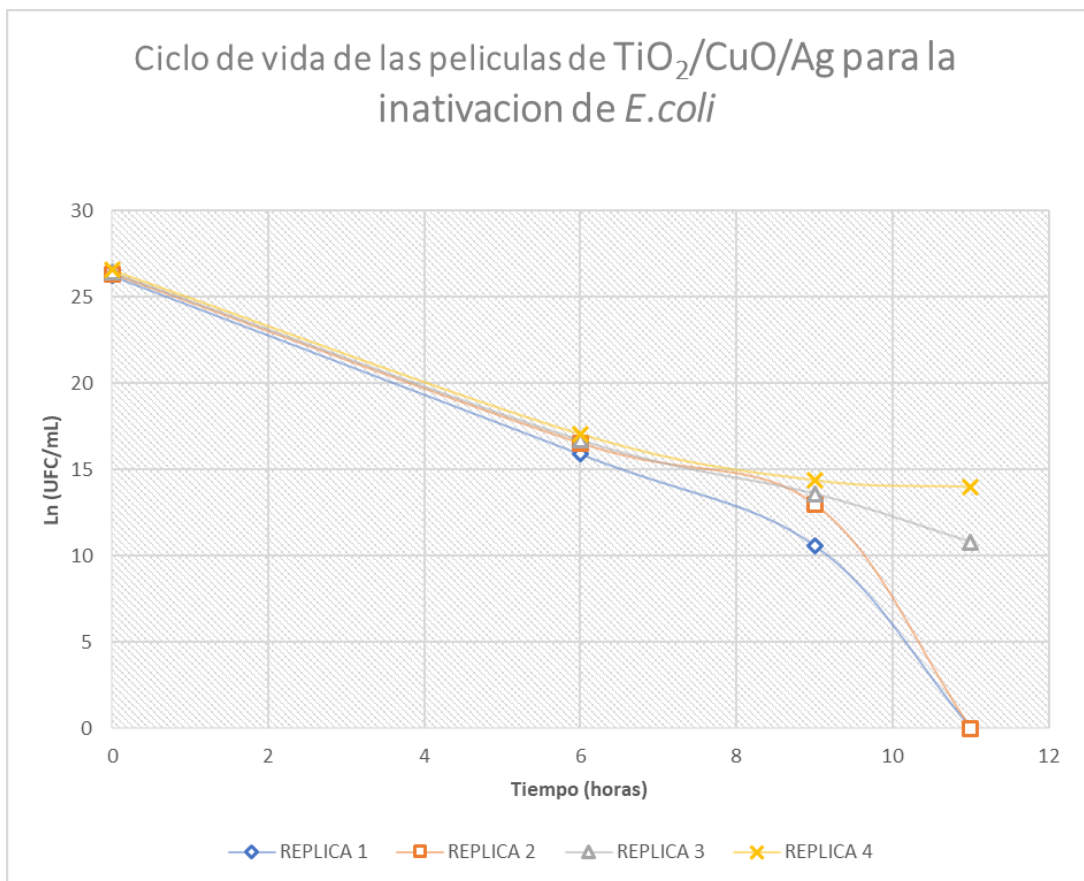
Replica	Eficiencia
1	99,99%
2	99,99%
3	98,33%
4	64,70%

Fuente: elaboración propia.

<sup>37</sup> RAHMANI AR, Photocatalytic Disinfection of Coliform Bacteria Using UV/TiO<sub>2</sub>, Journal of Research in Health Sciences, 2009, vol 9. p 1-6

Con los resultados obtenidos de las anteriores tablas se procedió a graficar la inactivación de la bacteria durante las 11 de reacción obteniendo como resultado la siguiente grafica figura 28.

**Figura 28.** Ciclo de vida de las películas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag para la inactivación de *E.coli*.



Fuente: elaboración propia.

En el análisis de la figura 28 se determinó la eficiencia de eliminación que tiene la película de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag en cada una de sus repeticiones, mostrando así el ciclo de vida que tiene dicha película para la inactivación del microorganismo *E.coli*; en los primeros minutos se observa un decrecimiento en la gráfica, la inactivación es lenta debido a la resistencia de la bacteria ante el ataque de la especie activa, que oxida gradualmente su membrana externa,<sup>38</sup> teniendo como resultado para la

<sup>38</sup> PULGARIN, Cesar; KIWI, John y NADTOCHENKO, V. Mechanism of photocatalytic bacterial inactivation on TiO<sub>2</sub> films involving cell-wall damage and lysis. En: Applied Catalysis B: Environmental.2012, vol. 128, p. 179-183.

réplica 1 una eficiencia del 99,99%, para la réplica 2 una eficiencia del 99,99%, para la réplica 3 una eficiencia del 98,33% y para la réplica 4 una eficiencia del 64,70%, donde se pudo determinar gracias a estos resultados que el método utilizado para la inactivación de *E.coli* si funciona y el ciclo de vida de las películas de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag es de 2 veces de uso ya que en las dos primeras repeticiones se logra una eliminación del 99,99% de la bacteria.

**3.6.3 Análisis del ciclo de vida de la película TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.** El presente estudio consta de analizar el ciclo de vida de la película de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag y la cantidad de usos que se le pueden dar a ésta. El objetivo de esta acción es identificar los procesos más significativos para la reutilización de la película. Con el fin de establecer directrices del ACV que permitan analizar las características necesarias para su uso, para ello es necesario establecer los siguientes parámetros presentadas en el numeral 3.6.3.1 y 3.6.3.2.

**3.6.3.1 Compuestos utilizados para la elaboración de las películas de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag**

**Tabla 3.** Compuestos utilizados para la elaboración de las películas de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.

Reactivos	Cantidad
Dióxido de Titanio	5g
Sulfato de cobre	0,4g
Nitrato de plata	0,8g
Isopropanol	15mL
Etilenglicol	3 mL

Fuente: elaboración propia.



### 3.6.3.2 Procesos excluidos e incluidos para la elaboración de las películas de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.

**Cuadro 5.** Procesos excluidos e incluidos para la elaboración de las películas de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.

Procesos incluidos	Procesos excluidos
Impregnación Húmeda	Suspensión de la mezcla (Mixer, mortero)
Suspensión de la mezcla (Ultra-turrax)	Deposición de la mezcla (Doctor Blade)
Deposición de la mezcla (Spin coater)	
Modificación de las películas TiO <sub>2</sub> /CuO con plata	

Fuente: elaboración propia.

### 3.6.3.3 Hipótesis recomendadas sobre el análisis de la elaboración de las películas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.

- Si se utiliza una mayor cantidad de nitrato de plata para la modificación de las películas TiO<sub>2</sub>/CuO se logrará un mayor uso de éstas y más repeticiones para la inactivación de la bacteria *E.coli*.
- Al utilizar otro proceso diferente al de impregnación húmeda, ahorrará tiempo y si alcanzará mayor cantidad de modificación.
- El uso del ultra-turrax para la suspensión de la mezcla hace más homogénea, adherente la película, que el uso del mixer.
- Las películas de TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag realizadas por el método de impregnación húmeda en presencia de luz visible, logran como resultado después de las 11 horas de reacción una inactivación del 99.99% de la bacteria *E.coli* para las dos primeras repeticiones, confirmando que el método es repetible.

### 3.6.3.4 Limitaciones recomendadas sobre el análisis de la elaboración de las películas TiO<sub>2</sub>/CuO/Ag.

- Es importante tener en cuenta la temperatura de calcinación ya que debe estar en un rango de 550-600°C, si se supera este rango no se logrará la película con las mejores características para la inactivación de la bacteria *E.coli*.

- El tiempo de calcinación es una importante característica y no debe ser mayor a 2 horas ya que los óxidos presentes pueden empezar a cambiar su fase y crear otro tipo de compuestos.
- La cantidad de sulfato de cobre tiene que ser del 1.3% no puede ser mayor ni menor, ya que no se obtendría la modificación para el  $\text{TiO}_2$ .

#### 4. CONCLUSIONES

- En la elaboración de las películas por el método Spin Coating a 1000rpm y las suspensiones realizadas por el equipo Ultra-turrax indican que la película posee la mejor homogeneidad, adherencia y rugosidad lo que proporciona una de las características para su poder degradativo en Azul de Metileno.
- La concentración del precursor, el tiempo de realizada la modificación son importantes características en el desempeño de la actividad fotocatalítica que presenta las películas modificadas  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  en la degradación de azul de metileno como en la reducción microbiana.
- Las imágenes obtenidas mediante el método (SEM) presentan aglomerados que permiten evidenciar la diferencia de tamaños de partícula en la mezcla  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ .
- Se analizó las características necesarias para el buen funcionamiento del reactor teniendo en cuenta los parámetros requeridos para el desarrollo óptimo de la bacteria *E.coli* modificando el sistema de ventilación.
- Se determinó el ciclo de vida de las películas  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ , donde se obtuvieron resultados satisfactorios ya que se logró la inactivación del 99,99% de la bacteria en las dos primeras repeticiones.
- Se observa que las película de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  inactiva de manera satisfactoria la bacteria *E.coli*, con una eficiencia del 99,99% lo que le proporciona la posibilidad de degradar concentraciones reales presentadas en aguas.

## 5. RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar películas  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  con diferentes cantidades de precursor de plata, con el fin de evaluar la mejor concentración para la degradación de azul de metileno e inactivación de *E.coli*.
- Se recomienda realizar la inactivación de otras bacterias mediante el uso de películas modificadas con  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$ .
- Se recomienda evaluar la eficiencia de inactivación de las películas de  $\text{TiO}_2/\text{CuO}/\text{Ag}$  en muestras de agua de río.
- Se recomienda determinar otros tipos de modificación diferentes al de impregnación húmeda, ya que este método es muy demorado.
- Se recomienda evaluar la actividad fotocatalítica de las películas con luz solar.

## BIBLIOGRAFÍA

BOLAÑOS, David. TRIANA, Nicolás. Evaluación del efecto de la temperatura de calcinación sobre mezcla de  $\text{TiO}_2/\text{CuOx}$  para la inactivación fotocatalítica de *E.coli* en presencia de luz visible, Universidad de América. 2014.

CANDAL, Roberto J, Bilmes Sara A. y Blesa Miguel A. Semiconductores con actividad fotocatalítica. Capítulo 4.

CANO, Sara. Métodos de análisis microbiológico, normas ISO, UNE. ANALIZA CALIDAD - Departamento de formación.2006, p. 12.

CARACOL RADIO. Más de 23.000 niños en La Guajira padecen de enfermedades diarreicas. [en línea] Disponible en: ([http://caracol.com.co/emisora/2016/11/25/riohacha/1480074372\\_810264.html](http://caracol.com.co/emisora/2016/11/25/riohacha/1480074372_810264.html)).2016.

CARDOSO, Patricia. Nanopartículas de plata: obtención, utilización como antimicrobiano e impacto en el área de la salud. Rev. Hosp. Niños (B. Aires). 2016, p. 20-23.

CARDOSO, Patricia. Nanopartículas de plata: obtención, utilización como antimicrobiano e impacto en el área de la salud. Rev. Hosp. Niños (B. Aires). 2016, p. 24-25.

CASTELLANO JJ, Shafii SM, Ko F, Donate G, Wright TE, Mannari RJ, Comparative evaluation of silver containing antimicrobial dressings and drugs.Int Wound J 2007.

CHAVEZ, Miguel. Evaluación del efecto de la concentración del óxido de cobre en mezclas con dióxido de titanio sobre la actividad microbicida en presencia de luz visible, Universidad América. 2014.

EL TIEMPO. ¿Sabe usted dónde se toma la mejor y la peor agua del país? [en línea]. Disponible en: (<http://www.eltiempo.com/multimedia/especiales/calidad-del-agua-en-colombia/16555634/1/>).2016.

GARCES, Luis. MEJIA, Edwin. SANTAMARIA, Jorge. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Revista lasallista de investigación, vol. 1, no. 1 p. 87-88.

GÓMEZ, Gerardo. Nanopartículas de plata: para su obtención, caracterización y actividad biológica.2013, vol. 2, p.21-22.

GUADARRAMA, Sarai. Efecto antibacteriano de las nanopartículas de plata versus clorhexidina sobre streptococcus mutans y lasctobacillus casei, Universidad Autónoma del estado de México. 2013.

GUARÍN, Carolay. MERA, Adriana. Fotocatálisis heterogénea con TiO<sub>2</sub> para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde de bromocresol. Revista Ingenierías Universidad de Medellín 2011, vol. 10, p.81.

HERNANDEZ, Christian. Evaluación de distintas técnicas de deposición de recubrimientos sol-gel en aleaciones de aluminio. Universidad Nacional Autónoma de Mexico.2014.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización, 1 ed. Bogotá: ICONTEC, 2008. 33 p.

\_\_\_\_\_. Referencias bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. 1 ed. Bogotá: El instituto, 2008. 38 p.

\_\_\_\_\_. Referencias documentales para fuentes de información electrónicas. NTC 4490. 1 ed. Bogotá: El instituto, 1998. 23 p.

Jean-Marie Hermann, Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants. En: Catalysis today 53 (1999) p. 115-119.

LOPEZ, Raquel. Desarrollo de un sistema de spin coating mediante tecnología Arduino.Universidad de Cantabria.2017.

MICHAEL K. Seery, Reenamole George. Silver doped titanium dioxide nanomaterialsforenhanced visible light photocatalysis, Journal of Photochemistry and Photobiology 2007.

Moreno David, Evaluación de la actividad fotocatalítica de la mezcla TiO<sub>2</sub>/CuOx mediante la degradación de azul de metileno, Universidad de América. 2015.

NAVARRO, María. Determinación de *Escherichia coli* y coliformes totales en agua por el método de filtración por membrana en agar chromocult. 2007, p. 3.

PEREZ, Maria. Analisis e identificación de los impactos ambientales de un equipo eléctrico y electrónico durante su ciclo de vida. Aplicación a una aspiradora doméstica. 2013, p. 32.

PEREZ, Maria. Analisis e identificación de los impactos ambientales de un equipo eléctrico y electrónico durante su ciclo de vida. Aplicación a una aspiradora doméstica. 2013, p. 38.

Placas de conteo de coliformes Petrifilm de 3M. [En línea]. Disponible en: [https://www.3m.com/3M/en\\_US/company-us/all-3m-products/~-/COLIFOR-3M-Petrifilm-Coliform-Count-Plates/?N=5002385+3293785161&rt=rud](https://www.3m.com/3M/en_US/company-us/all-3m-products/~-/COLIFOR-3M-Petrifilm-Coliform-Count-Plates/?N=5002385+3293785161&rt=rud)

Preparación de catalizadores solidos: [en línea] Disponible en: [http://www.bdigital.unal.edu.co/43138/24/9587012070\\_Parte%204.pdf](http://www.bdigital.unal.edu.co/43138/24/9587012070_Parte%204.pdf).

PULGARIN, Cesar; KIWI, John y NADTOCHENKO, V. Mechanism of photocatalytic bacterial inactivation on TiO<sub>2</sub> films involving cell-wall damage and lysis. En: Applied Catalysis B: Environmental.2012, vol. 128, p. 179-183.

QUINTERO, Angie. VARGAS, Camilo. SANABRIA, Juan. Evaluación de un sistema de fotocátalisis heterogénea y pasteurización para desinfección de aguas lluvias.

RAHMANI AR, Photocatalytic Disinfection of Coliform Bacteria Using UV/TiO<sub>2</sub>, Journal of Research in Health Sciences, 2009, vol 9. p 1-6.

Remtavares, Fundación para el conocimiento Madrid, Fotocatálisis Heterogénea: una técnica alternativa para el tratamiento de aguas contaminadas, 18, abril, 2011.

RODRIGUEZ, Guadalupe. Principales características y diagnóstico de los grupos patógenos de *Escherichia coli*. Artículo de revisión. 2002, vol.44, p. 465.

SALIDO, Ezequiel M., et al. Phototransduction early steps model based on Beer-Lambert optical law. En: Vision Research.2017, vol. 131, p. 75-81

SALSONA, J. MENDEZ J.P. Desinfección del agua. Lima, Perú: Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente (OPS). 2002.

SAUTHIER, G. Preparación y caracterización de capas delgadas y estructuras de óxido de titanio para aplicaciones fotovoltaicas activadas mediante radiación UV o visible. Universidad Autónoma de Barcelona.2012.

The University of Arizona. La calidad del agua, *E.coli* y su salud. Collage of Agriculture and Life Sciences.2014, p. 3.

UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA. Métodos de caracterización de nanopartículas. En: Nanomateriales [en línea] <http://www.uco.es/~iq2sagrl/nanomateriales/Tema8-diapositivas.pdf> Universidad de los Andes, <https://investigaciones.uniandes.edu.co/index.php/en/centro-de->

microscopia/microscopio-electronico-de-barrido-meb/equipos/74-sistema-de-microanalisis-eds-inca-energy-250.

VALLEJO, Mayra. Escala McFarland. Universidad Central del Ecuador.2012.

YADAV, Hemraj M., et al. Preparation and characterization of copper-doped anatase TiO<sub>2</sub> nanoparticles with visible light photocatalytic antibacterial activity. En: Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 2014, vol. 280, p. 32-38.



# **ANEXOS**

# ANEXO A.

## PROPIEDADES DEL DIÓXIDO DE TITANIO

Characteristic physico-chemical data		
Properties and test methods	Unit	Value
Specific surface area (BET)	m <sup>2</sup> /g	50 ± 15
Tamped density* acc. to DIN EN ISO 787/11, Aug. 1983	g/l	approx. 130
Moisture* 2 hours at 105 °C	wt. %	≤ 1.5
Ignition loss 2 hours at 1000 °C, based on material dried for 2 hours at 105 °C	wt. %	≤ 2.0
pH in 4% dispersion		3.5 - 4.5
Titanium dioxide based on ignited material	wt. %	≥ 99.50
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - content based on ignited material	wt. %	≤ 0.300
SiO <sub>2</sub> - content based on ignited material	wt. %	≤ 0.200
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - content based on ignited material	wt. %	≤ 0.010
HCl - content based on ignited material	wt. %	≤ 0.300
Sieve residue (by Mocker, 45µm) acc. to DIN EN ISO 787/18, Apr. 1984	wt. %	≤ 0.050
* ex plant The data represents typical values (no product specification)		

Registration	
AEROXIDE® TiO <sub>2</sub> P 25	
CAS-No.	13463-67-7
REACH (Europe)	registered
TSCA (USA), DSL (Canada)	registered
AICS (Australia)	registered
ENCS (Japan), IECS (China), KECI (Korea)	registered

AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 is a highly dispersed titanium dioxide manufactured according to the AEROSIL® - process.

### Applications and properties

#### Applications

- Catalyst carrier
- Active component for photocatalytic reactions
- Heat stabilizer for silicone rubber

#### Properties

- Process related high purity
- Heat stabilizing properties for silicone-elastomers through its effect on redox reactions. Thereby:
  - Improvement of ageing properties at high temperature (=200 °C)
  - Positive impact on flammability protection

### Safety and handling

Information concerning the safety of this product is listed in the corresponding Material Safety Data Sheet, which will be sent with the first delivery or upon updating. Such information is also available from Evonik Industries AG, Product Safety Department, E-MAIL sds-im@evonik.com or can be downloaded from our homepage www.aerosil.com. We recommend to read carefully the material safety data sheet prior to the use of our product.

### Packaging and storage

AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 is supplied in multiple layer 10 kg bags.

We recommend to store the product in closed containers under dry conditions and to protect the material from volatile substances. AEROXIDE® TiO<sub>2</sub> P 25 should be used within 2 years after production.

## ANEXO B

### PROPIEDADES DEL NITRATO DE PLATA

#### NITRATO DE PLATA

ICSC: 1116

<b>D A T O S I M P O R T A N T E S</b>	<p><b>ESTADO FISICO; ASPECTO</b> Cristales, incoloros o blancos, inodoros.</p> <p><b>PELIGROS FISICOS</b></p> <p><b>PELIGROS QUIMICOS</b> Se forman compuestos inestables frente al choque. La sustancia se descompone al calentarla intensamente, produciendo humos tóxicos de óxidos de nitrógeno. La sustancia es un oxidante fuerte y reacciona violentamente con materiales combustibles y reductores. Reacciona con sustancias incompatibles tales como, acetileno, álcalis, haluros y otros compuestos, originando peligro de incendio y explosión. Ataca a algunas formas de plásticos, caucho y recubrimientos. La sustancia se descompone en contacto con 13400&amp;127;LIMITES DE EXPOSICION</p> <p><b>LIMITES DE EXPOSICION</b> TLV (como TWA): 0.01 mg/m<sup>3</sup> (como Ag) (ACGIH 1995-1996). MAK : no establecido.</p>	<p><b>VIAS DE EXPOSICION</b> La sustancia se puede absorber por inhalación del aerosol y por ingestión.</p> <p><b>RIESGO DE INHALACION</b> La evaporación a 20°C es despreciable; sin embargo, se puede alcanzar rápidamente una concentración nociva de partículas en el aire por pulverización o cuando se dispersa, especialmente si está en forma de polvo.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</b> La sustancia es corrosiva para los ojos, la piel y el tracto respiratorio. Corrosivo por ingestión.</p> <p><b>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA</b> La sustancia puede afectar a la sangre, dando lugar a la formación de metahemoglobina. La inhalación o ingestión puede conducir a una argiria generalizada, caracterizada por una pigmentación gris de la piel y uñas marrones.</p>
<b>PROPIEDADES FISICAS</b>	<p>Se descompone por debajo del punto de ebullición a 444°C Punto de fusión: 212°C</p>	<p>Densidad relativa (agua = 1): 4.3 a 19°C Solubilidad en agua: Muy elevada</p>
<b>DATOS AMBIENTALES</b>	<p>Esta sustancia puede ser peligrosa para el ambiente; debería prestarse atención especial a los peces.</p>	



## ANEXO C.

### PREPARACIÓN DE SOLUCIONES DEL PRECURSOR.

Se preparó una solución de 100 mL con una concentración de 0,05 M del precursor CuSO<sub>4</sub>. El cálculo de las cantidades se muestra a continuación:

- Sulfato de Cobre CuSO<sub>4</sub> 5H<sub>2</sub>O

$$\frac{0,05 \text{ n CuSO}_4}{1 \text{ L}} * \frac{249,7 \text{ g}}{\text{n}} = 12,485 \frac{\text{g}}{\text{l}}$$

Se utilizaron 1,248 g de CuSO<sub>4</sub> en 30 mL de agua destilada

## ANEXO D..

### CÁLCULOS PARA LA ELABORACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE NITRATO DE PLATA

Se preparó una solución de 100 mL con una concentración de 1 M del precursor  $\text{AgNO}_3$ , posterior se hizo la dilución. Como se muestra a continuación.

$$\begin{aligned}\text{Moles de AgNO}_3 &= (0.2500 \frac{\text{L disoln}}{\text{L disoln}}) * 0.100 \left( \frac{\text{mol AgNO}_3}{\text{L disoln}} \right) \\ &= 0.0250 \text{ mol AgNO}_3\end{aligned}$$

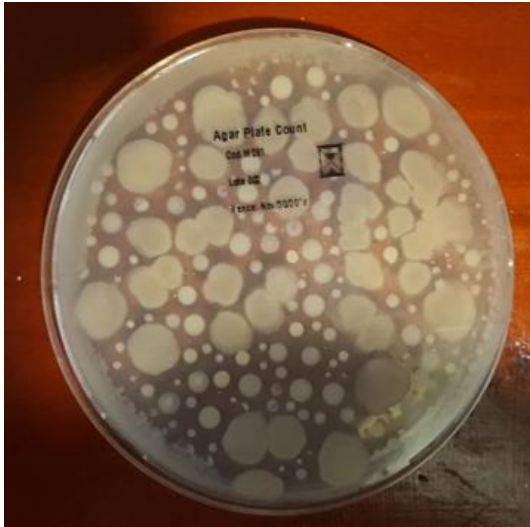
$$\text{Litros de disoln concentrada} = (0.2500 \frac{\text{mol AgNO}_3}{\text{mol AgNO}_3}) * \left( \frac{1 \text{ L disoln}}{1 \text{ mol AgNO}_3} \right) = 0.0250 \text{ L}$$

Se necesitan 25 mL de la solución 1 molar, luego se diluye hasta un volumen de 250 mL

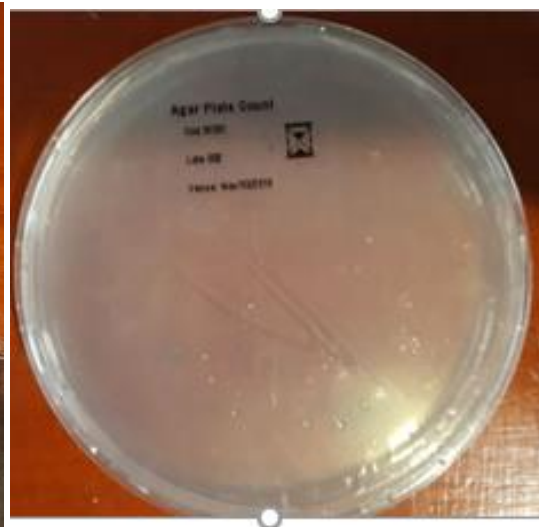
## ANEXO E.

RESULTADOS CAJA DE PETRI REPLICA 1, HORA 0 (a), HORA 11 (b).

(a)



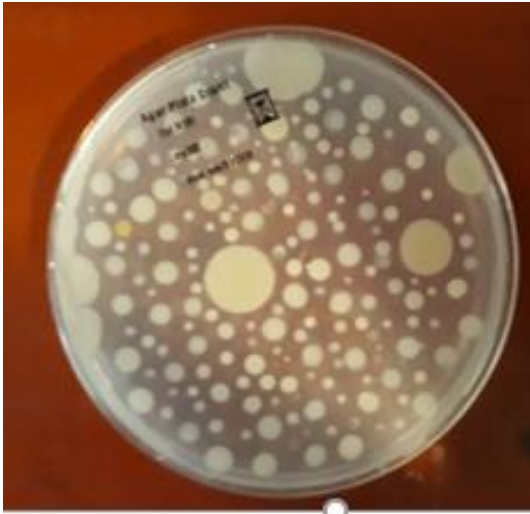
(b)



**ANEXO F.**

RESULTADOS CAJA DE PETRI REPLICA 2, HORA 0 (a), HORA 11 (b).

(a)



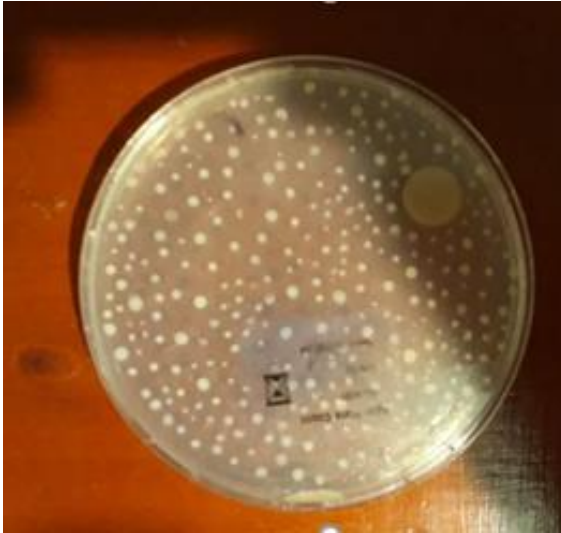
(b)



**ANEXO G.**

RESULTADOS CAJA DE PETRI REPLICA 3, HORA 0 (a), HORA 11 (b).

(a)



(b)

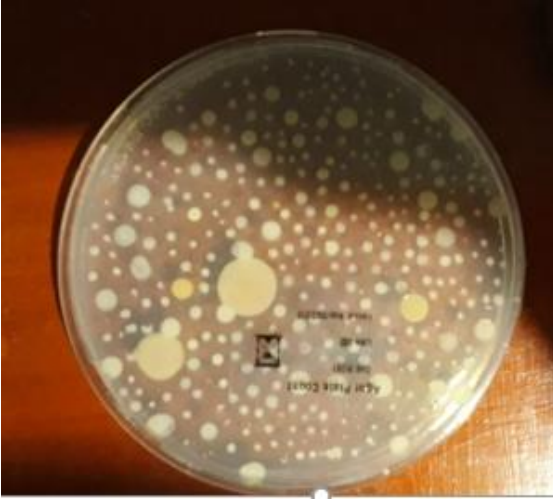




## ANEXO H.

RESULTADOS CAJA DE PETRI REPLICA 4, HORA 0 (a), HORA 11 (b).

(a)



(b)

