

EVALUACIÓN DEL CICLO DE VIDA DE LAS PELÍCULAS DE LA MEZCLA
TiO₂/CuO PARA LA INACTIVACIÓN FOTOCATÁLITICA DE LA *E.coli* EN
PRESENCIA DE LUZ VISIBLE

PAOLA GISELLE POVEDA VARGAS

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERIA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C
2018

EVALUACIÓN DEL CICLO DE VIDA DE LAS PELÍCULAS DE LA MEZCLA
TiO₂/CuO PARA LA INACTIVACIÓN FOTOCATÁLÍTICA DE LA *E.coli* EN
PRESENCIA DE LUZ VISIBLE

PAOLA GISELLE POVEDA VARGAS

Proyecto Integral de Grado para optar al título de
INGENIERO QUÍMICO

DIRECTOR

César Augusto Quiñones Segura
Doctor en ciencias

CODIRECTOR

Adriana Inés Páez Morales
Magister en ciencias

FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍAS
PROGRAMA DE INGENIERIA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C
2018

Nota de aceptación (Dirección de investigaciones)

Firma Docente Investigador

Firma Docente Jurado 1

Firma Docente Jurado 2

Bogotá D.C., Agosto de 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 la autora.

*Dedico este trabajo a Dios, por ser la fortaleza que me inspira todos los días
a ser mejor persona.*

*A mis padres, por creer siempre en mí y estar presentes en cada momento
de mi vida, apoyándome y dándome carácter para superar cada obstáculo.
A mi madre Lilia Vargas Hernández por su dedicación, ejemplo y entereza y
a mi padre Germán Eduardo Poveda Cabezas por su compañía, tenacidad
y dilección.*

*A mi hermana Laura Catalina y sobrina Emilie Sofía, quienes son voz de
aliento y esperanza en momentos
difíciles.*

*Y a mi compañero de vida, Sergio Barrero por su forma de amar y creer en
mis capacidades, por depositar la confianza en mí para alcanzar mis metas.*

AGRADECIMIENTOS

Principalmente a Dios quien es el que me motiva y da alientos para el día a día; Y todo lo que hagan, de palabra o de obra, háganlo en el nombre del Señor Jesús, dando gracias a Dios el Padre por medio de Él.

A mi madre, gracias por caminar de la mano a lograr este sueño, por su amor, tiempo y sacrificio pensando en mi futuro y bienestar.

A mi padre, gracias por estar presente en cada paso que di a lo largo de este camino, por tu sencillez para solucionar todo y creer en mí.

Gracias a ustedes por darme la vida y apostarle a mis sueños, por mostrarme su apoyo incondicional, al estar siempre para mí.

A mi hermana quien es mi gran amiga, la que no elegí pero Dios me mando de regalo. Me siento orgullosa de llevar la misma sangre, gracias por cuidar de mi desde cuando éramos pequeñas, amándome como una madre. Seré tu cómplice en cualquier situación.

A mi sobrinita, quien es el sol que irradia alegría, espero ser un buen ejemplo y poder construir más sueños a tu lado. Gracias por acompañarme a dar este paso, a alcanzar mis metas y ver de una forma divertida la vida.

A mi abuelita Alejandrina, gracias por tus oraciones y preocupaciones. Por ser un ser de ternura y berraquera.

A mis tías Natividad, Martha y Yamile por todo el apoyo que me han dado para cumplir y seguir con mis objetivos.

A mi segunda familia Barrero Ortiz, la cual me acogió con aprecio y cariño siempre en su casa, brindándome las mejores enseñanzas.

Agradezco al Grupo de Materiales Fotoactivos. A mis compañeros de grupo, Emily, Tatiana y Cristian por brindarme siempre los mejores consejos. Mi gratitud sincera. Finalmente a la Universidad Politécnico Gran Colombiano y a la Universidad Nacional de Colombia por abrirme sus puertas.

CONTENIDO

	pág.
INTRODUCCIÓN	19
OBJETIVOS	20
1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	
1.1 PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN	21
1.1.1 Fotocatálisis heterogénea	22
1.1.2 Catalizador	23
1.1.3 Semiconductores	25
1.1.4 Dióxido de titanio (TiO ₂)	26
1.1.5 Dióxido de titanio modificado	27
1.1.6 Dióxido de titanio modificado con CuO	28
1.2 METODO DE PREPARACIÓN DE LA MEZCLA	28
1.3 ELABORACION DE LAS PELÍCULAS	29
1.3.1 Spin coating	29
1.4 CICLO DE VIDA DE UN CATALIZADOR	30
1.5 FOTOCATÁLISIS PARA DESINFENCCIÓN	31
1.6 MÉTODO MICROBIOLÓGICO	32
1.6.1 Recuento en placa	32
1.6.2 <i>Escherichia coli</i>	33
1.6.3 <i>Escherichia coli</i> como microorganismo indicador de la calidad del agua	34
1.6.4 Patrón de Mc Farland	34
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	
2.1 PROTOCOLO DE ELABORACIÓN Y ACTIVACIÓN DE LA MEZCLA	35
2.1.1 Reactivos empleados	35
2.1.2 Mezcla TiO ₂ /CuO	35
2.2 PROTOCOLO DE LAVADO DE VIDRIOS	36
2.2.1 Reactivos empleados	36
2.2.2 Soporte	37
2.3 PROTOCOLO SUSPENSIÓNDELA MEZCLA	37
2.3.1 Reactivos empleados	37
2.3.2 Preparación de la suspensión	37
2.4 PROTOCOLO DE POSICIÓN DE LA MEZCLA	38
2.5 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DE LAS PELÍCULAS DE LA MEZCLA TiO ₂ /CuO.	40
2.5.1 Elementos empleados	41
2.5.2 Prueba de funcionamiento de las películas con azul de metileno	41
2.6 METODOLOGÍA MICROBIOLÓGICA	42
2.6.1 Activación de la cepa	42
2.6.2 Igualación al patrón McFarland	42
2.6.3 Fotorreacción	42
2.6.4 Cuantificación del microorganismo	42
2.6.5 Incubadora	43

2.7 FOTORREACTOR	45
2.7.1 Materiales del fotorreactor	45
2.7.2 Descripción	45
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	
3.1 COMPORTAMIENTO DE LA MEZCLA	47
3.1.1 Método de impregnación húmeda	47
3.1.2 Método impregnación seca	47
3.2 LAVADO DE VIDRIOS	48
3.3 COMPORTAMIENTO DE LA SUSPENSIÓN	49
3.4 COMPORTAMIENTO DE LAS PELÍCULAS	50
3.4.1 Degradación de azul de metileno de las películas de la mezcla TiO ₂ /CuO	50
3.5 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA CON MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM)	61
3.6 CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL POR MEDIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	63
3.7 INACTIVACIÓN FOTOCATALÍTICA DE <i>E.coli</i>	64
3.7.1 Inactivación de <i>E.coli</i> con la película P17 de la mezcla TiO ₂ /CuO	64
3.7.2 Inactivación de <i>E.coli</i> con la película P27 de la mezcla TiO ₂ /CuO	66
3.7.3 Réplicas de la inactivación de <i>E.coli</i> con la película de la mezcla TiO ₂ /CuO	67
4. CONCLUSIONES	69
5. RECOMENDACIONES	71
BIBLIOGRAFÍA	69
ANEXOS	82

LISTA DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Proceso de oxidación avanzada	23
Figura 2. Estructuras cristalinas del TiO_2	27
Figura 3. Disco spin coating	30
Figura 4. Tipos de recuento en placa	33
Figura 5. Igualación al patrón de McFarland	34
Figura 6. Spin coating de la Universidad Nacional	38
Figura 7. Incubadora monitoreada por LabVIEW	44
Figura 8. Diagrama de la temperatura de la incubadora	44
Figura 9. Fotorreactor monitoreado por LabVIEW	46
Figura 10. Diagrama de la temperatura del reactor	46
Figura 11. Resultados impregnación	48
Figura 12. Resultado protocolo lavado de vidrios	48
Figura 13. Agitador de cabezal-Heidolph	49
Figura 14. Resultados deposición de las suspensiones	50
Figura 15. Caracterización morfológica de la película de Dióxido de titanio modificado con la solución diluida de CuSO_4	61
Figura 16. Caracterización morfológica de la película de Dióxido de titanio modificado con la solución saturada CuSO_4	62
Figura 17. Diafragtograma mezcla TiO_2/CuO	63

LISTA DE GRÁFICAS

	pág
Gráfica 1. Curva de calibración de Azul de Metileno	40
Gráfica 2. Concentración vs tiempo de las películas de los experimentos E1, E2 Y E3	51
Gráfica 3. Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los experimentos E1, E2 Y E3	52
Gráfica 4. Concentración vs tiempo de las películas de los experimentos E4, E5 Y E6	54
Gráfica 5. Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los experimentos E4, E5 Y E6	55
Gráfica 6. Concentración vs tiempo de las películas del experimento E7	56
Gráfica 7. Concentración vs tiempo de las películas del experimento E8	57
Gráfica 8. Concentración vs tiempo de las películas del experimento E9	58
Gráfica 9. Concentración vs tiempo de las películas del experimento E10	59
Gráfica 10. Inactivación de <i>E.coli</i> con la película de la mezcla TiO ₂ /CuO P17	65
Gráfica 11. Inactivación de <i>E.coli</i> con la película de la mezcla TiO ₂ /CuO P27	66
Gráfica 12. Réplicas de la inactivación de <i>E.coli</i> con la película de la mezcla TiO ₂ /CuO	67

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Experimentos realizados	pág. 39
Tabla 2. Datos obtenidos después de la inactivación con la película P17	65
Tabla 3. Datos obtenidos después de la inactivación con la película P27	66

LISTA DE CUADROS

Cuadro 1. Reactivos empleados para la elaboración de la mezcla	pág. 35
Cuadro 2. Reactivos empleados en el lavado de vidrios	36
Cuadro 3. Reactivos empleados para la suspensión de la mezcla	37
Cuadro 4. Elementos empleados para la prueba de azul de metileno	41
Cuadro 5. Tipo de luz usada en cada experimento	41
Cuadro 6. Materiales empleados para el fotorreactor	45

LISTA DE ECUACIONES

Ecuación 1. Unidades formadoras de colonia	pág 43
Ecuación 2. UFC/mL	64
Ecuación 3. Porcentaje de eficiencia de inactivación	64

LISTA DE ANEXOS

	pág
Anexo A. Método de impregnación húmeda	83
Anexo B. Método de impregnación seca	84
Anexo C. Preparación solución saturada de CuSO_4	86
Anexo D. Protocolo de lavado de vidrios	87
Anexo E. Proceso elaboración de la suspensión ultra turrax	89
Anexo F. Proceso elaboración de la suspensión en el agitador de cabezal	90
Anexo G. Método de deposición de la mezcla sobre vidrio	91
Anexo H. Metodología para la preparación e inactivación de <i>E.coli</i>	92
Anexo I. Certificado de análisis del agar plate count	93
Anexo J. Recuentos obtenidos a las horas 0, hora 6 y hora 9 de las réplicas R1, R2, R3 y R4.	94
Anexo K. Circuito del reactor Microbiológico	95
Anexo L. Datos obtenidos después de la Inactivación de <i>E.coli</i> con la película P17. Fotos del recuento hora 0, hora 4 y hora 9.	96
Anexo M. Datos obtenidos después de la Inactivación de <i>E.coli</i> con la película P27. Fotos del recuento hora 0, hora 4 y hora 9.	97
Anexo N. Datos obtenidos de las réplicas después de la inactivación de <i>E.coli</i> con la película de la mezcla TiO_2/CuO . R1, R2, R3 y R4.	98

LISTA DE ABREVIATURAS

AM: azul de metileno

UV: luz ultravioleta.

VIS: luz visible.

RPM: revolución por minuto.

UFC: unidades formadoras de colonia

GLOSARIO

ABSORBANCIA: es el logaritmo de la relación entre la intensidad luminosa incidente en una solución que posee el soluto estudiado y la intensidad luminosa transmitida.

BACTERIA GRAM POSITIVA: bacteria que se tiñen de color azul violeta o violeta por la tinción de Gram debido a que está formada en un 90% por peptidoglicano.

CICLO DE VIDA: reproductividad en unas condiciones de operación.

COLIFORMES TOTALES: bacterias que pertenecen a la familia Enterobacteriaceae lactopositivas. Son bacilos gramnegativos, aerobios y anaerobios.

DOCTOR BLADE: técnica utilizada para la deposición de películas por medio de una varilla de vidrio.

ESCHERICHIA COLI: bacteria gram negativa, anaerobia, termotolerante de origen fecal, microorganismo causante de enfermedades de origen hídrico.

FOTODEGRADACIÓN: cambios químicos en compuestos orgánicos, inorgánicos o bacterias como consecuencia de la absorción de luz visible.

FOTOREACTOR: recipiente donde se lleva a cabo la reacción química.

IMPREGNACIÓN: técnica utilizada para la impregnación del soporte con la solución que contiene la especie catalítica.

PRECURSOR: reactivo que se requiere para producir otra sustancia desde una reacción química.

SEMICONDUCTOR: fotocatalizador que altera la reacción química sin ser partícipe en esta, estos materiales presentan bandas de valencia con potencial oxidante (+1 a +3.5V).

SUSPENSIÓN: mezcla heterogénea la cual está constituida por un sólido (fase dispersa) que se dispersa en un medio líquido (fase dispersora).

VISIBLE: rango en el espectro electromagnético de longitudes de ondas con un radio de entre 400 nm y 700 nm que son visibles al ojo humano.

RESUMEN

En el presente trabajo de grado se llevó a cabo la elaboración de la mezcla de TiO_2/CuO por medio de dos métodos de impregnación, en los cuales se varió la concentración de la solución precursora CuSO_4 , de igual manera se determinó el método de deposición por spin coating y la cantidad necesaria de suspensión a depositar. Se mantuvo la temperatura de calcinación de 600°C establecida en el grupo de Materiales Fotoactivos.

La caracterización de las mezclas se realizó por microscopía electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos x (DRX).

Para realizar el ciclo de vida de las películas, estas fueron sometidas a pruebas de remoción de azul de metileno, las cuales comprobaron su funcionalidad. Una vez comprobada, se inicia el proceso fotodegradativo de las películas de la mezcla TiO_2/CuO en presencia de la bacteria *E.coli* con el fin de la inactivación del microorganismo en presencia de luz visible en un tiempo estimado de 9 horas. Una vez finalizado el tiempo se empleó el método de recuento en placa en superficie para la cuantificación de las UFC/mL obteniendo una reducción de nueve unidades logarítmicas respecto a las UFC/mL iniciales.

Se obtuvieron datos del 99,99% de eliminación de la bacteria en los tres primeros usos de la película de la mezcla TiO_2/CuO , en su cuarto uso se obtuvo una caída de la eficiencia del 47,85% comprobando que el método es repetible.

Palabras Claves: fotocatalisis, ciclo de vida, *E.coli*.

INTRODUCCIÓN

La calidad de vida de una población se ve reflejada en las condiciones de agua de esta, por lo cual la vigilancia de este líquido en Colombia ha permitido identificar los factores de riesgo y las poblaciones vulnerables, de acuerdo con el informe Nacional de Calidad del agua para consumo humano INCA 2015 en el cual se manifiesta que 5 departamentos muestran niveles de riesgo alto (35.1-80.0) representando el 29,2% de la población.

La conexión entre la salud y la calidad del agua cada vez son temas más preocupantes en las últimas décadas, debido a la contaminación que es ignorada por el gobierno sin embargo hoy en día es motivo de múltiples enfermedades y decesos en el mundo: responsable de unos 9 millones de muertes prematuras.¹ El agua afectada por la contaminación con microorganismos patógenos es la causa principal de muchas enfermedades tales como la Hepatitis A, el Cólera, la fiebre tifoidea y paratifoidea pero la que se presenta en mayor porcentaje es la enfermedad diarreica agua (EDAs)²³. De acuerdo con la resolución número 2115 de 2007 del Ministerio de Ambiente, vivienda y desarrollo territorial el valor del IRCA deberá estar entre 0-5% cuando cumple con los valores aceptables para garantizar la calidad del agua para consumo humano, no obstante, en Colombia la EDA ocupa los primeros lugares de mortalidad en menores de 5 años, fundamentalmente en municipios con mayor magnitud de necesidades básicas insatisfechas y mala calidad de agua para el consumo humano. Los indicadores publicados por el Ministerio de la protección social y OPS en el 2006 muestran muertes por enfermedad diarreica aguda en menores de 5 años, con una tasa de 1"160.000. .En el 2012 se presentaron 109 casos con una tasa de en menores de cinco años.⁴

Es de interés del Grupo de Materiales Fotoactivos de la Universidad de América reducir la tasa de mortalidad de los niños afectados por esta enfermedad que contiene microorganismos patógenos como lo son la *E.coli* a través de métodos eficientes, sostenibles y económicamente rentables, obteniendo porcentajes de eficiencias del 99,95% . Por ello, en este trabajo, se evaluó el ciclo de vida de las películas de TiO₂/CuO para la inactivación de *E.coli* en presencia de luz visible.

¹ ENCISO CAMACHO, Emanuel. La contaminación le cuesta a Colombia el 4,1 por ciento del PIB. En: periódico El tiempo. Redacciones salud e internacional. 22 de Octubre 2017.

² MÉNDEZ LOZANO, Nancy. Se incrementan 20% las enfermedades gastrointestinales en León. [Consultado el 7 de Junio 2018]. Disponible en : <https://www.elsoldeleon.com.mx/local/se-incrementan-20-las-enfermedades-gastrointestinales-en-leon>

³Ministerio de salud y protección social. Subdirección de Salud ambiental. Informe de calidad del agua para consumo humano INCA 2015. Obtenido de: https://www.minsalud.gov.co/sites/rid/Lists/BibliotecaDigital/RIDE/VS/PP/SA/inca-2015_reducido.pdf. [Consultado el 18 de mayo 2018]

⁴ Instituto Nacional de Salud. Informe evento Enfermedad Diarreica Aguda a SEM 16 de 2015.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Evaluar el ciclo de vida de las películas de TiO_2/CuO en la inactivación fotocatalítica de *E.coli* en presencia de luz visible.

OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Elaborar las películas de la mezcla TiO_2/CuO por el método impregnación húmeda.
- Caracterizar morfológica y estructuralmente las películas de mezcla de TiO_2/CuO obtenidas, por medio de SEM y DRX respectivamente.
- Adecuar el fotorreactor para la inactivación de *E.coli*.
- Establecer el ciclo de vida de las películas de la mezcla TiO_2/CuO para la inactivación de *E.Coli* por el método recuento en placa.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN

Las tecnologías o Procesos de Oxidación Avanzada (TOA's o AOP's)⁵ forman parte de las técnicas más utilizadas para el tratamiento de aguas⁶, estos procedimientos están basados en la generación de especies fuertemente oxidantes para la eliminación de compuestos solubles no biodegradables, presentes en las aguas residuales.⁷

Los AOP's son métodos basados en la oxidación química o fotoquímica de contaminantes disueltos en el agua.⁸ Se definen como procesos que involucran la generación y uso de especies poderosas transitorias, esencialmente hidroxilo (OH)⁹, grupo extraordinariamente reactivo, dado que ataca a la mayor parte de las moléculas orgánicas con velocidades constantes de orden 10^6 - 10^9 ($m^{-1}s^{-1}$)¹⁰, por causa de su elevado potencial de oxidación ($E^{\circ} = 2,80$ V), sólo superado por el flúor¹¹. El radical hidroxilo es uno de los más poderosos oxidantes, reaccionado de forma rápida con los productos químicos que lo rodean. El OH formado puede reaccionar de acuerdo a tres posibles modos según la literatura: abstracción del átomo de hidrógeno (deshidrogenación), adición electrofílica a un enlace insaturado (hidroxilación) y transferencia de electrones (redox).¹²

Las principales ventajas de los AOP's son¹³:

- Los contaminantes se transforman y se destruyen químicamente hasta la mineralización.

⁵ BELGIORNO, Vincenzo. NADDEO, Vincenzo. RIZZO, Luigi. Water, wastewater and soil treatment by Advanced Oxidation Process (AOPs). Italy. Edición 1.3. 2011. 53 p.

⁶ MIKLOS, David. REMY, Christian. JEKEL, Martin. LINDEN, Karl. DREWES, Jorge. HUBNER, Uwe. Evaluation of advanced oxidation processes for water and wastewater treatment- A critical review. Water Research. 2018.

⁷ CASTAÑEDA JÍMÉNEZ, Amparo. Procesos de oxidación avanzada aplicados en el tratamiento de aguas de la industria de petróleo. Bogotá. 2014. 14 p.

⁸ PEY CLEMENTE, Jaime. Aplicación de procesos de Oxidación Avanzada (Fotocatálisis solar) para tratamiento y reutilización de efluentes textiles. Universidad de Valencia. 45p.

⁹ VINCENT, Sergio. BERLANGA, José. MARTINEZ, Raúl. CLIMENT, Javier. Procesos de oxidación avanzada en el ciclo del agua. Universitat Jaume. 2017.

¹⁰ ANDREOZZI, Roberto. CAPRIO, Vincenzo. INSOLA, Amedeo. MAROTTA, Raffaele. Advanced oxidation processes (AOP) for water purification and recovery. Catalysis today. Italy. 1999. 51-59 p.

¹¹ GAYA IBRAHIM, Umar. Heterogeneous Photocatalysis using inorganic semiconductor solids. New York. Springer. 2014. 26 p.

¹² MOUSSET, Emmanuel. OTURAN, Nihal. OTURAN, Mehmet. An unprecedented route of OH radical reactivity evidenced by an electrocatalytical process: Ipso- substitution with perhalogenocarbon compounds. Applied Catalysis B: Environmental. 2018. 135-146 p.

¹³ FORERO, Enrique. ORTIZ, Patricia. RIOS, Fabián. Aplicación de procesos de oxidación avanzada como tratamiento de fenol en aguas residuales industriales de refinería. CT&F Ciencia, Tecnología y futuro. Santander. 2005. 100 p.

- No generan subproductos que requieran posterior tratamiento y/o eliminación.
- Son muy útiles para contaminantes refractarios que resisten otros métodos de tratamiento, principalmente el biológico.
- Operan en rangos donde los sistemas convencionales no son factibles.
- Son ideales para preparar las corrientes a tratamientos no convencionales.
- Aumentan la biodegradabilidad del agua residual.
- Funcionan para tratar contaminantes a muy baja concentración.
- Enriquecen las características organolépticas de las aguas tratadas.

1.1.1 Fotocatálisis heterogénea. La fotocatálisis heterogénea es una de las tecnologías de oxidación avanzada más importante para el tratamiento y purificación del agua¹⁴. Según la IUPAC se define como "reacción catalítica la cual involucra la absorción de luz por parte de un catalizador o sustrato"¹⁵. Se denomina heterogénea debido a que ocurre en una interface en la cual los reactivos y el catalizador se encuentran en diferentes fases, el catalizador suele ser un sólido cristalino o amorfo en una o más fases fluidas.¹⁶

Este proceso se fundamenta en la absorción directa o indirecta de fotones bien sea luz visible o UV por un semiconductor generalmente sólido.¹⁷ La excitación del semiconductor se puede llevar a cabo de dos formas:

- Por excitación directa del semiconductor, en la cual este absorbe los fotones que se van a gastar en el proceso.
- Por excitación inicial de las moléculas absorbidas en la superficie del catalizador, las que a su vez son capaces de inyectar electrones en el semiconductor.¹⁸

¹⁴PEY CLEMENTE, Jaime. Aplicación de procesos de oxidación avanzada (Fotocatálisis solar) para tratamiento y reutilización de efluentes textiles. Departamento de ingeniería textil y papelera. Universidad Politécnica de Valencia. Pg. 54.

¹⁵ MARTÍNEZ, Alama. Instituto Tecnológico de Toluca. Degradación azul de metileno y 4-clorofenol por fotocatálisis con luz ultravioleta, utilizando TiO₂ como catalizador. Metepec, Estado de México. Septiembre.2010. Pg. 9.

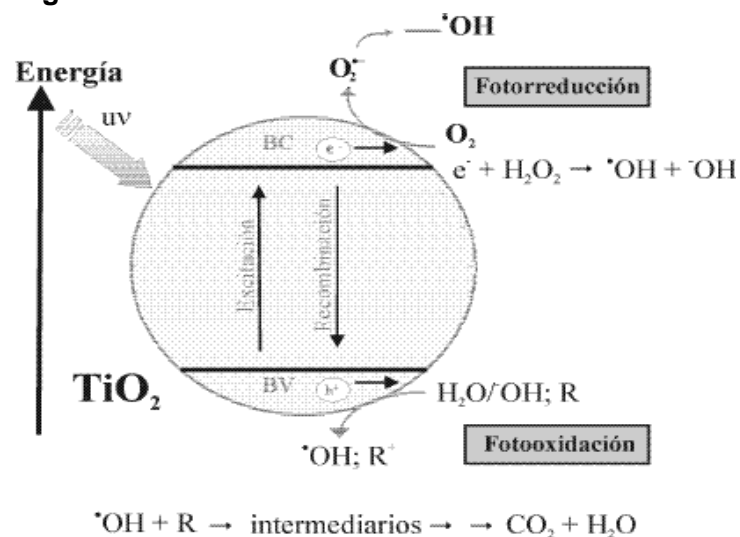
¹⁶ J.M, Costa. Diccionario de Química Física. Universitat de Barcelona. Diez de santos Ediciones. Madrid .2005. 64 p.

¹⁷ GUARÍN, Carolay. MERA, Adriana. Fotocatálisis heterogénea con TiO₂ para el tratamiento de desechos líquidos con presencia del indicador verde bromocresol. Revista Ingeniería Universidad de Medellín. 2011.

¹⁸ DOMÉNECH, X. JARDIM, W. F, Litter. Eliminación de contaminantes por Fotocatálisis Heterogénea: Procesos Avanzados de Oxidación para la eliminación de contaminantes. Editor: Miguel Blesa, Red CYTED VIII-G. Buenos Aires. 2001. 3-26 p.

En este proceso de oxidación avanzada el semiconductor recibe la radiación con un contenido energético ampliamente alto provocando la excitación de los electrones que saltan de la banda de valencia a la banda de conducción¹⁹, generando un par hueco(h⁺)- electrón (e⁻) y con estos a reacciones de oxidación-reducción que producen la degradación y la mineralización completa del contaminante.²⁰ Los centros de reacción se ubican en la superficie del catalizador, cuando el hueco reacciona con una molécula de agua se forma un radical oxhidrilo (OH^{*}) el cual es capaz de oxidar moléculas orgánicas, es necesario la presencia de un oxidante que pueda ser reducido por el electrón del par hueco-electrón generado sobre el catalizador.²¹ En la Figura 1.se puede observar el proceso de oxidación avanzada

Figura 1. Proceso de oxidación avanzada.



Fuente: Nuevos sistemas electroquímicos y fotoquímicos para el tratamiento de aguas residuales y de bebida. Revista Colombiana de Química. Vol. 34 N°2. Bogotá Dec.2015

1.1.2 Catalizador. El catalizador es una sustancia que aumenta la velocidad de una reacción química, sin modificar la variación de la energía libre de Gibbs²², en la fotocatalisis heterogénea el catalizador ideal debe ser fotoactivo, biológicamente y químicamente inerte, no corrosivo, apropiado para ser utilizado en luz visible, de bajo costo y no toxico.²³

¹⁹ G. SOGAARD, Erik. Chemistry of Advanced Environmental Purification Process of Water. Fundamentals and applications. Elsevier. 2014. 137 p.

²⁰ TERÁN SOLÍZ, MeryC. Estudio de la aplicación de procesos de oxidación avanzada a aguas contaminadas. Universidad politécnica de Catalunya. Barcelona. 2016.

²¹ MEJÍA MORALES, Julio César. SALGADO ALMANZA, Rafael. Fotocatalisis heterogénea solar: Aplicación de películas gruesas de TiO₂ en la eliminación de contaminantes emergentes en agua. Universidad autónoma de México. Coyoacán, Distrito Federal, México.

²² COSTA, J.M. Diccionario de Química Física. Publicacions i Edicions. Díaz de Santos Ediciones. Universitat de Barcelona. 2005. 65 p.

²³ JÍMENEZ MAZA, María. Energetic and environmental al evaluation of grey water treatment under a live cycle assessment approach. Universidad de Cantabria. 2017. 18 p.

Los principales componentes de un catalizador son:

- El agente activo: sustancia catalítica que produce la aceleración en la reacción química. Los agentes catalíticos pueden ser conductores metálicos, aislantes y semiconductores.²⁴
- El soporte: componente que sirve como base y ligazón para el constituyente activo.²⁵
- El promotor: sustancia química que se agrega al catalizador para mejorar sus propiedades tales como su actividad, selectividad o resistencia a la desactivación.²⁶

La separación fácil de los reactivos y productos constituye a una de las ventajas más grandes de la utilización de los catalizadores heterogéneos reduciendo el envenenamiento de la reacción y su posterior reutilización. Los catalizadores soportados presentan una mejor estabilidad, durabilidad y sencillo manejo²⁷, estos pueden ser adheridos a la superficie por medio de dos métodos: fisisorción o químisorción.²⁸

Las propiedades de los metales de transición tales como su gran variedad de estados de oxidación y orbitales de valencia casi completos los convierte en los catalizadores adecuados para una gran cantidad de procesos de activación²⁹. Asimismo son usados los óxidos metálicos tales como TiO_2 , $\text{Ti}_x\text{O}_{2x-1}$, NbO_x , MoO_x y SiO_2 debido a su alta actividad catalítica³⁰, por esta razón son llamados también fotocatalizadores, propiedad que es usada para la desinfección del agua y método de eliminación de varias bacterias tanto en luz solar como luz visible.³¹

²⁴ CARBALLO SUÁREZ, Luis Introducción a la Catálisis heterogénea. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería sede Bogotá. 2002. Pg. 4.

²⁵ CASTRO, Alberto. Sad, Mario. Catálisis Heterogénea. Fundamento de catálisis heterogénea. Universidad nacional del litoral.2014. 43p.

²⁶ GAYA, Umar Ibrahim. Heterogeneous Photocatalysis using inorganic semiconductor solids. Springer. Department of Pure and Industrial Chemistry. Bayero University Kani. Nigeria. 2014.

²⁷ MCNEIL, Steven. SUNDERLAND, Matthew. LEIGHS, Samuel. The Utilization of Wool as a Catalyst and as a Support for Catalysts. Applied Catalysis A: General. 2017

²⁸ CASTRO, Alberto. SAD, Mario. Catálisis heterogénea. Fundamentos de la catálisis heterogénea. Universidad nacional del litoral.

²⁹ POWER, P.P. Nature 463. 2010. 171- 177. Citado por: LI, Wenling. MA, Xiaoli. WALAWALKAR, Mrinalini G. YANG, Zhi. ROESKY, Herbert W. Soluble aluminum hydrides function as catalysts in deprotonation, insertion, and activation reactions. Coordination Chemistry Reviews. 2017

³⁰ MOGHADAM ESFAHANI, Reza Alipour. FRUEHWALD, Holly M. EASTON, Bradley E. Enhancing fuel cell catalyst layer stability using a dual-function sulfonated silica-based ionomer. Applied Catalysis B: Environmental 232. 2018. 314- 231 p.

³¹ BAGHER ASKARI, Mohammad. TAVAKOLI BANIZI, Zoha. SOLTANI, Sahar. Comparison of optical properties and photocatalytic behavior of $\text{TiO}_2/\text{MWCNT}$, CdS/MWCNT and $\text{TiO}_2/\text{CdS}/\text{MWCNT}$. Optic 157. 230-239 p.

1.1.3 Semiconductores. Una sustancia que conduce la electricidad se llama conductor, y una sustancia que no conduce electricidad se llama aislante. Se le denomina semiconductor a sustancias que poseen ambas propiedades.³² Este fotocatalizador es el que modifica la reacción química sin ser implicado en esta, estos materiales presentan bandas de valencia con potencial oxidante (+1 a +3.5V) y bandas de conducción moderadamente reductoras (+0.5 a-1.5V).³³

Los semiconductores de banda ancha, en su mayoría óxidos metálicos, pertenecen a un grupo de materiales sensibles a las luces ampliamente estudiados conocidos como fotocatalizadores de la reducción de agua.³⁴ En el caso de la fotocatálisis heterogénea, se emplean semiconductores que se encuentran en estado sólido, en suspensión acuosa o gaseosa. Existen múltiples de estos fotosensibilizadores como Al_2O_3 .ZnO, FeO_3 Y TiO_2 ³⁵, a pesar de ello es más usado es el dióxido de titanio en forma de rutilo y anatasa, siendo esta la fase más efectiva en el tratamiento de aguas residuales, ya que presenta una actividad fotocatalítica alta, estabilidad frente a la foto-corrosión, es inerte químicamente y su toxicidad es baja³⁶.

Los semiconductores tienen las siguientes propiedades específicas:³⁷

- Su conductividad depende de condiciones externas: voltaje, luz, calor, exposición a radiaciones ionizantes, rayos ultravioleta.
- Su conductividad mejora al aumentar la temperatura.
- Tienen dos tipos de conductividad: tipo n (electrónica) y tipo p (de huecos).

³² Properties of semiconductors. Semiconductor Room. 1 p. [en línea]. [Consultado el 28 de marzo]. Disponible en: <https://www.hitachi-hightech.com/global/products/device/semiconductor/properties.html>.

³³BARRERA ANDRADE, José. Degradación de colorantes textiles en soluciones acuosas usando catalizadores mesoporosos de TiO_2/SiO_2 dopados con Fe. Universidad Nacional Autónoma de México. México, D.F.Marzo 2016. 23 p.

³⁴ STROYUK, Oleksandr. Solar light harvesting with Nanocrystalline semiconductors. Ucrania. 2017. 39 p.

³⁵ GARCÉS GIRALDO, Luis Fernando. MEJÍA FRANCO, Edwin Alejandro. SANTAMARÍA ARANGO, Jorge Julián. La fotocatálisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Universidad Autónoma del Estado de México. Revista Lasallista de Investigación. Vol I N°1.2014. Pg. 86.

³⁶ FOX, Mayre Anne.T, Maria. Heterogeneous Photocatalysis. Department of Chemistry and Biochemistry. University of Texas. Austin, Texas. 1993.

³⁷ SAMURKOV, Lily. Electromagnetismo y ondas materiales. Textos y ejercicios de física. 2012. 57p.

1.1.4 Dióxido de titanio (TiO₂). El dióxido de titanio es uno de los semiconductores tipo n³⁸ más investigados desde el descubrimiento de su propiedad de división de agua³⁹, propiedad antimicrobiana, purificación de aire y agua^{40 41}.

Este óxido metálico es clasificado como un buen catalizador debido a su estabilidad química, física, disponibilidad, bajo costo, no toxicidad^{42 43}, respetuoso del medio ambiente, biocompatible⁴⁴ y por poseer la capacidad de degradar diversa gama de productos químicos del agua^{45 46}. Adicionalmente el TiO₂ posee una configuración electrónica favorable, excelentes propiedades de absorción de luz y un estado de vida excitado.⁴⁷

El TiO₂ se cristaliza en tres estructuras diferentes como muestra la figura 2: rutilo (Tetragonal), anatasa (Tetragonal) y brookita (ortorrómbica)⁴⁸. No obstante la fase anatasa presenta una mayor actividad fotocatalítica⁴⁹ debido a que el valor del

³⁸ MUNIRATHINAM, Balakrishnan. R, Narayanan. NEELAKANTAN, Lakshmana. Electrochemical and semiconducting properties of thin passive film formed on titanium in chloride medium at various pH conditions. *Thin Solid Films* 598. 2016. 260 -270 p.

³⁹ FRANG, Wenzhang. XING, Mingyang. ZHANG, Jinlong. Modifications on reduced titanium dioxide photocatalyst. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews* 32. 2017.

⁴⁰ HU, Xi. HU, Xinjiang. TANG, Chumfang. WEN, Shizhi. WU, Xiaofu. LONG, Jian. YANG, Xiong. WANG, Hui. ZHOU, Lu. Mechanisms underlying degradation pathways of microcystin-LR with doped TiO₂ photocatalysis. *Chemical Engineering Journal*. 2017. 355-371 p.

⁴¹ OCHOA, Yasser. ORTEGÓN, Yamileth. Síntesis de TiO₂ fase anatasa, por el método sol-gel: estudio del efecto de la presencia de AcacH en el sistema. Grupo de ciencia y tecnología de Materiales Cerámicos. Departamento de Física. Universidad del Cauca. Popayán, Cauca, Colombia. *Revista Facultad Universidad de Antioquia* N°52. Marzo. 2010. Pg. 29.

⁴² CHOKSUMLITPOL, Pimsuree. MANGKORNKARN, Chayangkoon. SUMTONG, Peerawith. ONLAOR, Korakot. EIAD-UA, Apiluck. Fabrication of anodic Titanium Oxide (ATO) for wastewater treatment application. *Materials today. Proceedings*. 2017. 6124-6128 p.

⁴³ SORNALINGAM, K. MCDONAGH, A. ZHOU, L. Photodegradation of estrogenic endocrine disrupting steroidal hormones in aqueous systems: Progress and future challenges. *US National library of medicine. National Institutes of health*. 2016. 209-224 p.

⁴⁴ RENTUAN, Zhang. AHMED, A Elzatahry. SALEM, S Al-Deyab. DONGYUAN, Zhao. Mesoporoustitania: from synthesis to application. *Nano today*. 2012. 344-366 p.

⁴⁵ ZHANG, Y. ZHOU, J. L. NING, B. Photodegradation of stone and 17beta- estradiol in water. *Water Res*. 2001. 19-26 p.

⁴⁶ YU, J. HE, C. X Lio. Wu, J. HU, Y. ZHANG, Y. Removal of perfluorinated compounds by membrane bioreactor with powdered activated carbon (PAC) adsorption onto sludge and PAC. *Desalination*. 2014. 23-28 p.

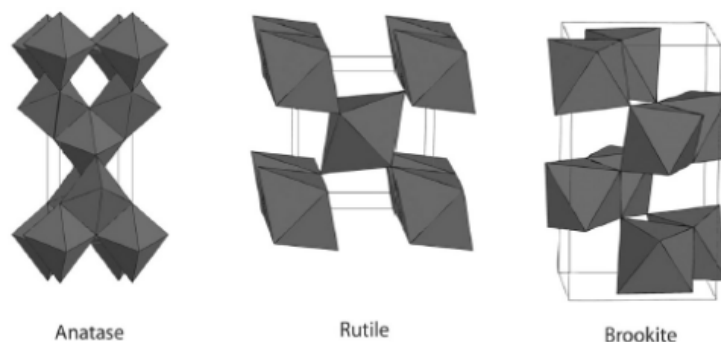
⁴⁷ BENHEBAL, H. CHAID, M. SALMON, T. GEENS, J. LEONARD, A. LAMBERT S.D. Photocatalytic degradation of phenol and benzoic acid using zinc oxide powders prepared by the sol-gel process. *Alexandria Eng.* 2013. 517-523 p.

⁴⁸ KLEIMAN, Ariel Javier. Crecimiento de películas de dióxido de titanio con un arco catódico: funcionalización de superficies. Universidad de Buenos Aires. Departamento de física. 2011.

⁴⁹ DELSOUZ KHAKI, Mohammad Reza. SALEH SHAFEEYAN, Mohammad. ABDUL RAMAN, Abdul Aziz. ASHRI WAN DAUD, Wan Mohd. Application of doped photocatalysts for organic pollutant degradation. *Journal of environmental Management*. 2017. 78-94 p.

intervalo de su banda de valencia es relativamente alto (3.2 eV)⁵⁰, produciendo pares de electrón-hueco que causan 29 reacciones redox para la degradación de contaminantes en la superficie del TiO₂.⁵¹

Figura 2. Estructuras cristalinas del TiO₂.



Fuente: Mohamman Reza Khaki. Application of doped photocatalysts for organic pollutant degradation- A review. Journal of Environmental Management.2017.

1.1.5 Dióxido de titanio modificado. Una desventaja del TiO₂ puro es su larga banda prohibida, la cual solo se activa después de la irradiación con fotones de UV, restringiendo su práctica eficiente para aplicaciones solares.⁵² Por consiguiente es necesario modificar el TiO₂ para facilitar la absorción de luz visible o radiación solar.⁵³

Las modificaciones mejoran las propiedades físicas y/o químicas del TiO₂ mejorando su rendimiento fotocatalítico⁵⁴, cuando se dopa con un metal elimina una amplia gama de contaminantes en el agua⁵⁵

⁵⁰ RATOVA, Marina. KLAISRI, Rachan. PRASERTHDAM, Piyasan. KELLY, Peter J. Visible light active photocatalytic C-doped titanium dioxide films deposited via reactive pulsed DC magnetron co-sputtering: Properties and photocatalytic activity. Vacuum. 2018. 214-224 p.

⁵¹ RAJENDRAN, Kalimuthu. GAJENDIRAN, Mani. KIM, Sungjun. KIM, Kyobum. BALASUBRAMANIA, Sengottuvelan. Synthesis and characterization of biocompatible zinc oxide nanorod 2 doped-titanium dioxide nanosheet. Journal of industrial and engineering chemistry. 2017.

⁵² IRIE, Hiroshi. WATANEBE, Yuka. HASHIMOTO, Kazuhito. Nitrogen- Concentration dependence on photocatalytic activity of TiO₂xN_x powders. The journal of physical chemistry. 2003. 5483-5486 p.

⁵³ QIU, Xiaoqing. MIYAUCHI, Masahiro. SUNADA, Kayano. MINOSHIMA, Masafumi. LIU, Min. LU, YUE. LI, Ding. SHIMODAIRA, Yoshiki. HOSOGI, Yasuhiro. KURODA, Yasushi. HASHIMOTO, Kazuhito. Hybrid Cu_xO/TiO₂ Nanocomposites as Risk-Reduction Materials in Indoor Environments. Journal Acsnano. Vol 6. N°2. 2012. 1609 p.

⁵⁴ FRANG, Wenzhang. XING, Mingyang. ZHANG, Jinlong. Modifications on reduced titanium dioxide photocatalyst. Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews 32. 2017. 21-39 p.

⁵⁵ PELAEZ, Miguel. NOLAN, Nicholas. PILLAI, Suresh C. A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. Applied catalysis: Environmental. 2012. 331-349 p.

1.1.6 Dióxido de titanio modificado con CuO. Estudios realizados han demostrado que el Oxido cúprico posee metales de transición altamente activos, siendo semiconductores tipo p adecuados para diversas aplicaciones⁵⁶, mostrando uniformidad estructural y distribución total de las partículas de CuO en las capas soportadas por TiO₂.⁵⁷

La adhesión de CuO en nanopartículas de TiO₂ no solo mejora la actividad fotocatalítica bajo luz visible, de igual forma incrementa la eficiencia cuántica y el nivel de carga transferrelativo a aquellas nanopartículas de TiO₂.⁵⁸

El TiO₂/CuO es eficiente, rentable y fácil de fabricar puesto que es preparado por el método de impregnación utilizando Degussa P25⁵⁹ además de poseer una capacidad antibacteriana óptima contra *E.coli*.⁶⁰ De igual modo el CuO dispone de una amplia banda prohibida (1.4V), excelentes propiedades antibacterianas, viable acceso, baja toxicidad y bajo costo⁶¹.

1.2 METODO DE PREPARACIÓN DE LA MEZCLA

En los últimos años se ha estudiado la fotocatalisis de semiconductores basados en la modificación de las propiedades ópticas y electrónicas del TiO₂⁶², de igual forma se han investigado nuevos semiconductores con mejores propiedades⁶³. Se utilizara la solución precursora CuSO₄ disminuyendo la energía de la banda prohibida del TiO₂ para ser usado en luz visible⁶⁴ obteniendo la mezcla TiO₂/ CuO por el método

⁵⁶ HU, H. Wu, Y. ZHAO, X. WAN, H. YANG, L. HONG, J. YU, Q. DONG, L. CHEN, Y. JIAN, C. WEI, J. XU, P. 2006. Influence of impregnation times on the dispersion of CuO on anatase. J. Mol. Catal. A Chem. 243. 2006. 24–30 p.

⁵⁷ DI DONG, Cheng. WEN CHEN, Chiu. KAO, Chih Ming. HUNG, Chang Mao. Synthesis, characterization, and application of CuO-modified TiO₂ electrode exemplified for ammonia electro-oxidation. Process Safety and Environmental protection. 2017.

⁵⁸ YU, Yi-Hsien. CHEN, Ying-Pin. CHENG, Zhengdong. Microwave- assisted synthesis of rod-like CuO/TiO₂ for high- efficiency photocatalytic hydrogen evolution. International journal of Hydrogen Energy. 2015.

⁵⁹ XU, Shiping. SUN, Darren Delai. Significant improvement of photocatalytic hydrogen generation rate over TiO₂ with deposited CuO. International journal of Hydrogen Energy. 2009. 6096 – 6104 p.

⁶⁰ MIAO, Yingchun. XU, Xiaolin. LIU, Kaiquan. WANG, Ninghong. Preparation of novel Cu/TiO₂ mischrcrystal composites and antibacterial activities for Escherichia coli under visible light. Ceramics International. 2017.

⁶¹ SHENG, Pengtao. LI, Weili. DU, Pangwei. CAO, Kesheng. CAI, Qingyun. Multi-Functional CuO nanowire/ TiO₂ nanotube arrays photoelectrode synthesis, photocatalysis and SERS applications. Talanta. 2016. 537-546 p.

⁶² PARK, Hyunwoong. PARK, Yiseul. KIM, Wooyul. WONYONG, Choi. Surface modification of TiO₂ photocatalyst for environmental applications. Journal of photochemistry and photobiology. Volume 15. Issue 1. 2013. 1-20 p.

⁶³ TONG, H. OUYANG, S. BI, Y. UMEZAWA, N. OSHIKIRI, M. YE, J. Nano-photocatalytic materials: possibilities and challenges. Adv. mater. 2012.

⁶⁴ MORADI, Vahid. JUN B.G, Matin. BLACKBURN, Arthur. HERRING, Rodney A. Significant improvement in visible light photocatalytic activity of Fe doped TiO₂ using an acid treatment process. Applied Surface Science. Volume 427. 2018. 791-799 p.

convencional de impregnación^{65 66}, asegurando una alta dispersión del CuO sobre el dióxido de titanio además de mantener sus características individuales de cada uno de estos compuestos.⁶⁷

1.3 ELABORACIÓN DE LAS PELÍCULAS

Entre las tres fases de las películas delgadas de TiO₂, la anatasa es el polimorfo más activo como fotocatalizador debido a su estructura única⁶⁸. Para llevar a cabo su fotodegradación es indispensable que la suspensión de la mezcla se adhiera y muestre buena uniformidad de la monocapa en el área del sustrato⁶⁹ para así obtener películas delgadas⁷⁰. Para llevar a cabo la correcta difusión, se selecciona un método de deposición para el efluente líquido.

1.3.1 Spin coating. Método de recubrimiento por rotación que genera películas delgadas en las cuales la mezcla se extiende uniformemente sobre la superficie del sustrato a causa de la fuerza centrífuga y la tensión superficial de la solución⁷¹. Esta aceleración se alcanza con un disco que gira a una gran velocidad angular ω como se muestra en la figura 3, produciendo capas finas y reproducibles.⁷²⁷³

⁶⁵ CLARIZIA, Laura. SPASIANO, Danilo. SOMMA, Ilaria. MAROTTA, Raffaele. ANDREOZZI, Roberto. DIONYSIONU, Dionysios. Copper modified- TiO₂ catalysts for hydrogen generation through photoreforming of organics. A short review. International Journal of Hydrogen Energy. Volume 39, Issue 30. 2014. 16812-16831 p.

⁶⁶ KHEMTHONG, Pongtanawat. PHOTAI, Pairat. GRIDANURAK, Nurak. Structural properties of CuO/TiO₂ nanorod in relation to their catalytic activity for simultaneous hydrogen production under solar light. International Journal of Hydrogen Energy. Volume 38, Issue 36. 2013. 15992-16001 p.

⁶⁷ MONTERO, Natalia. Síntesis y caracterización de varios sustratos de dióxido de titanio (TiO₂) modificados con dímeros y trímeros de metales de transición para la producción de hidrógeno. Facultad de Ingeniería Química. Universidad de Costa Rica. San José. Costa Rica. 2014. Pg. 59.

⁶⁸ RENUGADEVI, R. VENKATACHALAM, T. NARAYANASAMY, R. DINESH KIRUPHA. Preparation of Co doped TiO₂ nano thin films by Sol Gel technique and photocatalytic studies of prepared films in tannery effluent. Optik Optics. 2016

⁶⁹ SAKSHUM, Khanna. UTSAV. PRIYANKA, Marathe. CHALIYAWALA, Harsh. NARASIMMAN, Rajaram. DEBMALYA, Roy. BANERJEE, Rupak. MUKHOPADHYAY, Indrajit. Fabrication of Long-Ranged Close-Packed Monolayer of Silica Nanospheres by Spin Coating. Engineering aspects. 2018.

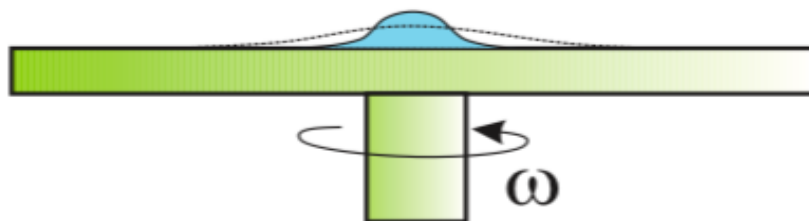
⁷⁰ WANICHAYA, Mekprasart. THANAKORN, Thanakorn. JIRAVAT, Rattanakorn. WICHARN, Techitdheera. WISANU, Pecharapa. Effect of Nitrogen Doping on Optical and Photocatalytic Properties of TiO₂ Thin Film Prepared by Spin Coating Process. 10th Eco-Energy and Materials Science and Engineering. 2013. 746-750 p.

⁷¹ Spin-coating: A new approach for improving dispersion of cellulose nanocrystals and mechanical properties of poly (lactic acid) composites

⁷² BALZAROTTI, Riccardo. CRISTIANI, Cinzia. FRANCIS, Lorraine, F. Spin coating deposition on complex geometry substrates: influence of operative parameters. Surface and Coatings Technology. Volume 330. 2017. 1-9 p.

⁷³ ASLAM, Raheema. GONZÁLEZ VIÑAS, Wenceslao. Spin-coating of moderately concentrated superparamagnetic colloids in different magnetic field configurations. Colloids and Surfaces A. 2017. 530-535 p.

Figura 3. Disco spin coating.



Fuente: Cueto, E. Chinesta F. Numerical simulation of spin coating processes involving functionalized carbon nanotube suspensions. International Journal of Material Forming manuscript.

1.4 CICLO DE VIDA DE UN CATALIZADOR

El ciclo de vida de un catalizador está relacionado con la desactivación de la sustancia. La desactivación catalítica es la reducción de sitios activos en ciertas condiciones de operación, conforme a esto el catalizador presenta pérdida de actividad de cinco maneras diferentes:

- **ENVENENAMIENTO:** reducción de los sitios activos debido a la presencia de venenos⁷⁴ los cuales se quimisorben irreversiblemente disminuyendo el número de sitios activos.
- **ENVEJECIMIENTO:** se debe a procesos de degradación de la estructura del catalizador en las condiciones de reacción. De igual modo se define como la pérdida del área de superficie activa por la temperatura.⁷⁵
- **ENSUCIAMIENTO:** es causado por el depósito de especies de la fase fluida en la superficie del catalizador, provocando el cubrimiento y bloqueo de los sitios activos.⁷⁶
- **SINTERIZACIÓN O TRANSFORMACIÓN DE FASE⁷⁷:** cuando el catalizador y/o soporte se enfrentan a altas temperaturas y en algunas ocasiones a las

⁷⁴ PERALTA, M.Ariela .FERNANDEZ, José. Catalizadores para la combustión de material particulado emanado de combustibles diésel y biodiésel. Instituto de Investigaciones en Catálisis y Petroquímica. Santiago del Estero.

⁷⁵. HAWKINS, Gerard B. El impacto en el rendimiento del catalizador por envenenamiento y ensuciamiento de los mecanismos. [En línea] [Consultado el 18 de Julio del 2018]. Disponible en: <https://es.slideshare.net/GerardBHawkins/el-impacto-en-el-rendimiento-del-catalizador-por-envenenamiento-y-ensuciamiento-de-los-mecanismos>.

⁷⁶ CARBERRY, James J. Ingeniería de las reacciones químicas. Universidad del norte Dame. Editorial Géminis S.R.L. Buenos aires .Pg. 402.

⁷⁷ CARBALLO SUÁREZ, Luis M. B.S., M. Sc., Ph. D. en Ingeniería Química. Introducción a la Catálisis heterogénea. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería sede Bogotá. 2002. Pg. 406.

condiciones de la atmosfera reductora u oxidante, el catalizador sufre una disminución del área específica o se altera la naturaleza del agente catalítico el cual se desactiva.

- **VOLATILIZACIÓN:** es la pérdida de centros activos del catalizador por causa de su transformación, por reacción química de las especies volátiles (en fase gas).⁷⁸

El estudio de la desactivación del catalizador es una tarea desafiante ya que la pérdida de actividad catalítica es provocada por varias causas⁷⁹ como se mencionaron anteriormente, para ocasionar o forzar estos procesos de desactivación del TiO₂ se deben realizar varios ciclos⁸⁰. Por consiguiente en este trabajo de grado se modificó el TiO₂ con CuO a causa de que el TiO₂ dopado mejora la actividad foto catalítica prologándola por 3 horas⁸¹.

1.5 FOTOCATALÍISIS PARA DESINFECCIÓN

La fotocatalisis solar ha demostrado ser un proceso de degradación para contaminantes orgánicos acuosos que conduce a la mineralización total de una gran cantidad de compuestos⁸² de igual forma para la desinfección de agua.

⁸³

El agua se desinfecta para eliminar los patógenos derivados de las heces que quedan después del tratamiento de agua potable o agua residual.⁸⁴ Uno de los fotocatalizadores que tiene el gran potencial para la desinfección e inactivación de patógenos dañinos como *E.coli* en medios acuosos es el TiO₂.⁸⁵

⁷⁸ LÓPEZ FONSECA, Rubén. Catalizadores sólidos. Departamento de Ingeniería Química. Universidad del País Vasco. [En línea][Consultado el 18 de Julio del 2018]. Disponible en: https://ocw.ehu.eus/pluginfile.php/3882/mod_resource/content/1/cineticaqui/transparencias-de-los-temas/transparencias_tema_06.pdf

⁷⁹ TORRES MANCERA, Pablo. ANCHEYTA, Jorge. MARTÍNEZ, Jeremias. Deactivation of a hydrotreating catalyst in a bench-scale continuous stirred tank reactor at different operating conditions. *Journal fuel*. 2018. 326,334 p.

⁸⁰ EL-ALAMI, W. GARZÓN SOUSA, D. DÍAZ GONZÁLEZ, J.M. FERNÁNDEZ RODRIGUEZ. GONZÁLEZ DÍAS, O. DOÑA RODRÍGUEZ, J.M. AZZOURI, M. ARAÑA, J. TiO₂ and F-TiO₂ photocatalytic deactivation in gas phase. *Journal chemical physics letters*. Volume 682. 2017. 164-170 p.

⁸¹ HUIHUI, Li. YIN, Shu. TSUGIO, Sato. Persistent de NOx Ability of CaAl₂O₄: (Eu, N)/TiO₂-xN_y Luminescent photocatalyst. *Nanoscale Res Lett*. 6.2010.

⁸² FERNÁNDEZ, P. BLANCO, J. SICHEL, C. MALATO, S. Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors. *Catalysis Today*. Volume 101, Issues 3-4. 2005. 345- 352 p.

⁸³ GORA, Stephanie. LIANG, Robert. ZHOU, Norman. Photocatalysis with Easily Recoverable Linear Engineered TiO₂ Nanomaterials to Prevent the Formation of Disinfection Byproducts in Drinking Water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2017.

⁸⁴ FERNÁNDEZ, P. BLANCO, J. SICHEL, C. MALATO, S. Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors. *Catalysis Today*. Volume 101, Issues 3-4. 2005. 345- 352 p.

⁸⁵ REDDY LAXMA, Venkata. KAVITHA, Bekuri. REDDY KUMAR, Police, Anil. KIM, Ki- Hyun. TiO₂-based photocatalytic disinfection of microbes in aqueous media: A review. *Environmental Research*. 2017.

El agua contaminada por agentes patógenos como la *E.coli* es de gran amenaza para la salud humana, por lo cual la fotocatalisis utilizada para la desinfección promete un futuro prometedor. A pesar de ello, la inactivación de bacterias con fotocatalisis en luz visible es aun limitada.⁸⁶

1.6 MÉTODO MICROBIOLÓGICO

La evaluación microbiológica llevada a cabo en este trabajo de grado es fundamental en la determinación de los microorganismos presentes en el agua contaminada. Para evaluar la actividad antimicrobiana del sistema fotocatalítico se deben tener claros los procedimientos a seguir para efectuar una adecuada interpretación de los datos y un buen desarrollo experimental.

1.6.1 Recuento en placa. El recuento en placa en superficie consiste en contar las unidades formadoras de colonia (UFC) halladas en un mililitro o gramo⁸⁷ de una alícuota de microorganismos, en este caso *E.coli*. La bacteria es inoculada en placas con cierta cantidad de muestra a condiciones ambientales determinadas.⁸⁸ Antes de la siembra el cultivo debe diluirse para obtener entre 30-300 UFC en cada placa, con el fin de reducir la cantidad de microorganismos en la muestra inicial. Como alternativa se encuentra el sistema de soluciones decimales, el cual consiste en diluir la muestra 10 veces por cada paso, permitiendo la disminución de la concentración de microorganismos para contabilizarlos.

Existen dos tipos de recuento en placa como se muestra en la figura 4:

- En superficie (siembra por extensión): Un volumen no mayor a los 0,5mL de la muestra se coloca sobre la superficie de la placa que contiene el medio de cultivo y se esparce con ayuda de un asa.
- En profundidad (siembra por vertido en placa): Un volumen mayor de 1mL de la muestra se vierte en la placa estéril. Se agita suavemente y se deja enfriar, luego siembra.⁸⁹

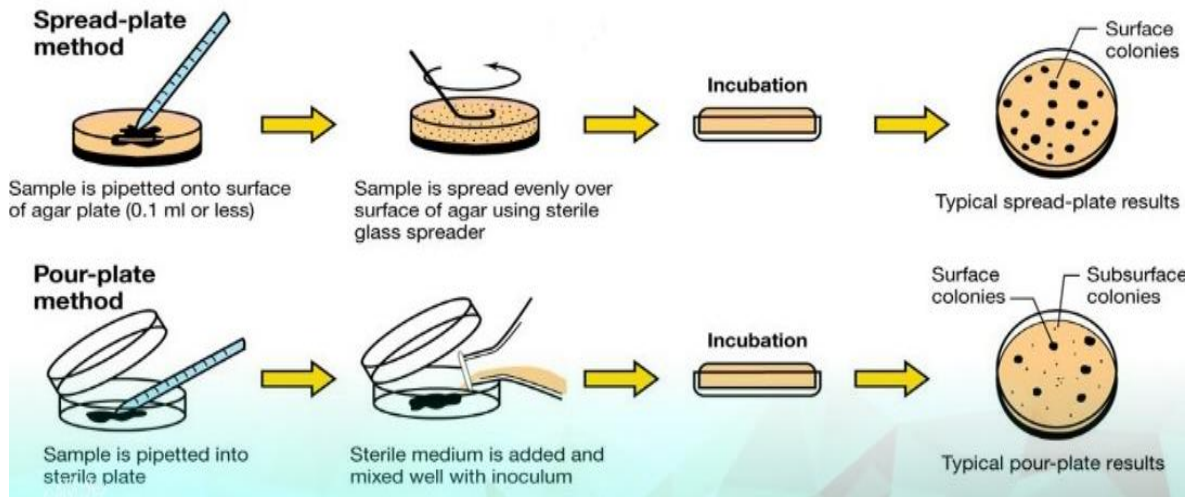
⁸⁶ ZHENG, Xiang. SHEN, Zhi-peng. CHENG, Can. SHI, Lei. CHENG, Rong. YUAN, Dong-hai. Photocatalytic disinfection performance in virus and virus/bacteria system by Cu-TiO₂ nanofibers under visible light. Environmental Pollution. 2018. 452-459 p.

⁸⁷ CAMACHO, A., M, Giles. Ortegón, A. PALAO, M.SERRANO, B. VELÁZQUEZ, O. Técnicas para el Análisis Microbiológico de Alimentos. 2ª ed. Facultad de Química, UNAM. México.2009. [Consultado el 8 de Julio del 2018]. Disponible en: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TecnicBasicas-Cuenta-en-placa_6527.pdf

⁸⁸ PADILLA, José. "Validación secundaria del método de recuento en placa en superficie de Bacillus cereus y Staphylococcus aureus en muestras de alimentos en un laboratorio de referencia". Bogotá. 2007, 109p. Trabajo de grado de pregrado en microbiología Industrial. Pontificia Universidad Javeriana, Facultad de ciencias básicas.

⁸⁹ Escritorio Biológico. BRCH. Técnicas de siembra de microorganismos. [Consultado el 11 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://gabrielescritoriobiologico.blogspot.com/2013/12/losmicroorganismos-estan-en-todas-partes.html>

Figura 4. Tipos de recuento en placa.



Fuente: Recuento de microorganismos en una muestra de agua. [en línea]. [Consultado el 9 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://natzone.org/index.php/component/content/article/16-frontpage-blog/educacion-ambiental/135-recuento-de-microorganismos-en-una-muestra-de-agua>

1.6.2 *Escherichia coli*. *Escherichia coli* es una bacteria gramnegativa, anaeróbica facultativa descubierta originariamente en el intestino de los humanos en 1885 por el bacteriólogo alemán Theodor Escherich.⁹⁰ La *E.coli* es una bacteria mesófila, debido a que su desarrollo óptimo se encuentra a una temperatura entre 35-43°C.⁹¹ La mayoría de *E.coli* es un habitante inofensivo del tracto intestinal y solo un pequeño porcentaje de las cepas se consideran patógenas⁹². Las cepas patógenas⁹³ pueden causar diarrea o enfermedades extraintestinales, siendo una de las principales causas de morbilidad y mortalidad en bebés y niños pequeños, especialmente en países de desarrollo.⁹⁴

⁹⁰ FENG, P. WEAGANT, S. GRANT, M. BRUKHARDT, W. Bacteriological analytical manual: Enumeration of *Escherichia coli* and the coliform bacteria. Bacterial. Anal. Man. N° 6.2002. 1-13p.

⁹¹ Seguridad e higiene alimentaria. *Escherichia coli*: características, patogenicidad y prevención. [en línea]. [Consultado el 13 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://www.betelgeux.es/blog/2016/01/19/escherichia-coli-caracteristicas-patogenicidad-y-prevencion-i/>

⁹² X, WU. D, SU. Enterotoxigenic *Escherichia coli* infection induces tight junction proteins expression in mice. Iranian Journal of veterinary research. Volume 19. 2018. 35-40 p.

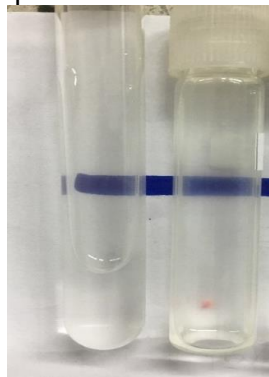
⁹³ LIANG, Wen-Jan. LIU, Hui-ying. DUAN, Guang-Cai. ZHAO, Yhong-xin. CHEN, Shuai-yin. YANG, Hai-Yan. XI, Yuan-Li. Emergence and mechanism of carbapenem-resistant *Escherichia coli* in Henan, China, 2014. Journal of infection and public health. 2017.

⁹⁴ GOMES, T.A.T. W.P, Elias. SCALETSKY, I.C.A. GUTH, B.E.C. FALCAO, J. PIAZZA, R.M.F. FERREIRA, L.C. MARTINEZ, M.B. Diarrheagenic *Escherichia coli*. Brazilian Journal of Microbiology. 2016.

1.6.3 *Escherichia coli* como microorganismo indicador de la calidad de agua. La contaminación microbiológica es una de las problemáticas que constituye al 90% de las intoxicaciones y transmisión de enfermedades producidas por el agua⁹⁵. La bacteria *E.coli* es un indicador de contaminación fecal, se considera como el indicador clásico de la posible presencia de patógenos entéricos en el agua. Este microorganismo es de elección para los programas de monitoreo para la verificación, como lo son los de vigilancia de la calidad de agua de consumo.⁹⁶ Estos microorganismos también se utilizan como indicadores de desinfección debido a que la *E.coli* es mucho más sensible a la desinfección que los protozoos y virus entéricos.

1.6.4 Patrón de Mc Farland. El patrón o estándar de Mac Farland se emplea como patrón de turbidez en la preparación de suspensiones de microorganismos. Este consta de una suspensión de sulfato de bario⁹⁷ precipitado, formado por la adición de ácido sulfúrico a una solución acuosa de cloruro de bario. El patrón de Mc Farland más utilizado es al 0,5% y corresponde aproximadamente a una suspensión homogénea de 1.5×10^8 células bacterianas por mL.⁹⁸ Este estándar debe agitarse antes de ser usado y debe ser comparado de forma visual con el inóculo preparado. Para esto, se deben mirar ambos tubos sobre una hoja de papel la cual contiene una línea negra como se muestra en la figura 5.

Figura 5. Igualación al patrón de McFarland



Fuente: elaboración propia.

⁹⁵ PULLÈS, Marlen Robert. Microorganismos indicadores de la calidad del agua potable en Cuba. Departamento de microbiología. Dirección de medio ambiente. 2013

⁹⁶ *Escherichia coli* y las bacterias coliformes termotolerantes. [Consultado el 14 de Agosto del 2018]. Disponible en: http://www.bvsde.paho.org/CD-GDWQ/docs_microbiologicos/Indicadores%20PDF/Ecoli_bacterias_termo.pdf

⁹⁷ TAROCO, R. SEIJA, V. VIGNOLI, R. Métodos de estudio de la sensibilidad antibiótica. . [en línea]. [Consultado el 13 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://www.higiene.edu.uy/bacvir/materiales/cefa/2008/BacteCEFA36.pdf>

⁹⁸ Medios de diagnóstico microbiológico hechos a tu medida. Inserto patrón McFarland. [en línea]. [Consultado el 13 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://mdmcientifica.com>

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1 PROTOCOLO DE ELABORACIÓN Y ACTIVACIÓN DE LA MEZCLA

2.1.1 Reactivos empleados.

Cuadro 1. Reactivos empleados para la elaboración de la mezcla.

Reactivo	Formula	Marca	Características
Dióxido de titanio	TiO ₂	Hombitam AFDC	Comercializado por la empresa sachtleben chemiegmbn, Alemania.
Dióxido de titanio	Aeroxide TiO ₂ P25	Evonick	Comercializado por la empresa Evonick.
Sulfato de cobre (III)	CuSO ₄	Merck	Precursor del óxido de cobre ⁹⁹ .
Polietilenglicol	C _{2n+2} H _{n+6} O _{n+2}	Merck	Solvente usado para la suspensión de la mezcla TiO ₂ /CuO.
Isopropanol	C ₃ H ₈ O	Merck	Solvente usado para la suspensión de la mezcla TiO ₂ /CuO.

Fuente: elaboración propia.

2.1.2 Mezcla TiO₂/CuO. El TiO₂ fue inmerso en la solución precursora la cual contiene el elemento que se quiere depositar, posteriormente se llevan a cabo en tres etapas para la transformación química del CuSO₄ a CuO.

- Impregnación: contacto del soporte en mezcla con agua destilada y la solución diluida del precursor de cobre por un cierto periodo de tiempo.
- Secado del soporte: Es removido el exceso de agua que persiste en el interior de los poros a través de calentamiento.

⁹⁹ PREETY. CHAUHAN, Nidhi. SHARMA, Swati. HOODA, Vinita. Improved protein determination assays obtained after substitution of copper sulfate by copper oxide nanoparticle. Analytical Biochemistry. 2018.

- Activación: activación del catalizador mediante calcinación.

Se seleccionaron dos métodos de preparación para la mezcla TiO₂/CuO: Impregnación húmeda anexo A e impregnación seca anexo B, los dos procedimientos se realizaron a una temperatura de calcinación de 550°C.

Para la elaboración de la mezcla por los dos métodos descritos en los anexos A y B se tuvieron en cuenta las características descritas que cada proveedor ofrece del Dióxido de titanio Hombitan AFDC y Aeroxide TiO₂ P25, como lo son las propiedades físicas y químicas con el fin de evaluar la influencia de este en el proceso fotocatalítico.

De igual forma para las cantidades de CuSO₄ depositadas en cada impregnación, se tuvo en cuenta la relación de la actividad fotocatalítica y la cantidad de óxido de cobre depositado sobre el TiO₂¹⁰⁰, basado en lo anterior para cada método descrito se utilizó una cantidad constante de TiO₂ tanto Hombitam AFDC y Aeroxide TiO₂ P25 y se varió el volumen de la solución del precursor añadido. Anexo C.

2.2 PROTOCOLO DE LAVADO DE VIDRIOS

2.2.1 Reactivos empleados.

Cuadro 2. Reactivos empleados en el lavado de vidrios.

Reactivos	Características
Detergente Neutro	Limpiador desengrasante
Agua desionizada	Solvente
Solución sulfocrómica	Solución diluida de dicromato de potasio en ácido sulfúrico concentrado.

Fuente: elaboración propia.

2.2.2 Soporte. El material que se usó para soportar la mezcla TiO₂/CuO fue vidrio ya que este cumple las condiciones para que la mezcla se pueda adherir de forma correcta para su posterior degradación de azul de metileno e inactivación de la bacteria *E.coli*.

El vidrio debe someterse a un proceso de limpieza, con la finalidad de retirar las impurezas y grasa, para la correcta adhesión de la suspensión al soporte. La mezcla o solución sulfocrómica es usada para la limpieza profunda del vidrio sobre todo cuando tiene incrustaciones de grasas y productos orgánicos. El procedimiento utilizado se muestra en el anexo D.

¹⁰⁰ MORENO CONEJO, David. BUITRAGO PUENTES, Camilo. Evaluación de la actividad fotocatalítica de una mezcla de oxido de cobre y dióxido de titanio mediante la degradación de azul de metinelo. Fundación Universidad de América. Bogota D.C. 2014. 34 p.

2.3 PROTOCOLO SUSPENSIÓN DE LA MEZCLA

2.3.1 Reactivos empleados.

Cuadro 3. Reactivos empleados para la suspensión de la mezcla.

Reactivos	Características
Mezcla TiO₂/CuO	Mezcla obtenida por impregnación.
Etilenglicol	Ocasiona homogeneidad, porosidad y adhesión en las películas de la mezcla TiO ₂ /CuO.
Isopropanol	Ocasiona adherencia en la deposición de la mezcla, favoreciendo la actividad fotocatalítica.

Fuente: elaboración propia.

2.3.2 Preparación de la suspensión. Posteriormente de la activación de la mezcla TiO₂/CuO, se realizaron dos procedimientos para la suspensión de la mezcla. El primero se muestra en el anexo E en donde se mezclaron los reactivos anteriormente mencionados en el ultra turrax T18 digital marca IKA durante 3 minutos y el segundo procedimiento, el cual se encuentra en el anexo F en donde se mezclaron los reactivos anteriormente mencionados en el agitador de cabezal marca Heidolph durante un periodo de media hora.

2.4 PROTOCOLO DEPOSICIÓN DE LA MEZCLA

La suspensión obtenida en el numeral anterior es llevada al spin coating, el cual consiste en un método de recubrimiento por rotación para la elaboración de películas delgadas¹⁰¹, las cuales se obtienen en el momento en que se hace girar el sustrato a altas velocidades¹⁰² extendiendo uniformemente la mezcla sobre la superficie del sustrato. En la figura 6. se muestra el equipo utilizado para la deposición de las películas de la mezcla TiO₂/CuO. Se debe tener en cuenta las revoluciones y el tiempo en que será depositada la suspensión, posteriormente se lleva a calcinación a 600°C. El procedimiento se evidencia en el anexo G. Asimismo se realizaron unas pruebas de deposición por medio de la técnica Doctor Blade, la cual consiste en la distribución de la suspensión en el sustrato por medio de una varilla de vidrio.

Figura 6. Spin Coating de la Universidad Nacional.



Fuente: elaboración propia.

En la siguiente tabla se da un resumen de todos los experimentos realizados, especificando la cantidad de cada variable utilizada.

¹⁰¹ MEKPRASART, Wanichaya. KHUMTONG, Thanakorn. Rattanak. TECHITDHEERA, Wicharn. PECHARAPA, Wisanu. Effect of Nitrogen Doping on Optical and Photocatalytic properties of TiO₂ thin film prepared by Spin Coating Process. Energy procedia. Energy and Materials Science and Engineering. 2013. 746-70 p.

¹⁰²University of Louisville. Spin coating theory Disponible en: <https://louisville.edu/micronano/files/documents/standard-operating-procedures/SpinCoatingInfo.pdf>

Tabla 1. Experimentos realizados

E	TiO ₂	Agua (mL)	Isopropanol(mL)	Etilenglicc (mL)	Método de impregnación	Temperatura de calcinación (°C)	tiempo de calcinación (h)	Método de suspensión	Tiempo de suspensión (min)	Películas elaboradas
E1	P25	NA	15	8	lh	615	2	AC	30	P1,P4
E2	P25	NA	15	4	lh	615	2	AC	30	P2,P5
E3	P25	NA	15	2	lh	615	2	AC	30	P3,P6
E4	H	10	15	8	lh	615	2	AC	30	P7,P12
E5	H	10	15	4	lh	615	2	AC	30	P8,P11
E6	H	10	15	2	lh	615	2	AC	30	P9,10
E7	P25	NA	15	4	NA	600	3	UT	3	P13,P14,P15
E8	P25	NA	15	4	ls	600	3	UT	3	P16,P17,P18,P19,P20,P21
E9	P25	NA	15	4	ls	600	3	UT	3	P22,P23,P24,P25,P26,P27
E10	P25	NA	15	4	NA	600	3	UT	3	P28,P29,P30,P31,P32,P33

Fuente: elaboración propia.

E: experimento
Aeroxide TiO₂ P25: P25
TiO₂ Hombitan: H
NA: no aplica

AC: agitador de cabezal
UT: ultra turrax
lh: impregnación húmeda
ls: impregnación seca.

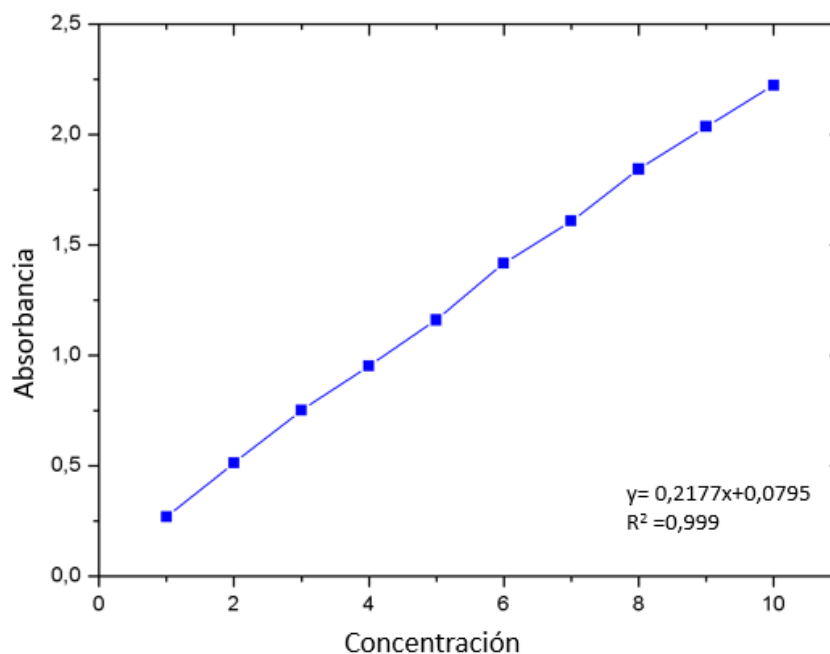
2.5 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO DE LAS PELÍCULAS DE LA MEZCLA TiO₂/CuO

Se realiza la degradación a una longitud de onda de 662 nm¹⁰³, debido a que este es el rango de longitud que absorbe el azul de metileno.

Se elaboran soluciones de azul de metileno de 1 a 10 ppm para construir la curva de calibración que permita conocer las concentraciones que serán utilizadas en el proceso fotodegradativo de las películas de cada experimento. La gráfica 1 muestra el comportamiento de las soluciones de azul de metileno, estos datos fueron medidos en un espectrofotómetro marca Spectrocuant Prove 300 durante un intervalo de tiempo establecido. Se obtuvo la ecuación, observándose un comportamiento lineal de acuerdo con la ley de Lambert-Beer, la cual describe la relación entre la luz que se absorbe a una cierta distancia y la concentración en un tiempo establecido.¹⁰⁴

Gráfica1. Curva de calibración de Azul de Metileno.

Curva de calibración de AM



Fuente: elaboración propia.

¹⁰³KOSEOGLU, Burcu. Methylene blue degradation in water using sol-gel made TiO₂ supported oxide photocatalysts. Master of Science. Izmir. 6 July 2011.

¹⁰⁴ PARARNIS, Mark J. OLDHAM, KEITH B. Beyond the Beer–Lambert law: The dependence of absorbance on time in photochemistry. Journal of photochemistry and photobiology A: Chemistry. 2013. 6-8 p.

2.5.1 Elementos empleados.

Cuadro 4. Elementos empleados para la prueba de azul de metileno.

Material	Características
LED'S UV y VIS.	Fuente de luz, 3 watts de potencia
REACTOR	Reactores de vidrio con capacidad de 30 mL depositados en una caja envuelta en aluminio.
BOMBA DE AIRE	Sistema de burbujeo.
ESPECTROFOTOMETRO	Spectrocuant Prove 300

Fuente: elaboración propia.

2.5.2 Prueba de funcionamiento de las películas con azul de metileno. Una vez finalizado el procedimiento de la elaboración de las películas se procedió a comprobar su actividad fotodegradativa debido a que es un método eficaz para descontaminación del medio ambiente causada por contaminantes orgánicos.¹⁰⁵

Para ello se realizan degradaciones de azul de metileno en UV y luz visible con concentraciones entre los rangos de 6ppm, 7ppm y 8ppm como se muestra en el cuadro 5. Se observó el comportamiento lineal $R^2: 0,999$, comprobando que estas soluciones cumplen con la ley de Lambert-Beer.

Cuadro 5. Tipo de luz usada en cada experimento

EXPERIMENTO	Tipo de luz
E1	UV
E2	UV
E3	UV
E4	UV
E5	UV
E6	UV
E7	UV
E8	UV-VIS
E9	UV-VIS
E10	UV-VIS

Fuente: elaboración propia.

¹⁰⁵ Qi,Kezhen. CHENG, Bei. YU, Jiaguo. HO, Wingkei. Review on the improvement of the photocatalytic and antibacterial activities of ZnO. Journal of Alloys and Compound. 2017. 792-820 p.

2.6 METODOLOGÍA MICROBIOLÓGICA

2.6.1 Activación de la cepa. Posteriormente de la prueba de funcionamiento de las películas, se procedió a llevar a cabo la evaluación microbiológica, para esto se utilizó la bacteria *E.coli* la cual se encontraba en crío conservación a -20°C . Dado que para llevar el cambio de fase de latencia a la fase exponencial de crecimiento del microorganismo se preparó un caldo de cultivo BHI a 37°C por 24 horas, con una agitación de 150 rpm logrando su activación. Una vez concluido el tiempo la bacteria es sembrada en una caja Petri con la finalidad de mantener las condiciones necesarias para el desarrollo del microorganismo.

Es indispensable verificar que el medio de cultivo cumpla con la prueba de esterilidad y efectividad estipulada por la Industria Nacional de microbiología S.A.S empresa certificada por el INVIMA para la distribución de medios de cultivo, esto se puede evidenciar en el anexo I.

2.6.2 Igualación al patrón Mc Farland. Una vez activada la cepa se tomó una muestra del cultivo usando un asa esterilizada en el mechero, se enfrió en el agar, seguidamente para estandarizar el inóculo se igualo una pequeña muestra al patrón 0,5 de Mc Farland comparando la turbidez en un tubo schott. Se emplearon 5 mL de Cloruro de sodio al 0,9% USP (solución salina) manteniendo las condiciones isotónicas del medio, con el propósito de evitar la muerte del microorganismo. Posteriormente se tomaron los 5mL, que fueron suspendidos en 35mL de agua destilada obteniendo una concentración del microorganismo entre 10^7 - 10^8 UFC/mL, para llevarlos al fotorreactor de 50 mL donde se llevó a cabo la reacción por un tiempo de 9 horas, se tomó muestra cada 1 hora, incluyendo la hora cero. En el anexo H se puede observar la metodología descrita anteriormente.

2.6.3 Fotorreacción. La fotorreacción se inicia en un recipiente con una capacidad de 50mL el cual es llevado al Fotorreactor, que está a una temperatura de 25°C ¹⁰⁶, luz visible y una perfecta agitación para el desarrollo adecuado del microorganismo. La reacción se llevó a cabo en un tiempo de 9 horas, tomando una muestra de 1,5 mL cada hora.

2.6.4 Cuantificación del microorganismo. Debido a que la concentración de microorganismo es muy alta se realizaron diluciones consecutivas en base 10, tomando alícuotas de 0,5 de los tubos de muestreo, estos se llevaron a un volumen

¹⁰⁶ CHÁVEZ SALCEDO, Miguel Ángel. VIVAS RIVEROS, Gabriel Andrés. Evaluación del efecto de la concentración del óxido de cobre (x) en mezclas con dióxido de titanio (TiO_2) (1-x) (CuO) (x) sobre la actividad microbica en presencia de luz visible. Trabajo de grado (Ingeniero químico).Universidad de América. 2014.

de 4,5 mL con solución salina previamente esterilizada en el autoclave para mantener la viabilidad del microorganismo sin afectar su concentración.

La técnica empleada fue recuento en placa en superficie, se llevó a cabo en placa petrifilm para el recuento de *E.coli*/Coliformes y caja Petri con agar plate count, las cuales se ejecutaron en tres pasos: inoculación, incubación y recuento.¹⁰⁷

- **Inoculación:** se inició con la inoculación aplicando en cada placa petrifilm 1mL de la muestra en el centro de la película inferior seguidamente se colocó el dispersor en la parte superior sobre el inóculo, presionando suavemente y retirando lentamente el dispersor, adicionalmente se esperó 1 minuto para incubar las placas en grupos de no más de 5 piezas en una incubadora por 48 horas a 35°C. Para la inoculación en las cajas Petri se vertió 0,1mL de muestra, la cual se homogenizó con el rastrillo.
- **Incubación:** se llevaron las placas a incubación por 24 horas a una temperatura de 35°C.
- **Recuento:** una vez concluido el tiempo se procedió a contar las unidades formadoras de colonia mediante la siguiente formula:

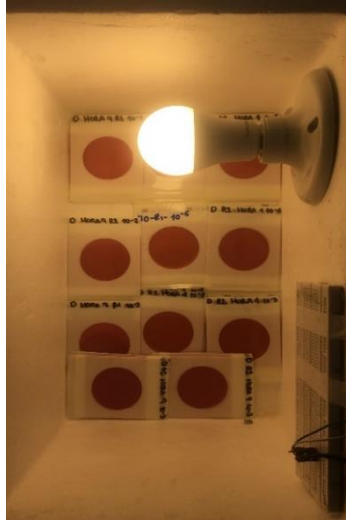
Ecuación 1. Unidades formadoras de colonia.

$$\text{Número real de M.O} = \text{UFC} * \text{dilución}^{-1} * \text{Muestra de siembra}$$

2.6.5 Incubadora. La incubadora mostrada en la figura 7. fue construida por el grupo de Materiales Fotoactivos, es usada para mantener la temperatura adecuada y hacer crecer el cultivo microbiológico. Es monitoreada y controlada por un software desarrollado en labVIEW, este es un instrumento de control de lazo cerrado donde la variable a controlar es la temperatura para mantener la fase exponencial de la bacteria.

¹⁰⁷ ALONSO NORE, Lina Ximena. POVEDA SANCHEZ, Jeimy Alexandra. Estudio comparativo en técnicas de recuento rápido en el mercado y placas petrifilm 3M para el análisis de alimentos. Trabajo de grado (Microbiólogo industrial).2008.

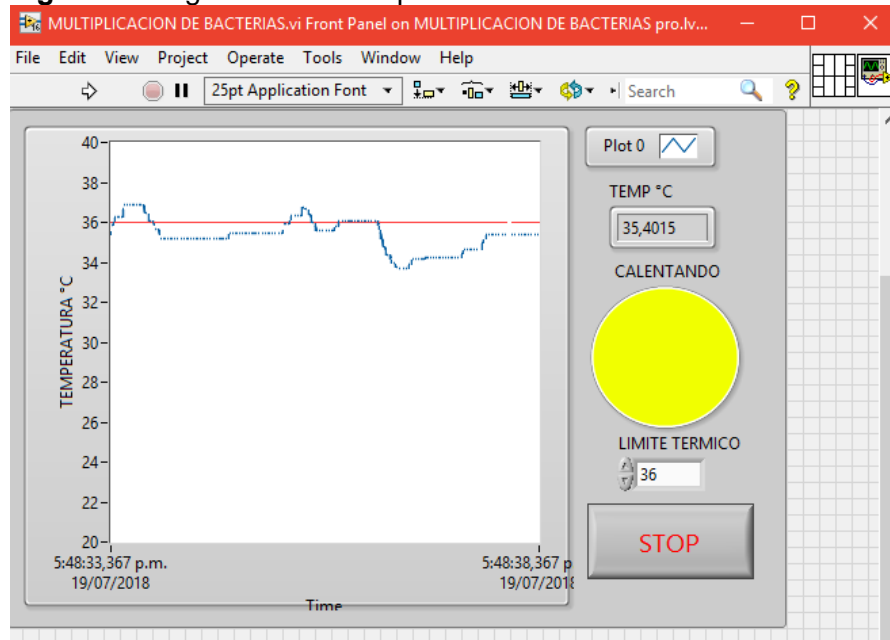
Figura 7. Incubadora monitoreada por LabVIEW



Fuente: elaboración propia.

Se monitoreo la temperatura con un sensor LM35, permitiendo la temperatura optima del crecimiento de la bacteria, debido a que la *E.coli* pertenece al grupo de los mesófilos, su temperatura optima de crecimiento está entre 35°C-43°C. Como se muestra en la figura 8 la temperatura se mantuvo en el límite térmico establecido.

Figura 8. Diagrama de la temperatura de la incubadora.



Fuente: elaboración propia.

2.7 FOTORREACTOR

2.7.1 Materiales del fotorreactor.

Cuadro 6. Materiales empleados para el fotorreactor.

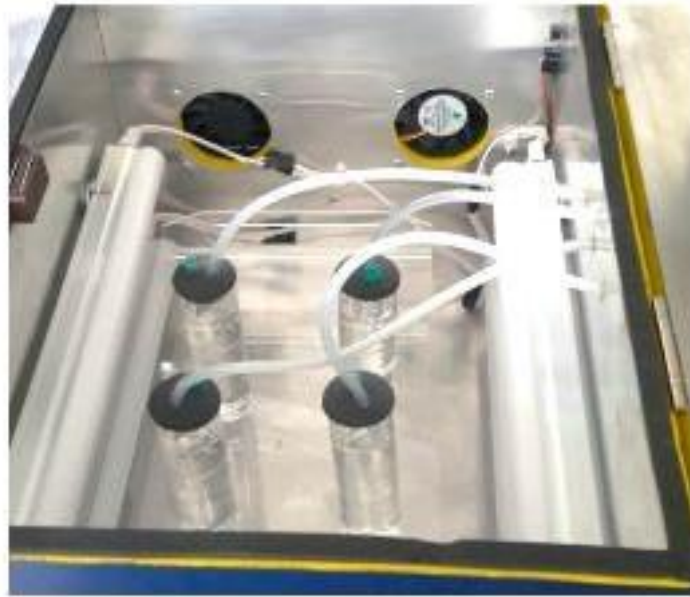
Material	Descripción
Caja de madera	Madera MDF.
Biorreactor	Recipiente de vidrio con 50mL de capacidad.
LED'S vis	Cuatro lámparas emisoras de luz blanca, tipo riel, referencia NV-HL504. Potencia 4W.
Soporte	Capacidad para cuatro reactores, diseñados en acrílico transparente.
Ventiladores	Potencia de 24V.
Bombas de aire	Dos bombas de aire de referencia Power Life air pump P500, con dos salidas.
Software LabVIEW	Sistema de monitoreo de temperatura del proceso, por medio de dos sensores LM35, ventilación y agitación.

Fuente: elaboración propia.

2.7.2 Descripción. El fotorreactor mostrado en la figura 9 fue construido por el grupo de Materiales Fotoactivos, este es usado para la inactivación fotocatalítica del microorganismo. El proceso fue monitoreado por el software LabVIEW, en el anexo K se puede el circuito del reactor.

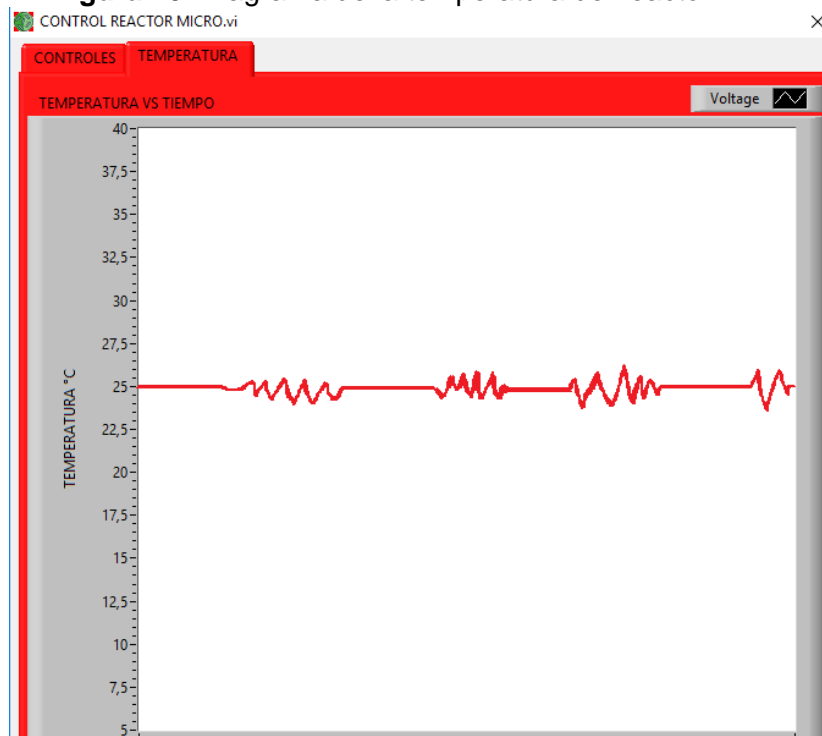
El fotorreactor tiene 4 leds conectados de manera independiente, con proyección 350 Lúmenes, también cuenta con un sensor LM35 para monitorear la temperatura, la cual se mantuvo a 25°C durante las nueve horas de funcionamiento como se muestra en la figura 10, se realiza a esta temperatura debido a que no afecta en la destrucción del microorganismo.

Figura 9. Fotorreactor monitoreado por LabVIEW.



Fuente: elaboración propia.

Figura 10. Diagrama de la temperatura del reactor.



Fuente: elaboración propia.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 COMPORTAMIENTO DE LA MEZCLA

3.1.1 Método impregnación húmeda. Los experimentos E1, E2, E3, E4, E5 Y E6 se realizaron por impregnación húmeda como se mostró en la tabla1, la cantidad producida fue de aproximadamente 8 g, cantidad relativamente relevante para el tiempo del procedimiento, la temperatura de calcinación de las películas por este método fue de 350°C¹⁰⁸. Se observó que al momento de macerar el TiO₂ con la solución saturada de CuSO₄ se obtenía muy rápido un color verdoso. Este procedimiento es realizado por primera vez en el grupo de Materiales fotoactivos.

En los experimentos E1, E2 y E3 se utilizó TiO₂ Aroxide P25, en los cuales se observó un color más profundo en el resultado final de la mezcla, debido a que su tamaño de partícula es más fino que el del TiO₂ Hombitan AFDC debido a que al momento de macerarlo con la solución precursora se necesita más tiempo para poder homogenizar.

En los experimentos E4, E5 y E6 se utilizó TiO₂ Hombitan AFDC, en los cuales se observó que la cantidad obtenida de la mezcla fue superior que la del Aeroxide P25, el tiempo de macerado fue inferior debido a su tamaño de partícula es mayor.

3.1.2 Método impregnación seca. Los experimentos E8 y E9 se elaboraron por impregnación seca de igual modo que las tesis reportadas en el grupo de Materiales fotoactivos, aumentando la temperatura de calcinación a 600°C¹⁰⁹.

En estos experimentos se utilizó el TiO₂ Aroxide P25 por sus propiedades fotodegradativas¹¹⁰. Este procedimiento se realizó 9 veces para lograr la cantidad necesaria para la suspensión de la mezcla, la cantidad producida fue de aproximadamente 2 g, debido a que en el procedimiento de secado a 150°C el material se quedaba pegado en las paredes del beaker, y para no contaminar la mezcla se decidió no rasparlo.

En la gráfica 11 se puede observar los resultados obtenidos por los dos métodos, evidenciando las características físicas del TiO₂ Aroxide P25 y TiO₂ Hombitan AFDC.

¹⁰⁸ YU, Jianguo. HAI, Yang. JARONEIC, Mietek. Photocatalytic hydrogen production over CuO-modified titania. Journal of Colloid and Interface Science. 2011. 223-228 p.

¹⁰⁹ BOLAÑOS GARCIA, David Andrés. PACHECO TRIANA, Nicolás. Evaluación del efecto de la temperatura de calcinación sobre la mezcla TiO₂/CuO para la inactivación fotocatalítica de *E.coli* en presencia de luz visible. Trabajo de grado (Ingeniero químico. Universidad de América. 2014

¹¹⁰ SANGCHAY, W. SIKONG, L. KOOPTARNOND, K. Comparison of photocatalytic reaction of commercial P25 and Synthetic TiO₂- AgCl nanoparticles. Procedia Engineering. Volume 32. 2012. 590-596 p.

Figura 11. Resultados Impregnación (a) TiO_2 Hombitan AFDC por Impregnación húmeda. (b) TiO_2 Aroxide P25 por impregnación seca.



(a) (b)

Fuente: elaboración propia.

3.2 LAVADO DE VIDRIOS

Con la finalidad que la mezcla elaborada se adhiera correctamente al sustrato es importante un buen procedimiento de limpieza de este. El uso de la mezcla sulfocrómica fue efectivo debido a que se logró la remoción correcta de las impurezas y grasas a causa de su poder oxidante y capacidad para eliminar la materia orgánica. Como se evidencia en la Figura 12 la imagen (a) corresponde al vidrio lavado con la solución sulfocrómica, la suspensión mostro adherencia al sustrato. Es importante realizar la dilución de agua/jabón después de ser sonicada la mezcla.

Figura 12. Resultados protocolo lavado de vidrios (a) Vidrio lavado con solución sulfocromica. (b) Vidrio sin lavar.



(a) (b)

Fuente: elaboración propia.

3.3 COMPORTAMIENTO DE LA SUSPENSIÓN

Posteriormente de realizar la mezcla se llevó a cabo la suspensión con isopropanol y polietilenglicol. Se desarrollaron dos métodos para implementar la correcta elaboración de la suspensión.

En los experimentos E1, E2, E3, E4, E5 y E6 se llevaron a cabo en el agitador de cabezal, el cual funciona como un homogeneizador, se varió la cantidad de etilenglicol con el fin de buscar el mejor comportamiento y proporción. Se evidencio que con 2 mL de etilenglicol la mezcla se evapora muy rápido y con 8 mL no hay adherencia al sustrato. A los experimentos E4, E5 y E6 se les adicionó agua, con el objetivo de observar el comportamiento de la mezcla, no obstante la suspensión tomo una apariencia extremadamente líquida lo cual no es favorable para la deposición.

Figura 13. Agitador de cabezal-Heidolph.



Fuente: Elaboración propia.

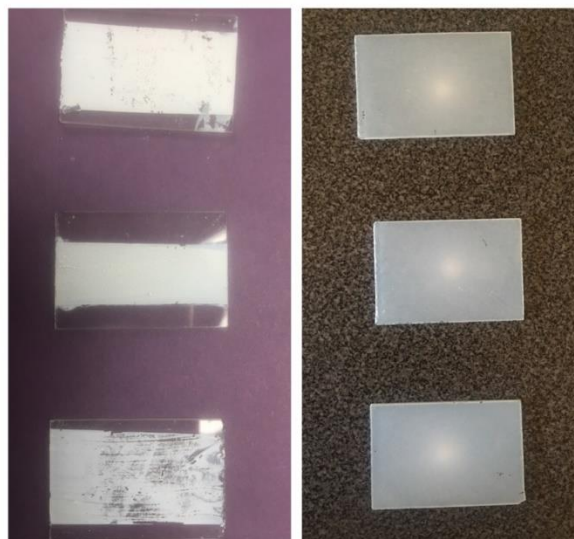
Por este motivo los experimentos E7, E8 y E9 se realizaron con 4 mL de etilenglicol y sin agua, logrando buenos resultados en la elaboración de la suspensión en el ultra turrax, presentando una mayor estabilidad.

En el agitador de cabezal se presentaron aglomerados, evidenciando que no había un correcto mezclado de las pequeñas partículas, por otra parte los reactivos presentaron una precipitación rápida.

3.4 COMPORTAMIENTO DE LAS PELÍCULAS

Los dos métodos que se utilizaron para la elaboración de las películas fueron Doctor Blade y spin coating, las siguientes películas muestran respectivamente como queda la suspensión depositada en el sustrato.

Figura 14. Resultados deposición de las suspensiones. (a) Doctor blade (b) Spin coating.



(a)

(b)

Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la gráfica anterior la técnica de deposición por spin coating muestra uniformidad en las películas, así mismo distribuciones morfológicas similares adicionándole resultados reproducibles, con base en esto se eligió esta técnica para la deposición de las películas.

3.4.1 Degradación de azul de metileno de las películas de la mezcla TiO_2/CuO .

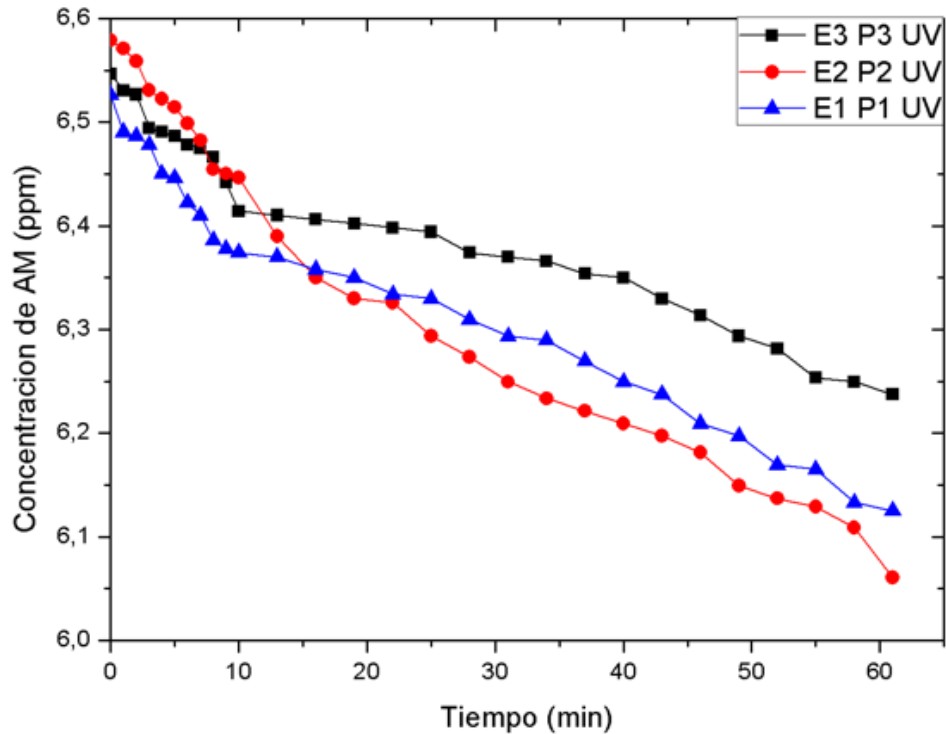
En las siguientes gráficas se muestra la variación de la concentración de azul de metileno con diferentes películas elaboradas con las variables descritas en la tabla 1. Cabe aclarar que las lecturas de las absorbancias de AM se realizaron a una longitud de onda de 665nm y en presencia de luz visible y luz ultravioleta dependiendo del experimento realizado.

Estas películas fueron expuestas a un examen de funcionalidad realizando degradaciones de una solución de AM con diferentes concentraciones: 6ppm, 7ppm, 8ppm y 9ppm, esto se implementó en un fotorreactor, inicialmente se tomó una muestra de 2mL cada minuto durante los primeros 10 minutos, luego se tomaron muestras cada 3 minutos hasta completar los 60 minutos. Los datos de

absorbancia fueron graficados en función de la concentración para las distintas películas utilizadas en la degradación de azul de metileno.

Grafica 2. Concentración vs tiempo de las películas de los Experimentos E1, E2 y E3.

Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los Experimentos E1,E2 y E3



Fuente: Elaboración propia.

Se seleccionaron los experimentos E1, E2 Y E3, los cuales fueron elaborados por el método de impregnación húmeda utilizando TiO_2 Aeroxide P25, procedimiento descrito en el numeral 2.1.2.

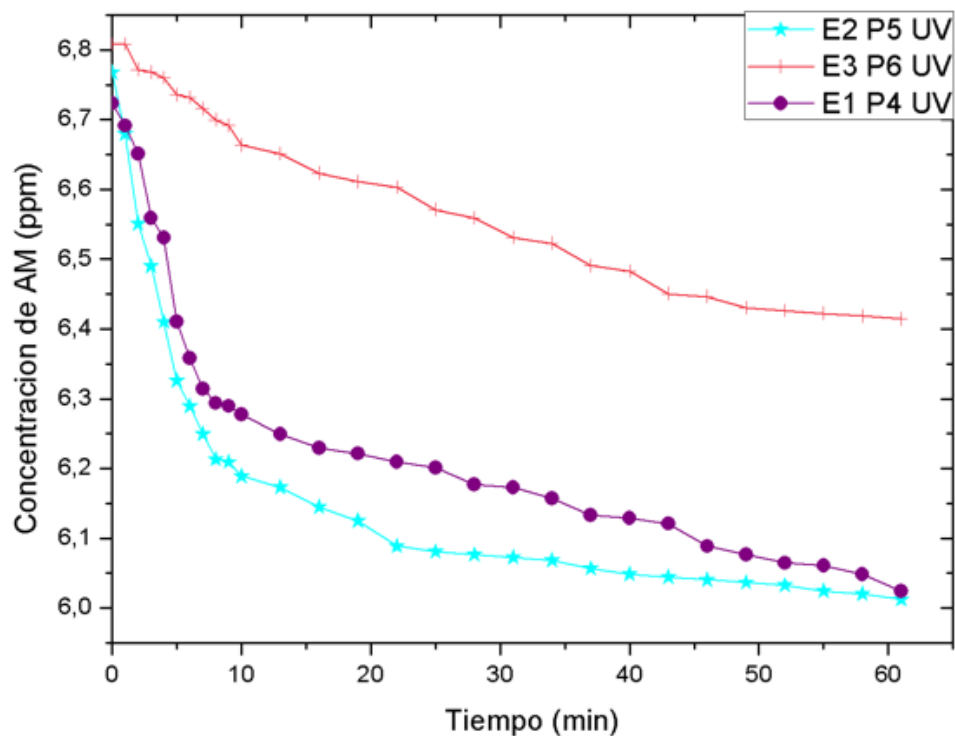
Las variables que se tuvieron en cuenta para comparar las diferentes películas elaboradas con dichos experimentos fueron las proporciones de los reactivos utilizados para la elaboración de la suspensión descrita en el numeral 2.3.2.

Con base en la información de la gráfica 2 se evidencia actividad fotocatalítica para las películas P1, P2 Y P3 en la región de luz UV. La película P2 la cual se realizó bajo los parámetros del experimento E2 logro degradar más rápido el AM, disminuyendo su concentración en 0,52 ppm, sin embargo las películas P1 Y P3 realizadas con los criterios de los experimentos E1 y E3 respectivamente, también presentaron actividad fotodegradativa disminuyendo la concentración de AM en 0,40 ppm y 0,31 ppm.

Estos datos demuestran la degradación del colorante azul de metileno con el uso del TiO₂ Aeroxide P25 (conformado en un 75% anatasa y un 25% de rutilo) evidenciado que su tamaño de partícula del orden de nanómetros permiten que la mezcla realizada por el método de impregnación húmeda presente actividad fotodegradativa en presencia de luz ultravioleta. Esto también afirma que los tamaños de las nanopartículas del TiO₂ Aeroxide P25 pueden retener una gran área de superficie para la absorción incluso cuando estas están aglomeradas.¹¹¹

Grafica 3. Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los Experimentos E1,E2 y E3.

Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los Experimentos E1,E2 y E3



Fuente: Elaboración propia.

Con la finalidad de comprobar los resultados alcanzados se realizó una segunda prueba con los mismos experimentos E1, E2 y E3 como se muestra en la gráfica 3. Es primordial aclarar que estos experimentos se realizaron con distintas películas para la remoción de azul de metileno. En base a estos resultados se comprobó que la película P5 del experimento E2 degrado más rápido AM disminuyendo su

¹¹¹ WIEDMER, David. SAGSTUEN, Einar. WELCH, Ken. HAUGEN HARWARD, J. TIAINEN, Hanna. Oxidative power of aqueous non-irradiated TiO₂- H₂O₂ suspensions: Methylene blue degradation and the role od reactive oxygen species. Applied Catalysis B: environmental. Volume 198. 2016. 9-15 p.

concentración 0,75 ppm, asimismo las películas P4 Y P6 de los experimentos E1 y E3 respectivamente indicaron una disminución de la concentración de AM en 0,70 ppm y 0,39 ppm.

En base a los resultados obtenidos se confirmó que el experimento E2 el cual contiene 12mL de isopropanol y 4mL de etilenglicol indica que esta será la proporción adecuada para la suspensión.

De los anteriores experimentos se evidencia que con menores proporciones de etilenglicol (2mL) en la suspensión se presentó una disminución en el porcentaje de degradación en el experimento E3 como se señala en las gráficas 2 y 3; también se observó que el etilenglicol se evapora en un tiempo muy corto impidiendo una correcta cohesión entre las partículas de las sustancias. En otro orden de ideas, aquellos experimentos que contienen mayor proporción de etilenglicol (8mL) no logran obtener el aumento en el porcentaje de degradación, esto se debe a que la suspensión no se adhiere correctamente al sustrato.

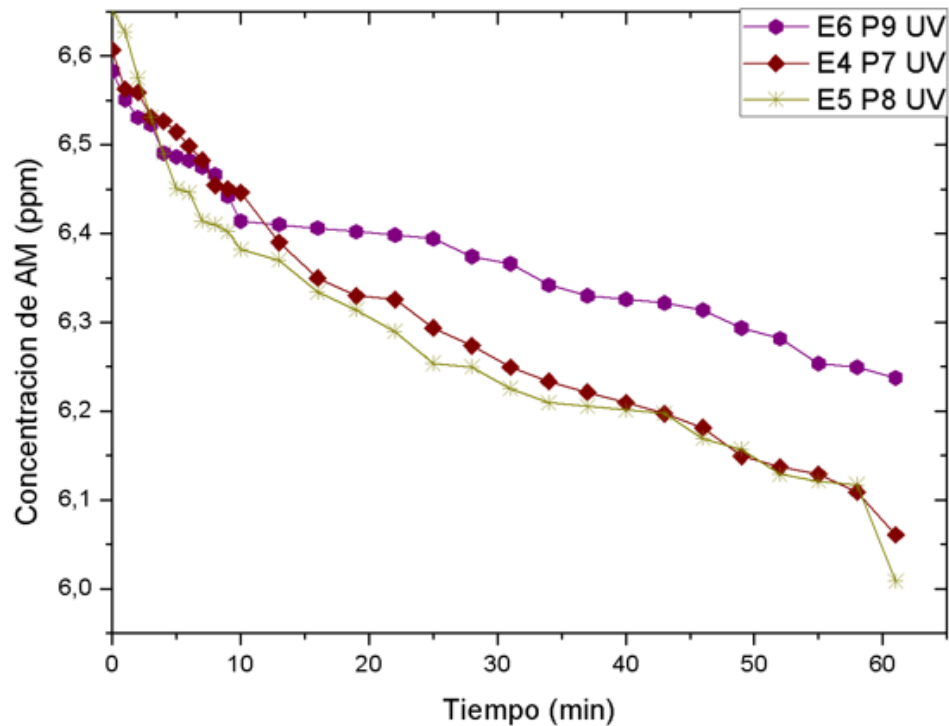
La función principal de este agente es dar uniformidad a las capas de la película de la mezcla TiO_2/CuO , las películas realizadas con 2mL y 8mL de etilenglicol respectivamente no presentaron la porosidad que se logró con la proporción de 4mL de etilenglicol, la cual es necesaria para una mayor superficie de contacto. Otro factor que puede afectar la correcta adhesión de la suspensión al sustrato es la viscosidad del etilenglicol a temperatura ambiente puede impedir la movilidad de las nanopartículas y en consecuencia provoca una disminución en la conductividad térmica¹¹².

Adicionalmente se seleccionaron los experimentos E4, E5 Y E6, los cuales fueron elaborados por el método de impregnación húmeda utilizando TiO_2 Hombitam AFDC, este procedimiento esta descrito en el numeral 2.1.2.

¹¹² SULEIMAN, Akilu. TESHAMICHAEL, Akilu. K.V, Sharma. Experimental measurements of thermal conductivity and viscosity of ethylene glycol-based hybrid nanofluid with $\text{TiO}_2\text{-CuO/C}$ inclusions. Journal of molecular liquids. Volume 246. 2017. 396-405 p.

Grafica 4. Concentración vs tiempo de las películas de los Experimentos E4, E5 y E6.

Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los Experimentos E4, E5 y E6



Fuente: Elaboración propia.

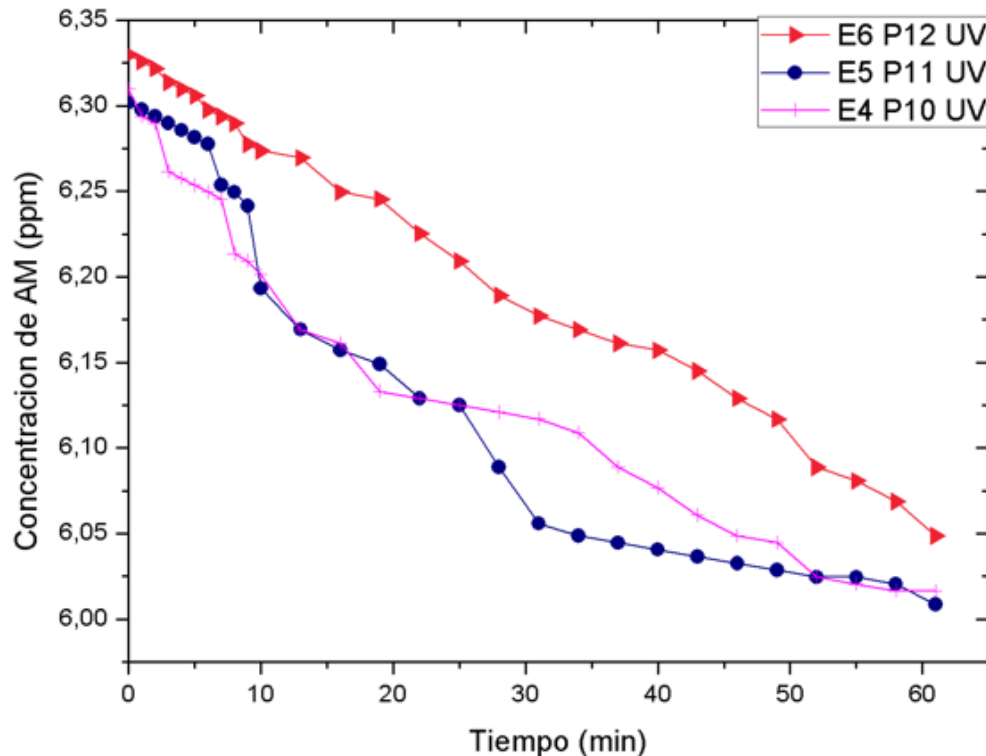
La primera prueba se realizó en un tiempo de 60 minutos. En la gráfica 4 se evidencia que la películas P7 realizada con los parámetros del experimento E4 y la película P8 realizada con los parámetros del experimento E5, obtuvieron resultados de una disminución en la concentración de AM en 0,55 ppm y 0,64 ppm respectivamente, mostrando actividad fotodegradativa en el espectro de luz UV. Sin embargo la película P9 también muestra actividad fotodegradativa disminuyendo la concentración de AM en 0,35 ppm.

Estos datos comprueban la degradación del colorante con el uso del TiO₂ Hombitam AFDC evidenciando que su fase cristalina anatasa presente actividad fotodegradativa en presencia de luz ultravioleta, esto se debe a que su área superficial de 200 m²/g favorece la remoción de azul de metileno.¹¹³

¹¹³ SCHIEMAN, Daniel. ALPHONSE, Pierre. TABERNA, Pierre-Louis. Synthesis of high Surface area TiO₂ coatings on stainless steel by electrophoretic deposition. Journal of materials Research. Cambridge University Press. Vol. 28. 2013.

Grafica 5. Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los Experimentos E4,E5 y E6.

Concentración vs tiempo de las películas de la segunda prueba de los Experimentos E4,E5 y E6



Fuente: Elaboración propia.

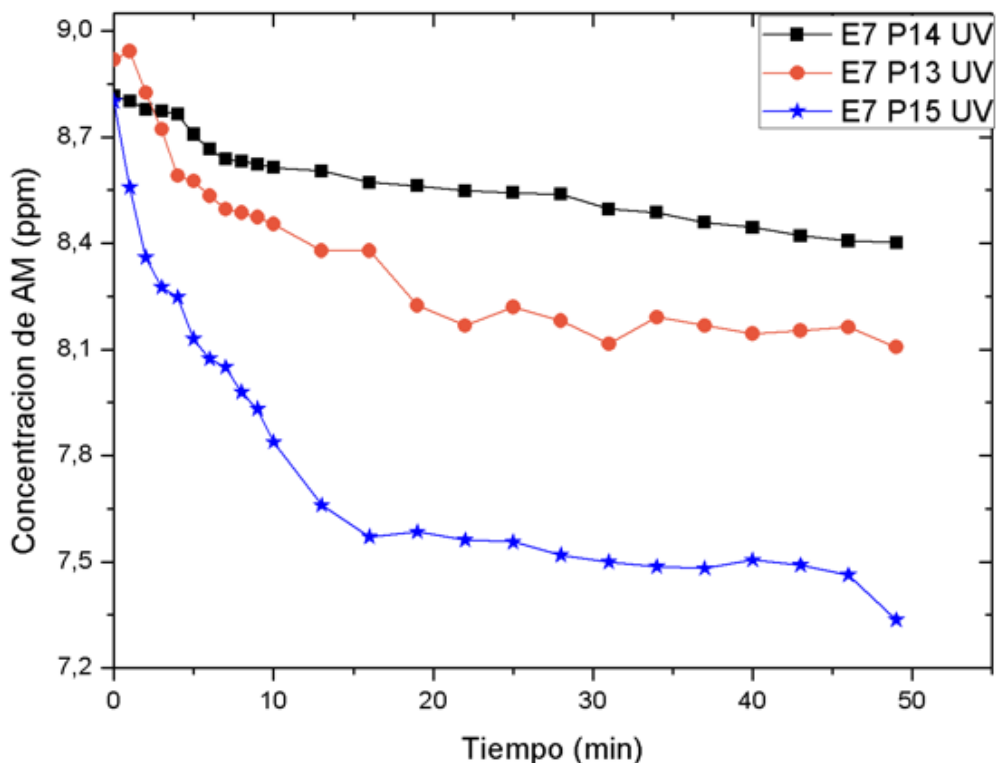
Adicionalmente se realizó una segunda prueba de remoción de azul de metileno con diferentes películas para los experimentos E4, E5 Y E6 como se muestra en la gráfica 5. No obstante los resultados obtenidos difieren de los mostrados anteriormente, señalando que la película P10 y la película P11 de los experimentos E4 y E5 respectivamente, degradaron AM disminuyendo su concentración en 0,29 ppm. Demostrando que para remover azul de metileno, la suspensión que contiene TiO₂ Hombitan AFDC se podría realizar con 8mL de etilenglicol o con 4mL de etilenglicol. A pesar de ello, se decidió utilizar la proporción de etilenglicol del experimento E5.

De los experimentos anteriormente descritos se decidió realizar el experimento E7 con Aerioxide P25 en 15mL de Isopropanol, 4mL de etilenglicol, adicionalmente se decidió bajar la temperatura de calcinación después del proceso de deposición a 600°C debido a que a esta temperatura la mezcla no precipita, esto se evidencia en

los resultados de trabajos de grado del grupo de Materiales Fotoactivos que reportan buenos resultados a esta temperatura.¹¹⁴

Grafica 6. Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E7.

Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E7



Fuente: Elaboración propia.

Los resultados mostrados en la gráfica 6 indican que las películas P13, P14 Y P15 exhiben actividad fotodegradativa en un tiempo de 50 min. La película P15 logró degradar más rápido AM disminuyendo su concentración en 1,47 ppm, sin embargo la película P13 disminuyo la concentración de AM en 0,81 ppm y finalmente la película P14 disminuyo la concentración de AM en 0,41 ppm mostrando que las películas elaboradas con TiO_2 Aeroxide P25 con una proporción en la suspensión de 15 mL de isopropanol y 4 mL de etilenglicol llevadas a cabo en el ultra turrax evidencian capacidad fotocatalítica en presencia de luz visible. Estos datos confirman la capacidad del TiO_2 para degradar colorantes orgánicos como el azul

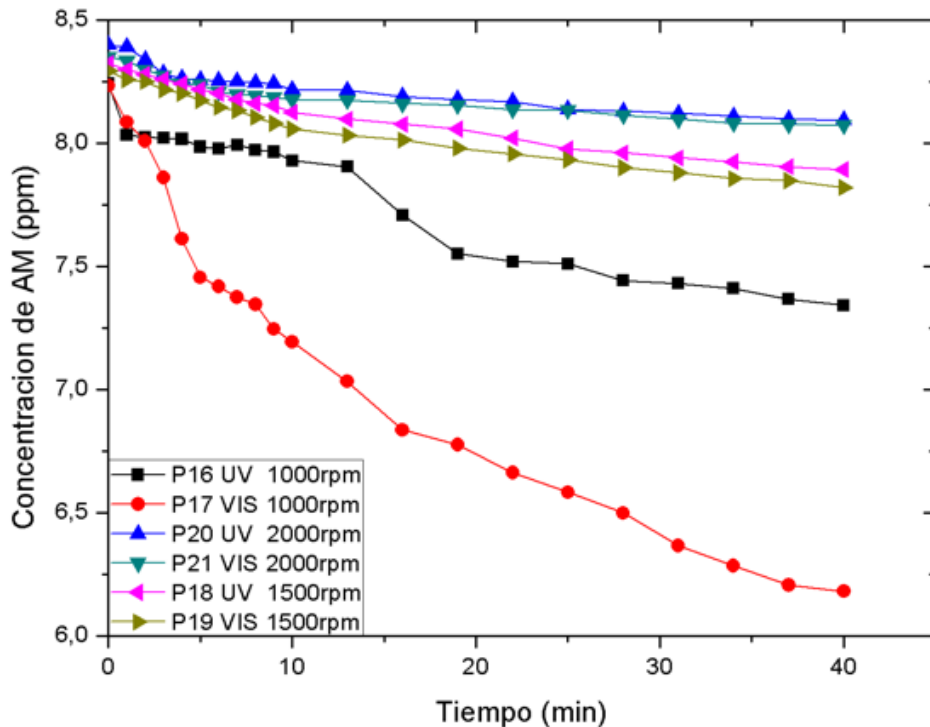
¹¹⁴ Bohórquez Moreno, Paula Melissa. Gamboa Borrego, María Camila. Validación del efecto de la concentración de óxido de cobre(x) en mezcla con dióxido de titanio ($\text{TiO}_2(1-x)$ (CuO)_x) para la inactivación fotocatalítica de e. coli en presencia de luz visible. 2017

de metileno (AM) en ausencia de luz, aumentando en rango de aplicaciones para los procesos de degradación basados en el TiO_2 .¹¹⁵

De acuerdo con los experimentos descritos anteriormente se procede a realizar el experimento E8, en el cual se llevó a cabo la modificación de Aeroxide P25 con solución saturada de CuSO_4 como se describe en el anexo C.

Grafica 7. Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E8.

Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E8



Fuente: Elaboración propia.

Las pruebas de funcionalidad se realizaron tomando una muestra de 2mL cada minuto durante los primeros 10 minutos, luego se tomaron muestras cada 3 minutos hasta completar los 40 minutos. En la gráfica 7 se muestran las películas elaboradas con la mezcla TiO_2/CuO utilizando TiO_2 Aeroxide P25 y la mezcla saturada de la solución de CuSO_4 . Se realizaron las degradaciones de AM con las diferentes películas elaboradas con las características anteriormente descritas en luz visible y luz ultravioleta. Se evidenció que la película P17 a 1000rpm logró degradar más rápido AM en luz visible con una disminución en la concentración de AM en 2,05

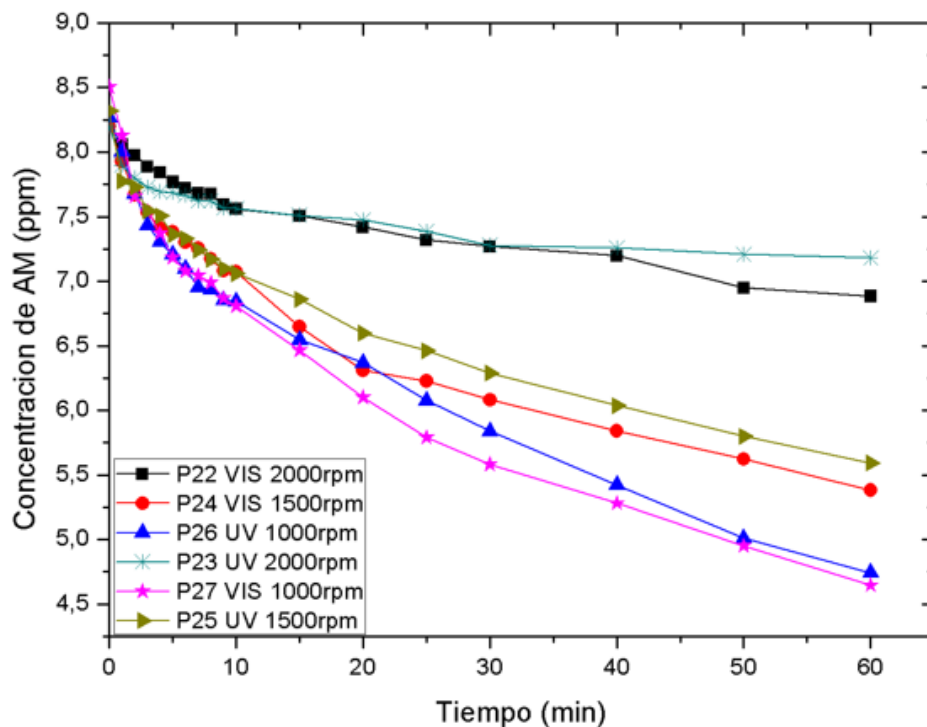
¹¹⁵ SANCHEZ L.D , S.F.M. Taxt-Lamolle, E.O. Hole, A. Krivokapic, E. Sagstuen, H.J. Haugen, TiO_2 suspension exposed to H_2O_2 in ambient light or darkness: Degradation of methylene blue and EPR evidence for radical oxygen species, Applied catalysis. B, Environmental, 142 (2013) 662-667 p.

ppm que la película P16 a 1000 rpm en presencia de luz UV, la cual tuvo una disminución en la concentración de AM en 0,90 ppm. Asimismo se evaluó la capacidad fotodegradativa para la película P19 a 1500 rpm en luz visible la cual tuvo una disminución en la concentración de AM en 0,47 esta se comparó con la película P18 a 1500 rpm en luz UV la cual tuvo una disminución en la concentración en 0,43 ppm. Finalmente se evaluó la película P21 a 2000 rpm en luz visible la cual tuvo una disminución en la concentración de 0,28 ppm y la película P20 a 2000 rpm en presencia de luz UV con una disminución de la concentración de la concentración de AM en 0,3 ppm.

Con el propósito de comparar los resultados descritos anteriormente, se realizaron remociones de azul de metileno de la mezcla TiO_2/CuO utilizando TiO_2 Aeroxide P25 y la mezcla diluida de la solución de CuSO_4 con las mismas proporciones de etilenglicol y isopropanol.

Grafica 8. Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E9.

Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E9



Fuente: Elaboración propia.

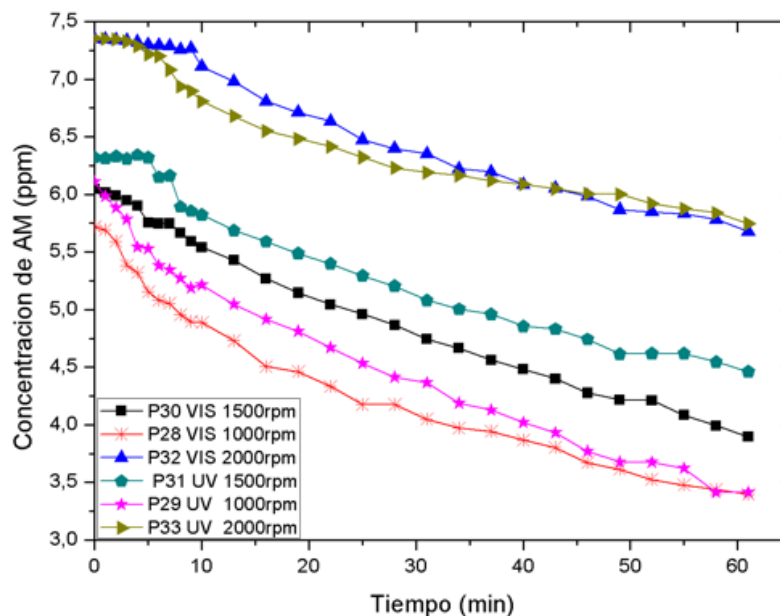
Los resultados mostrados en la gráfica 8 describen el comportamiento de las películas de Aeroxide P25 modificadas con el método de impregnación usado en el grupo de Materiales Fotoactivos. En la gráfica 8 se observó que la película P27 a 1000 rpm en presencia de luz visible degrada más rápido el azul de metileno

disminuyendo su concentración en 3,9 ppm, demostrando que el resultado obtenido de la gráfica 7 es comparable con esta gráfica, puesto que la película P17 a 1000 rpm en presencia de luz visible demuestra mayor poder degradativo, rectificando que es importante llevar las películas a esas condiciones para bajar la absorbancia de azul de metileno. Sin embargo, las demás películas realizadas a 1500 rpm y 2000 rpm mostraron actividad degradativa disminuyendo la concentración de AM en luz visible en 2,82ppm de la película P22 a 2000 rpm en presencia de luz visible y una disminución de la concentración de AM de 1,33 ppm de la película P24 a 1500 rpm en presencia de luz visible. Estas fueron comparadas con las películas P23 a 2000 rpm y P25 a 1500 rpm en presencia de luz UV para comprobar la funcionalidad de la mezcla TiO_2/CuO en presencia de luz visible.

Finalmente se llevó a cabo el experimento E10 en el cual se tomó en cuenta los resultados obtenidos en el experimento E7. Se procedió a sumergir la película de Aerioxide P25 en la solución diluida de $CuSO_4$. Posteriormente es llevado a la mufla a $600^\circ C$ para su posterior degradación en azul de metileno como es muestra en la gráfica 9.

Grafica 9. Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E10.

Concentración vs tiempo de las películas del Experimento E10



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 9 se probaron las películas sumergidas en la solución diluida de sulfato de cobre, se evidencia que la película P28 a 1000 rpm en presencia de luz visible logra degradar más rápido AM disminuyendo la concentración de este en 2,70 ppm

con respecto a las películas P30 a 1500 rpm en presencia de luz visible con una disminución de la concentración de AM en 2,25ppm y la película P32 a 2000 rpm en presencia de luz visible con una disminución de la concentración de AM en 1,61 ppm .

Una vez finalizada esta prueba se comprobó la funcionalidad de las diferentes películas de dióxido de titanio modificado con óxido de cobre realizados en los trabajos de grado del grupo de materiales fotoactivos¹¹⁶¹¹⁷¹¹⁸¹¹⁹¹²⁰¹²¹, de los experimentos realizados en este trabajo de grado, demostrando la actividad fotodegradativa de la mezcla TiO₂/CuO en presencia de luz visible para su posterior uso en la inactivación microbiológica.

¹¹⁶ BOLAÑOS GARCIA, David Andrés. PACHECO TRIANA, Nicolás. Evaluación del efecto de la temperatura de calcinación sobre mezcla TiO₂/CuO para la inactivación foto catalítica de *E.Coli* en presencia de luz visible. 2014.

¹¹⁷ LEÓN GONZALEZ, Andrés. Evaluación de la temperatura en la película TiO₂/CuO /Ag y su Efecto antimicrobiano sobre *escherichia coli* en luz visible.2014.

¹¹⁸ CHÀVEZ SALCEDO, Miguel Ángel. VIVAS RIVEROS, Gabriel Andrés. Evaluación del efecto de concentración de la mezcla TiO₂/CuO activada en el espectro visible frente a la actividad antimicrobiana. 2014.

¹¹⁹ ACOSTA DE LA CRUZ, Lady Paola. Evaluación de la efectividad fotocatalítica en la utilización de la mezcla TiO₂/CuO_x en la inactivación del virus tipo rotavirus en presencia de luz visible.2015.

¹²⁰ AYALA BOTÌA, Dayanna Patricia. VARGAS BUITRAGO, María Alejandra. Evaluación del efecto de concentración de la mezcla TiO₂/CuO activada en el espectro visible frente a la actividad antimicrobiana. 2017.

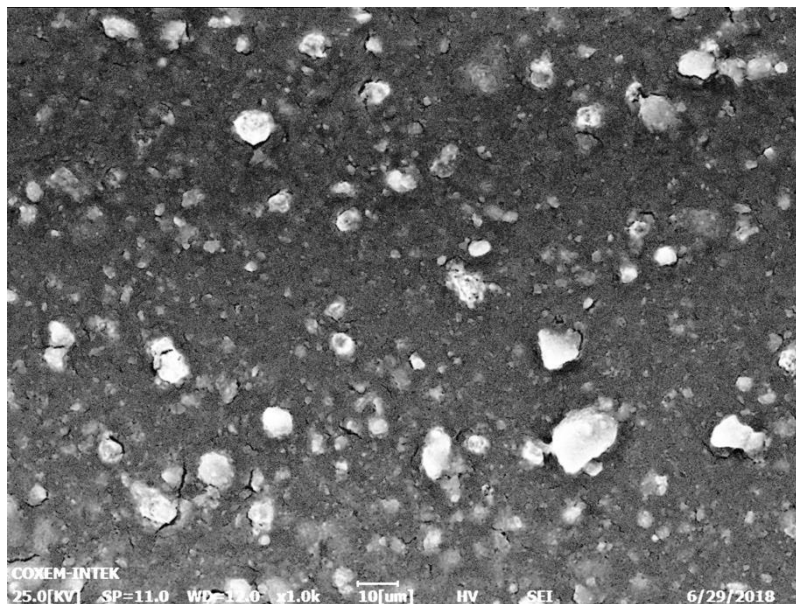
¹²¹ BOHÒRQUEZ MORENO, Paula Melissa. GAMBOA BORREGO, María Camila. Validación del efecto de la concentración de óxido de Cobre (x) en mezcla con dióxido de titanio (TiO₂)_(1-x) (CuO)_(x) para la inactivación fotocatalítica de *E. Coli* en presencia de luz visible. 2017.

3.5 CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA CON MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM)

Las caracterizaciones morfológicas de las películas de TiO_2/CuO se realizaron con un microscopio electrónico de barrido (ver características anexo J), logrando obtener imágenes con zonas de la película de dióxido de titanio y óxido de cobre, presentando las características de dichos compuestos.

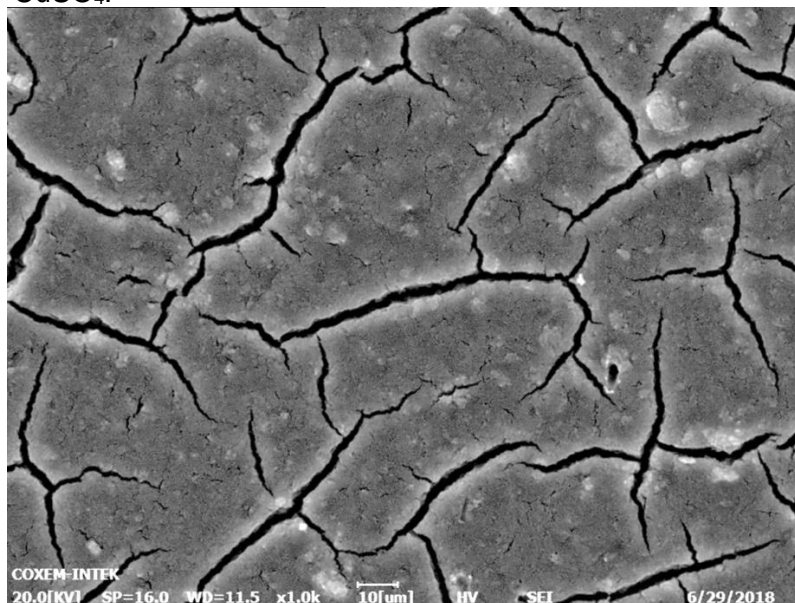
En la figura 15 se observa la película de Dióxido de titanio modificado con la solución diluida de CuSO_4 a 10 micrometros, las nanopartículas de CuO están dispersas en la superficie del soporte, estas forman cúmulos de alrededor de 2-10 nm^{122} . En esta imagen se observa que los aglomerados son más grandes con respecto a los de la figura 16.

Figura 15. Caracterización morfológica de la película de Dióxido de titanio modificado con la solución diluida de CuSO_4 .



¹²² RIOS, G. GIANNINI, C.SILIQI, D. ALTAMURA, D. SIBILLANO, T. SOLÍS, J.M.GÓMEZ, M.M. Estudio morfológico y estructural de nanopartículas de CuO empleando técnicas de dispersión de luz y rayos X. Revista de la sociedad química del Perú. Vol. 81. 2015

Figura 16. Caracterización morfológica de la película de Dióxido de titanio modificado con la solución saturada de CuSO_4 .



En la figura 16 se observa la película de Dióxido de titanio modificado con la solución saturada de CuSO_4 en esta imagen se evidencian unas grietas, lo cual indica que existen espacios entre la película, sin embargo los resultados indican que se degradó 2,05 ppm el azul de metileno con las películas de la mezcla TiO_2/CuO .

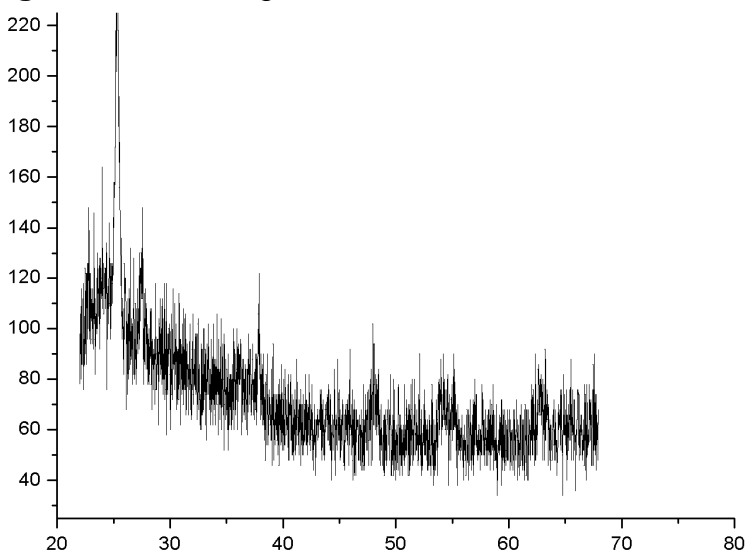
Las diferentes películas obtenidas presentaron rugosidad y aglomerados en la superficie, esto indica que no es uniforme pero si se presenta una superficie porosa. Todas las películas elaboradas por spin coating presentaron actividad fotocatalítica en luz visible y luz ultravioleta.

3.6 CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL POR MEDIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

La caracterización estructural de las películas de dióxido de titanio modificado con oxido de cobre ser realizó por medio de rayos X, realizándose barridos en un rango de $2\sigma= 22-68$.

El difractograma mostrado en la figura 16 muestra las películas de TiO₂ modificadas con la solución diluida de CuSO₄. Según la bibliografía presentada se comprueba la existencia de los picos característicos del TiO₂ y del CuO. Los picos 25, 38, 49, 55,62¹²³ 124 125 hacen referencia a la fase cristalina anatasa del TiO₂, que es la fase predominante. Los picos de difracción de CuO apenas se ven, lo que nos asegura que estos se encontraban distribuidos en el TiO₂ no obstante se pueden observar en los picos 35¹²⁶, 39 y 49.

Figura 17. Difractograma mezcla TiO₂/CuO.



¹²³ Microwave-assisted synthesis of rod-like CuO/TiO₂ for high-efficiency photocatalytic hydrogen evolution

¹²⁴ ZHANG, Shuai. CAO, Xue-bo. WU, Jun. ZHU, Lian-wen. GU, Li. Preparation of hierarchical CuO@TiO₂ nanowire film and its application in photoelectrochemical water splitting. Transactions of noferrous metals society of China. 2016.

¹²⁵ SCUDERI, Viviana. AMIARD, Guillaume. SANZ, Ruy. BONINELLI, Simona. IMPELLIZZERI, Giuliana. PRIVITERA, Vittorio. TiO₂ coated CuO nanowire array: Ultrathin p–n heterojunction to modulate cationic/anionic dye photo-degradation in water. Journal Applied Surface science. 2017.

¹²⁶ YANG, Renchun. YANG, Liangjun. TAO, Tingxian. MA, Fengyun. XU, Madong. ZHANG, Zhihua. Contrastive study of structure and photocatalytic performance with three-dimensionally ordered microporous CuO–TiO₂ and CuO/TiO₂. Journal Applied surface science. 2014. 363-368p.

3.7 INACTIVACIÓN FOTOCATALÍTICA DE *E.coli*

Las pruebas de inactivación del microorganismo se realizaron en el fotorreactor descrito en el numeral 2.7.2 en el cual se llevó a cabo la fotorreacción con la película P17 y la película P27 debido a su alto porcentaje degradativo en AM, degradando su concentración 2,05 ppm y 3,7ppm respectivamente.

Las películas se pusieron en contacto con una muestra inoculada de la bacteria *E.coli* correspondiente a 1.5×10^8 UFC/mL. La fotorreacción fue llevada a cabo en presencia de luz visible por periodo de 9 horas, a una temperatura promedio de 25°C registrada por el software labVIEW y una agitación controlada. Las muestras se tomaron de 1,5 mL a la hora 0, a la hora 4 y a la hora 9.

Con los datos obtenidos se procedió a graficar la inactivación fotocatalítica de la bacteria durante el periodo de tiempo.

El conteo de microorganismos se llevó a cabo con la siguiente ecuación:

Ecuación 2. UFC/mL

$$\frac{\text{UFC}}{\text{mL}} \text{ ó } \frac{\text{UFC}}{\text{g}} = \text{No de colonias por placa} * \text{Factor de dilución}$$

* mL de muestra sembrado

Para la eficiencia de inactivación de las películas se utilizó la siguiente ecuación¹²⁷:

Ecuación 3. Porcentaje de eficiencia de inactivación.

$$\% \text{ Eficiencia} = \frac{\text{UFC}_i - \text{UFC}_f}{\text{UFC}_i} * 100$$

3.7.1 Inactivación de *E.coli* con la película P17 de la mezcla TiO₂/CuO. En la gráfica 10, se puede observar la disminución de *E.coli* con la película de TiO₂ Aeroxide P25 modificada con la solución concentrada de CuSO₄ de tres unidades logarítmicas después de un tiempo de reacción de 9 horas. Los datos obtenidos en la tabla 2 y las fotos del recuento en las placas petrifilm para el recuento de *E.coli* coliformes se pueden evidenciar en el anexo L.

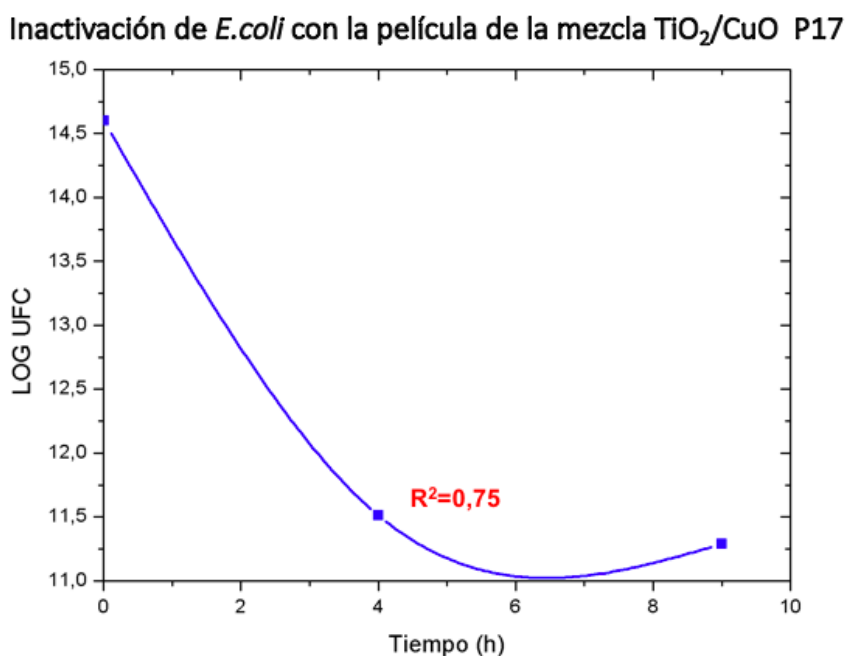
¹²⁷ RAHMANI, A.SAMARGHANDI, M.SADAMI, M.NAZEMI, F. Photocatalytic Disinfection of Coliform Bacteria Using UV/TiO₂. Journal of research in health sciences. No1.VI9.2009.

Tabla 2. Datos obtenidos después de la inactivación con la película P17.

HORA	UFC/mL	Ln
0	2,E+06	14,60396792
4	1,E+05	11,51292546
9	8,E+04	11,28978191

Fuente: Elaboración propia.

Grafica 10. Inactivación de *E.coli* con la película de la mezcla TiO₂/CuO P17.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 10 se puede observar el valor del coeficiente de correlación (R^2) tiene un valor de 0,75 indicando que su valor no es cercano a la unidad, lo que representa que en este experimento no se logró la precisión deseada para la inactivación del microorganismo a lo largo de la reacción fotocatalítica, debido a que un coeficiente de correlación cercano a 1 muestra que la relación entre los datos es directa y presenta un adecuado ajuste. Sin embargo la película presento rugosidad y adherencia, mostrando que cumple con el objetivo de inactivar el microorganismo bajo las condiciones establecidas. Para calcular el porcentaje de eficiencia de la película se procedió a utilizar la ecuación 3, la mezcla de TiO₂/CuO modificada con la solución saturada de CuSO₄ tuvo una eficiencia del 96,36 evidenciando que el método microbiológico también es repetible.

3.7.2 Inactivación de *E.coli* con la película P27 de la mezcla TiO₂/CuO. En la gráfica 11, se puede observar la disminución de *E.coli* con la película de TiO₂ Aeroxide P25 modificada con la concentración diluida de CuSO₄ de nueve unidades logarítmicas después de 9 horas de funcionamiento. Los datos obtenidos en la tabla 3 y las fotos del recuento en las placas petrifilm para el recuento de *E.coli*/ coliformes se pueden evidenciar en el anexo M.

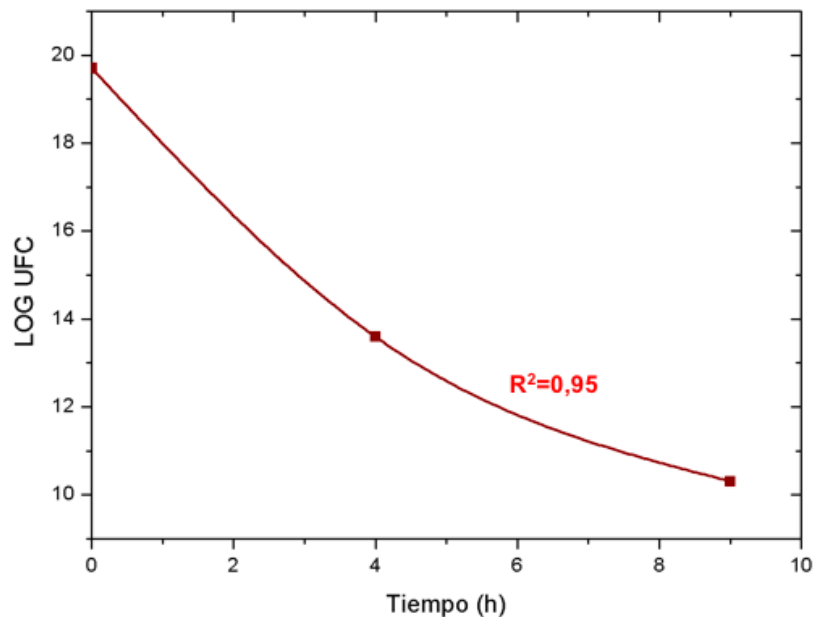
Tabla 3. Datos obtenidos después de la inactivación con la película P27.

HORA	UFC/mL	Ln
0	4,E+08	19,70161459
4	8,E+05	13,59236701
9	3,E+04	10,30895266

Fuente: Elaboración propia.

Grafica 11. Inactivación de *E.coli* con la película de la mezcla TiO₂/CuO P27.

Inactivación de *E.coli* con la película de la mezcla TiO₂/CuO P27



Fuente: Elaboración propia.

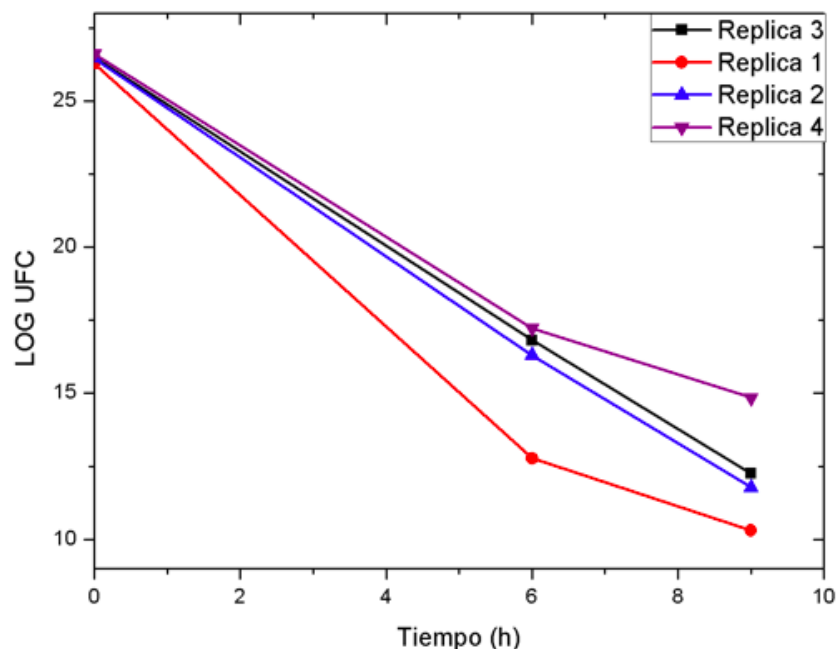
La grafica 11 muestra que la capacidad antimicrobiana de la mezcla fotocatalítica TiO₂/CuO es efectiva para la desactivación del microorganismo. Su coeficiente de correlación (R²) tiene un valor de 0,95 indicando que su valor es cercano al 1, comprobando que la relación es directa y presenta un buen ajuste. La película P27 la cual mostro la mayor velocidad de degradación de AM demostró ser la más efectiva para la desactivación de *E.coli* con un porcentaje del 99,99%.

Una vez realizada la prueba antimicrobiana con las dos películas de la mezcla TiO_2/CuO se procede a evaluar el ciclo de vida de la película de la mezcla TiO_2/CuO con solución diluida de CuSO_4 para la inactivación de *E.coli*.

3.7.3 Réplicas de la inactivación de *E.coli* con la película de la mezcla TiO_2/CuO . Para las réplicas de la película P27 la cual obtuvo mayor inactivación de la bacteria *E.coli* como se muestra en la gráfica 12, se procede a realizar el mismo protocolo microbiológico descrito en el numeral 2.6. Las diferentes replicas se realizaron con el propósito de observar el comportamiento de la película en la inactivación del microorganismo durante las 9 horas de la reacción en cada una de sus réplicas, determinando así su funcionalidad, se tomaron datos a la hora 0,6 y 9.

Grafica 12. Réplicas de la inactivación de *E.coli* con la película de la mezcla TiO_2/CuO . P17.

Réplicas de la inactivación de *E.coli* con la película de la mezcla TiO_2/CuO



Fuente: Elaboración propia.

La grafica 12 se realizó con los datos obtenidos de las réplicas realizadas a la película P27 para la inactivación del microorganismo.

En la primera réplica se observa una disminución de 16 unidades logarítmicas después de 9 horas de funcionamiento. La película de la mezcla TiO_2/CuO elaborada con la solución diluida de CuSO_4 en su primera réplica mostró una efectividad del 99,99%. En la segunda réplica se observa una disminución de 15 unidades logarítmicas, evidenciando un cambio en la inactivación del

microorganismo, sin embargo la efectividad sigue siendo del 99,99%. En la réplica tres disminuyo 14 unidades logarítmicas y finalmente la réplica cuatro disminuyo en 11 unidades logarítmicas disminuyendo la eficiencia de la película a 52,05%. Estas pruebas se realizaron por duplicado para tener datos más precisos y confiables. En los Anexos J se puede evidenciar los recuentos obtenidos a las horas 0, hora 6 y hora 9 de las diferentes réplicas. Los datos obtenidos de las réplicas después de la inactivación de *E.coli* se pueden evidenciar en el anexo N.

Esto evidencia que para la inactivación de la bacteria *E.coli* usando la mezcla de TiO_2 modificada con sulfato de cobre es una metodología repetible y reproducible, usando 4 veces la película de la mezcla TiO_2/CuO .

4. CONCLUSIONES

- Para la evaluación del ciclo de vida de las películas de la mezcla TiO_2/CuO se comprobó la inactivación fotocatalítica de *E.coli* en presencia de luz visible realizando 4 réplicas. Los tres primeros usos presentaron porcentajes de eficiencia de 99,99% y finalmente al cuarto uso de la película de la mezcla TiO_2/CuO presentó un porcentaje del 52,02% de inactivación de *E.coli*. Confirmando que estos datos son reproducibles a ciertas condiciones de operación evaluadas a lo largo de este trabajo.
- En la elaboración de las películas se demostraron dos métodos de impregnación, húmeda y seca. Se estableció que el método de impregnación seca usado por el grupo de Materiales Fotoactivos presentó mayor degradación de azul de metileno, hasta 3,9ppm a 1000rpm y mayor porcentaje de inactivación de *E.coli*, del 99,99% de efectividad.
- La caracterización morfológica de las películas se realizó en un electroscopio electrónico de barrido, logrando obtener imágenes con las características de la mezcla TiO_2/CuO . La presencia de nanopartículas de CuO en el TiO_2 en forma de aglomerados presenta rugosidad y una superficie porosa en la película. En la caracterización estructural la cual se realizó por medio de difracción de rayos X, se comprobó la existencia de los picos característicos del TiO_2 en su fase anatasa.
- Las pruebas de azul de metileno son necesarias para comprobar la homogeneidad y adherencia de la mezcla TiO_2/CuO además de garantizar su funcionalidad. Se observó que las películas que tuvieron buenos resultados en la remoción de azul de metileno también presentaron excelentes porcentajes de inactivación de *E.coli* en un 96,36% hasta un 99,99%.

5. RECOMENDACIONES

- Se recomienda evaluar la capacidad de degradación del catalizador en otros microorganismos.
- Se recomienda usar un número mayor de capas de suspensión sobre el sustrato utilizando tiempos de secado más extensos.
- Se recomienda utilizar la fotoactividad de las películas en luz solar.

BIBLIOGRAFÍA

- ACOSTA DE LA CRUZ, Lady Paola. Evaluación de la efectividad fotocatalítica en la utilización de la mezcla TiO_2/CuOx en la inactivación del virus tipo rotavirus en presencia de luz visible. 2015.
- ALONSO NORE, Lina Ximena. POVEDA SANCHEZ, Jeimy Alexandra. Estudio comparativo en técnicas de recuento rápido en el mercado y placas petrifilm 3M para el análisis de alimentos. Trabajo de grado (microbiólogo industrial). 2008.
- ANDREOZZI, Roberto. CAPRIO, Vincenzo. INSOLA, Amedeo. MAROTTA, Raffaele. Advanced oxidation processes (AOP) for water purification and recovery. Catalysis today. Italy. 1999. 51-59 p.
- ASLAM, Raheema. GONZÁLEZ VIÑAS, Wenceslao. Spin-coating of moderately concentrated superparamagnetic colloids in different magnetic field configurations. Colloids and Surfaces A. 2017. 530-535 p.
- AYALA BOTÌA, Dayanna Patricia. VARGAS BUITRAGO, María Alejandra. Evaluación del efecto de concentración de la mezcla TiO_2/CuO activada en el espectro visible frente a la actividad antimicrobiana. 2017.
- BAGHER ASKARI, Mohammad. TAVAKOLI BANIZI, Zoha. SOLTANI, Sahar. Comparison of optical properties and photocatalytic behavior of $\text{TiO}_2/\text{MWCNT}$, CdS/MWCNT and $\text{TiO}_2/\text{CdS}/\text{MWCNT}$. Optik 157. 230-239 p.
- BALZAROTTI, Riccardo. CRISTIANI, Cinzia. FRANCIS, Lorraine, F. Spin coating deposition on complex geometry substrates: influence of operative parameters. Surface and Coatings Technology. Volume 330. 2017. 1-9 p.
- BARRERA ANDRADE, José. Degradación de colorantes textiles en soluciones acuosas usando catalizadores mesoporosos de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ dopados con Fe. Universidad Nacional Autónoma de México. México, D.F. Marzo 2016. 23 p.
- BELGIORNO, Vincenzo. NADDEO, Vincenzo. RIZZO, Luigi. Water, wastewater and soil treatment by Advanced Oxidation Process (AOPs). Italy. Edición 1.3. 2011. 53 p.
- BENHEBAL, H. CHAID, M. SALMON, T. GEENS, J. LEONARD, A. LAMBERT S.D. Photocatalytic degradation of phenol and benzoic acid using zinc oxide powders prepared by the sol-gel process. Alexandria Eng. 2013. 517-523 p.
- Bohórquez Moreno, Paula Melissa. Gamboa Borrego, María Camila. Validación del efecto de la concentración de óxido de cobre(x) en mezcla con dióxido de titanio (TiO_2)(1-x) (CuO)(x) para la inactivación fotocatalítica de e. coli en presencia de luz visible. 2017

BOLAÑOS GARCIA, David Andrés. PACHECO TRIANA, Nicolás. Evaluación del efecto de la temperatura de calcinación sobre la mezcla TiO_2/CuO para la inactivación fotocatalítica de *E.coli* en presencia de luz visible. Trabajo de grado (Ingeniero químico. Universidad de América. 2014.

CARBALLO SUÁREZ, Luis M. Introducción a la Catálisis heterogénea. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ingeniería sede Bogotá. 2002. Pg.

CAMACHO, A., M, Giles. Ortegón, A. PALAO, M.SERRANO, B. VELÁZQUEZ, O. Técnicas para el Análisis Microbiológico de Alimentos. 2ª ed. Facultad de Química, UNAM. México.2009. [Consultado el 8 de Julio del 2018]. Disponible en: http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/TecnicBasicas-Cuenta-en-placa_6527.pdf.

CASTAÑEDA JÍMÉNEZ, Amparo. Procesos de oxidación avanzada aplicados en el tratamiento de aguas de la industria de petróleo.Bogotá.2014. 14 p.

CASTRO, Alberto. Sad, Mario. Catálisis Heterogénea. Fundamento de catálisis heterogénea. Universidad nacional del litoral.2014. 43p.

CHÁVEZ SALCEDO, Miguel Ángel. VIVAS RIVEROS, Gabriel Andrés. Evaluación del efecto de la concentración del óxido de cobre (x) en mezclas con dióxido de titanio (TiO_2) (1-x) (CuO) (x) sobre la actividad microbiciada en presencia de luz visible. Trabajo de grado (Ingeniero químico).Universidad de América. 2014.

CHOKSUMLITPOL, Pimsuree. MANGKORNKARN, Chayangkoon. SUMTONG, Peerawith. ONLAOR, Korakot. EIAD-UA, Apiluck. Fabrication of anodic Titanium Oxide (ATO) for wastewater treatment application. Materials today. Proceedings. 2017. 6124-6128 p.

CLARIZIA, Laura. SPASIANO, Danilo. SOMMA, Ilaria. MAROTTA, Raffaele. ANDREOZZI, Roberto. DIONYSIONU, Dionysios. Copper modified- TiO_2 catalysts for hydrogen generation through photoreforming of organics. A short review. International Journal of Hydrogen Energy. Volume 39, Issue 30. 2014. 16812-16831 p.

COSTA, J.M. Diccionario de Química Física. Publicacions i Edicions. Díaz de Santos Ediciones. Universitat de Barcelona. 2005. 65 p.

DELSOUZ KHAKI, Mohammad Reza. SALEH SHAFEEYAN, Mohammad. ABDUL RAMAN, Abdul Aziz. ASHRI WAN DAUD, Wan Mohd. Application of doped photocatalysts for organic pollutant degradation. Journal of environmental Management. 2017. 78-94 p.

DI DONG, Cheng. WEN CHEN, Chiu. KAO, Chih Ming. HUNG, Chang Mao. Synthesis, characterization, and application of CuO-modified TiO₂ electrode exemplified for ammonia electro-oxidation. *Process Safety and Environmental protection*. 2017.

Disinfection Byproducts in Drinking Water. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2017.

DOMÉNECH, X. JARDIM, W. F, Litter. Eliminación de contaminantes por Fotocatálisis Heterogénea: Procesos Avanzados de Oxidación para la eliminación de contaminantes. Editor: Miguel Blesa, Red CYTED VIII-G. Buenos Aires. 2001. 3-26 p.
Engineering. 2013. 746-70 p.

ENCISO CAMACHO, Emanuel. La contaminación le cuesta a Colombia el 4,1 por ciento del PIB. En: periódico *El tiempo*. Redacciones salud e internacional. 22 de octubre 2017.

Escritorio Biológico. BRCH. Técnicas de siembra de microorganismos. [Consultado el 11 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://gabrielescritoriobiologico.blogspot.com/2013/12/losmicroorganismosestan-en-todas-partes.html>

Escherichia coli y las bacterias coliformes termotolerantes. [Consultado el 14 de Agosto del 2018]. Disponible en: http://www.bvsde.paho.org/CDGDWQ/docs_microbiologicos/Indicadores%20PDF/Ecoli_bacterias_termo.pdf

FENG, P. WEAGANT, S. GRANT, M. BRUKHARDT, W. *Bacteriological analytical manual: Enumeration of Escherichia coli and the coliform bacteria*. *Bacteriol. Anal. Man.* N° 6.2002. 1-13p.

FERNÁNDEZ, P. BLANCO, J. SICHEL, C. MALATO, S. Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors. *Catalysis Today*. Volume 101, Issues 3-4. 2005. 345- 352 p.

FERNÁNDEZ, P. BLANCO, J. SICHEL, C. MALATO, S. Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors. *Catalysis Today*. Volume 101, Issues 3-4. 2005. 345- 352 p.

FORERO, Enrique. ORTIZ, Patricia. RIOS, Fabián. Aplicación de procesos de oxidación avanzada como tratamiento de fenol en aguas residuales industriales de refinería. *CT&F Ciencia, Tecnología y futuro*. Santander. 2005. 100 p.

FOX, Mayre Anne.T, Maria. Heterogeneous Photocatalysis. Department of Chemistry and Biochemistry. University of Texas. Austin, Texas. 1993.

FRANG, Wenzhang. XING, Mingyang. ZHANG, Jinlong. Modifications on reduced titanium dioxide photocatalyst. Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews 32. 2017.

G. SOGAARD, Erik. Chemistry of Advanced Environmental Purification Process of Water. Fundamentals and applications. Elsevier. 2014. 137 p.

GARCÉS GIRALDO, Luis Fernando. MEJÍA FRANCO, Edwin Alejandro. SANTAMARÍA ARANGO, Jorge Julián. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Universidad Autónoma del Estado de México. Revista Lasallista de Investigación. Vol I N°1.2014. Pg. 86.

GAYA IBRAHIM, Umar. Heterogeneous Photocatalysis using inorganic semiconductor solids. New York. Springer. 2014. 26 p.

GOMES, T.A.T. W.P, Elias. SCALETSKY, I.C.A. GUTH, B.E.C. FALCAO, J. PIAZZA, R.M.F. FERREIRA, L.C. MARTINEZ, M.B. Diarrheogenic Escherichia coli. Brazilian Journal of Microbiology. 2016.

GORA, Stephanie. LIANG, Robert. ZHOU, Norman. Photocatalysis with Easily Recoverable Linear Engineered TiO₂ Nanomaterials to Prevent the Formation of HU, H. Wu, Y. ZHAO, X. WAN, H. YANG, L. HONG, J. YU, Q. DONG, L. CHEN, Y. JIAN, C. WEI, J.

HU, Xi. HU, Xinjiang. TANG, Chumfang. WEN, Shizhi. WU, Xiaofu. LONG, Jian. YANG, Xiong. WANG, Hui. ZHOU, Lu. Mechanisms underlying degradation pathways of microcystin-LR with doped TiO₂ photocatalysis. Chemical Engineering Journal. 2017. 355-371 p.

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.

IRIE, Hiroshi. WATANEBE, Yuka. HASHIMOTO, Kazuhito. Nitrogen-Concentration dependence on photocatalytic activity of TiO₂xNx powders. The journal of physical chemistry. 2003. 5483-5486 p.

J.M, Costa. Diccionario de Química Física. Universitat de Barcelona. Diez de santos Ediciones. Madrid .2005. 64 p.

JÍMENEZ MAZA, Maria. Energetic and environmental al evaluation of grey water treatment under a live cycle assessment approach. Universidad de Cantabria. 2017. 18 p.

KHEMTHONG, Pongtanawat. PHOTAI, Pairat. GRISDANURAK, Nurak. Structural properties of CuO/TiO₂ nanorod in relation to their catalytic activity for simultaneous hydrogen production under solar light. International Journal of Hydrogen Energy. Volume 38, Issue 36. 2013. 15992-16001 p.

KLEIMAN, Ariel Javier. Crecimiento de películas de dióxido de titanio con un arco catódico: funcionalización de superficies. Universidad de Buenos Aires. Departamento de física. 2011.

KOSEOGLU, Burcu. Methylene blue degradation in water using sol-gel made TiO₂ supported oxide photocatalysts. Master of Ciencia. Izmir. 6 July 2011.

LIANG, Wen-Jan. LIU, Hui-ying. DUAN, Guang-Cai. ZHAO, Yhong-xin. CHEN, Shuai-yin. YANG, Hai-Yan. XI, Yuan-Li. Emergence and mechanism of carbapenem-resistant Escherichia coli in Henan, China, 2014. Journal of infection and public health. 2017.

LEÓN GONZALEZ, Andrés. Evaluación de la temperatura en la película TiO₂/CuO /Ag y su Efecto antimicrobiano sobre escherichia coli en luz visible.2014.

MARTÍNEZ, Alama. Instituto Tecnológico de Toluca. Degradación azul de metileno y 4-clorofenol por fotocatalisis con luz ultravioleta, utilizando TiO₂ como catalizador. Metepec, Estado de México. Septiembre.2010. Pg. 9.

MCNEIL, Steven. SUNDERLAND, Matthew. LEIGHS, Samuel. The Utilization of Wool as a Catalyst and as a Support for Catalysts. Applied Catalysis A: General. 2017

Medios de diagnóstico microbiológico hechos a tu medida. Inserto patrón McFarland. [en línea]. [Consultado el 13 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://mdmcientifica.com/wpcontent/uploads/2017/07/Patr%C3%B3n-McFarland-05072017-O-P.PD-311-INSERTO-05072017MDM-cient%C3%ADfica.pdf>

MEJÍA MORALES, Julio César. SALGADO ALMANZA, Rafael. Fotocatálisis heterogénea solar: Aplicación de películas gruesas de TiO₂ en la eliminación de contaminantes emergentes en agua. Universidad autónoma de México. Coyoacán, Distrito Federal, México

MEKPRASART, Wanichaya. KHUMTONG, Thanakorn. Rattanak. TECHITDHEERA, Wicharn. PECHARAPA, Wisanu. Effect of Nitrogen Doping on Optical and Photocatalytic properties of TiO₂ thin film prepared by Spin Coating Process. Energy procedia. Energy and Materials Science and Engineering. 2013. 746-70 p

MÉNDEZ LOZANO, Nancy. Se incrementan 20% las enfermedades gastrointestinales en León. [Consultado el 7 de Junio 2018].

MIAO, Yingchun. XU, Xiaolin. LIU, Kaiquan. WANG, Ninghong. Preparation of novel Cu/TiO₂ mischcrystal composites and antibacterial activities for Escherichia coli under visible light. Ceramics International. 2017.

MIKLOS, David. REMY, Christian. JEKEL, Martin. LINDEN, Karl. DREWES, Jorge. HUBNER, Uwe. Evaluation of advanced oxidation processes for water and wastewater treatment- A critical review. Water Research. 2018.

Microwave-assisted synthesis of rod-like CuO/TiO₂ for high-efficiency photocatalytic hydrogen evolution.

MOGHADAM ESFAHANI, Reza Alipour. FRUEHWALD, Holly M. EASTON, Bradley E. Enhancing fuel cell catalyst layer stability using a dual-function sulfonated silica-based ionomer. Applied Catalysis B: Environmental 232. 2018. 314- 231 p.

MONTERO, Natalia. Síntesis y caracterización de varios sustratos de dióxido de titanio (TiO₂) modificados con dímeros y trímeros de metales de transición para la producción de hidrógeno. Facultad de Ingeniería Química. Universidad de Costa Rica. San José. Costa Rica. 2014. Pg. 59.

MORADI, Vahid. JUN B.G, Matin. BLACKBURN, Arthur. HERRING, Rodney A. Significant improvement in visible light photocatalytic activity of Fe doped TiO₂ using an acid treatment process. Applied Surface Science. Volume 427. 2018. 791-799 p.

MORENO CONEJO, David. BUITRAGO PUENTES, Camilo. Evaluación de la actividad fotocatalítica de una mezcla de óxido de cobre y dióxido de titanio mediante la degradación de azul de metinelo. Fundación Universidad de América. Bogota D.C. 2014. 34 p.

MOUSSET, Emmanuel. OTURAN, Nihal. OTURAN, Mehmet. An unprecedented route of OH radical reactivity evidenced by an electrocatalytic process: Ipso-substitution with perhalogenocarbon compounds. Applied Catalysis B: Environmental. 2018. 135-146 p.

MUNIRATHINAM, Balakrishnan. R, Narayanan. NEELAKANTAN, Lakshman. Electrochemical and semiconducting properties of thin passive film formed on titanium in chloride medium at various pH conditions. *Thin Solid Films* 598. 2016. 260 -270 p.

OCHOA, Yasser. ORTEGÓN, Yamileth. Síntesis de TiO_2 fase anatasa, por el método sol-gel: estudio del efecto de la presencia de Acach en el sistema. Grupo de ciencia y tecnología de Materiales Cerámicos. Departamento de Física. Universidad del Cauca. Popayán, Cauca, Colombia. *Revista Facultad Universidad de Antioquia* N°52. Marzo. 2010. Pg. 29.

PADILLA, José. "Validación secundaria del método de recuento en placa en superficie de *Bacillus cereus* y *Staphylococcus aureus* en muestras de alimentos en un laboratorio de referencia". Bogotá. 2007, 109p. Trabajo de grado de pregrado en microbiología Industrial. Pontificia Universidad Javeriana, Facultad de ciencias básicas.

PARK, Hyunwoong. PARK, Yiseul. KIM, Wooyul. WONYONG, Choi. Surface modification of TiO_2 photocatalyst for environmental applications. *Journal of photochemistry and photobiology*. Volume 15. Issue 1.2013. 1-20 p.

PARANIS, Mark J. OLDHAM, KEITH B. Beyond the Beer–Lambert law: The dependence of absorbance on time in photochemistry. *Journal of photochemistry and photobiology A: Chemistry*. 2013. 6-8 p.

PELAEZ, Miguel. NOLAN, Nicholas. PILLAI, Suresh C. A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. *Applied catalysis: Environmental*. 2012. 331- 349 p.

PEY CLEMENTE, Jaime. Aplicación de procesos de Oxidación Avanzada (Fotocatálisis solar) para tratamiento y reutilización de efluentes textiles. Universidad de Valencia. 45p.

POWER, P.P. *Nature* 463. 2010. 171- 177. Citado por: LI, Wenling. MA, Xiaoli. WALAWALKAR, Mrinalini G. YANG, Zhi. ROESKY, Herbert W. Soluble aluminum hydrides function as catalysts in deprotonation, insertion, and activation reactions. *Coordination Chemistry Reviews*. 2017

PREETY. CHAUHAN, Nidhi. SHARMA, Swati. HOODA, Vinita. Improved protein determination assays obtained after substitution of copper sulfate by copper oxide nanoparticle. *Analytical Biochemistry*. 2018.
Properties of semiconductors. Semiconductor Room. 1 p. [en línea]. [Consultado el 28 de marzo]. Disponible en: <https://www.hitachi-hightech.com/global/products/device/semiconductor/properties.html>.

PULLÈS, Marlen Robert. Microorganismos indicadores de la calidad del agua potable en Cuba. Departamento de microbiología. Dirección de medio ambiente. 2013.

Qi,Kezhen.CHENG, Bei. YU, Jiaguo. HO, Wingkei. Review on the improvement of the photocatalytic and antibacterial activities of ZnO. Journal of Alloys and Compound. 2017. 792-820 p.

QIU, Xiaoqing. MIYAUCHI, Masahiro. SUNADA, Kayano. MINOSHIMA, Masafumi. LIU, Min. LU, YUE. LI, Ding. SHIMODAIRA, Yoshiki. HOSOGI, Yasuhiro. KURODA, Yasushi. HASHIMOTO, Kazuhito. Hybrid Cu_xO/TiO_2 Nanocomposites As Risk-Reduction Materials in Indoor Environments. Journal Acsnano. Vol 6. N°2. 2012. 1609 p.

Rajaram. DEBMALYA, Roy. BANERJEE, Rupak. MUKHOPADHYAY, Indrajit. Fabrication of Long- Ranged Close-Packed Monolayer of Silica Nanospheres by Spin Coating. Enginnering aspects. 2018.

RAHMANI, A.SAMARGHANDI, M.SADAMI, M.NAZEMI, F. Photocatalytic Disinfection of Coliform Bacteria Using UV/ TiO_2 . Journal of research in health sciences. No1.VI9.2009.

RAJENDRAN, Kalimuthu. GAJENDIRAN, Mani. KIM, Sungjun. KIM, Kyobum. BALASUBRAMANIA,RATOVA, Marina. KLAYSRI, Rachan. PRASERTHDAM, Piyasan. KELLY, Peter J.Visible light active photocatalytic C-doped titanium dioxide films deposited via reactive pulsed DC magnetron co- sputtering: Properties and photocatalytic activity. Vacuum. 2018. 214-224 p.

REDDY LAXMA, Venkata. KAVITHA, Bekuri. REDDY KUMAR, Police, Anil. KIM, Ki- Hyun. TiO_2 - based photocatalytic disinfection of microbes in aqueous media: A review. Environmental Research. 2017.

RENTUAN, Zhang. AHMED, A Elzatahry. SALEM, S Al-Deyab. DONGYUAN, Zhao. Mesoporoustitania: from synthesis to application. Nano today. 2012. 344-366 p.

RIOS, G. GIANNINI, C.SILIQI,D. ALTAMURA, D. SIBILLANO,T. SOLÍS, J.M.GÓMEZ, M.M. Estudio morfológico y estructural de nanopartículas de Cu O empleando técnicas de dispersión de luz y rayos X. Revista de la sociedad química del Perú. Vol. 81. 2015.

SAKSHUM, Khanna. UTSAV. PRIYANKA, Marathey. CHALIYAWALA, Harsh. NARASIMMAN,SAMURKOV, Lily. Electromagnetismo y ondas materiales. Textos y ejercicios de física. 2012. 57p.

SANCHEZ L.D , S.F.M. Taxt-Lamolle, E.O. Hole, A. Krivokapic, E. Sagstuen, H.J. Haugen, TiO_2 suspension exposed to H_2O_2 in ambient light or darkness:

Degradation of methylene blue and EPR evidence for radical oxygen species, Applied catalysis. B, Environmental, 142 (2013) 662-667 p.

SANGCHAY, W. SIKONG, L. KOOPTARNOND, K. Comparison of photocatalytic reaction of commercial P25 and Synthetic TiO₂- AgCl nanoparticles. Procedia Engineering. Volume 32. 2012. 590-596.

Seguridad e higiene alimentaria. Escherichia coli: características, patogenicidad y prevención. . [en línea]. [Consultado el 13 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://www.betelgeux.es/blog/2016/01/19/escherichia-coli-caracteristicas-patogenicidad-yprevencion-i/>

SCHIEMAN, Daniel. ALPHONSE, Pierre. TABERNA, Pierre-Louis. Synthesis of high Surface area TiO₂ coatings on stainless steel by electrophoretic deposition. Journal of materials Research. Cambridge University Press. Vol. 28. 2013.

SCUDERI, Viviana. AMIARD, Guillaume. SANZ, Ruy. BONINELLI, Simona. IMPELLIZZERI, Giuliana. PRIVITERA, Vittorio. TiO₂ coated CuO nanowire array: Ultrathin p–n heterojunction to modulate cationic/anionic dye photo-degradation in water. Journal Applied Surface science. 2017.

SORNALINGAM, K. MCDONAGH, A. ZHOU, L. Photodegradation of estrogenic endocrine disrupting steroidal hormones in aqueous systems: Progress and future challenges. US National library of medicine. National Institutes of health. 2016. 209-224 p.

Spin-coating: A new approach for improving dispersion of cellulose nanocrystals and mechanical properties of poly (lactic acid) composites
STROYUK, Oleksandr. Solar light harvesting with Nanocrystalline semiconductors. Ukraine. 2017. 39 p.

SULEIMAN, Akilu. TEFAMICHAEL, Akilu. K.V, Sharma. Experimental measurements of thermal conductivity and viscosity of ethylene glycol-based hybrid nanofluid with TiO₂-CuO/C inclusions. Journal of molecular liquids. Volume 246. 2017. 396-405 p.

TAROCO, R. SEIJA, V. VIGNOLI, R. Métodos de estudio de la sensibilidad antibiótica. . [en línea]. [Consultado el 13 de Julio del 2018]. Disponible en: <http://www.higiene.edu.uy/bacvir/materiales/cefa/2008/BacteCEFA36.pdf>

TERÁN SOLÍZ, MeryC. Estudio de la aplicación de procesos de oxidación avanzada a aguas contaminadas. Universidad politécnica de Catalunya. Barcelona. 2016.

TONG, H. OUYANG, S. BI, Y. UMEZAWA, N. OSHIKIRI, M. YE, J. Nanophotocatalytic materials: possibilities and challenges. *Adv mater.* 2012. University of Louisville. Spin coating theory Disponible en: <https://louisville.edu/micronano/files/documents/standard-operating-procedures/SpinCoatingInfo.pdf>

VINCENT, Sergio. BERLANGA, José. MARTINEZ, Raúl. CLIMENT, Javier. *Procesos de oxidación avanzada en el ciclo del agua.* Universitat Jaume. 2017.

WANICHAYA, Mekprasart. THANAKORN, Thanakorn. JIRAVAT, Rattanakorn. WICHARN, Techitdheera. WISANU, Pecharapa. Effect of Nitrogen Doping on Optical and Photocatalytic Properties of TiO₂ Thin Film Prepared by Spin Coating Process. 10th Eco-Energy and Materials Science and Engineering. 2013. 746-750p.

WIEDMER, David. SAGSTUEN, Einar. WELCH, Ken. HAUGEN HARWARD, J. TIAINEN, Hanna. Oxidative power of aqueous non-irradiated TiO₂- H₂O₂ suspensions: Methylene blue degradation and the role of reactive oxygen species. *Applied Catalysis B: environmental.* Volume 198. 2016. 9-15 p.

X, WU. D, SU. Enterotoxigenic *Escherichia coli* infection induces tight junction proteins expression in mice. *Iranian Journal of veterinary research.* Volume 19. 2018. 35-40 p.

XU, P. 2006. Influence of impregnation times on the dispersion of CuO on anatase. *J. Mol. Catal. A Chem.* 243. 2006. 24–30 p.

XU, Shiping. SUN, Darren Delai. Significant improvement of photocatalytic hydrogen generation rate over TiO₂ with deposited CuO. *International journal of Hydrogen Energy.* 2009. 6096 – 6104 p.

YANG, Renchun. YANG, Liangjun. TAO, Tingxian. MA, Fengyun. XU, Madong. ZHANG, Zhihua. Contrastive study of structure and photocatalytic performance with three-dimensionally ordered microporous CuO–TiO₂ and CuO/TiO₂. *Journal Applied surface science.* 2014. 363-368p.

YU, Jianguo. HAI, Yang. JARONEIC, Mietek. Photocatalytic hydrogen production over CuO-modified titania. *Journal of Colloid and Interface Science.* 2011. 223-228 p.

YU, Yi-Hsien. CHEN, Ying-Pin. CHENG, Zhengdong. Microwave-assisted synthesis of rod-like CuO/TiO₂ for high-efficiency photocatalytic hydrogen evolution. *International journal of Hydrogen Energy.* 2015.

YU, J. HE, C. X. LIO, WU, J. HU, Y. ZHANG, Y. Removal of perfluorinated compounds by membrane bioreactor with powdered activated carbon (PAC) adsorption onto sludge and PAC. *Desalination*. 2014. 23-28 p.

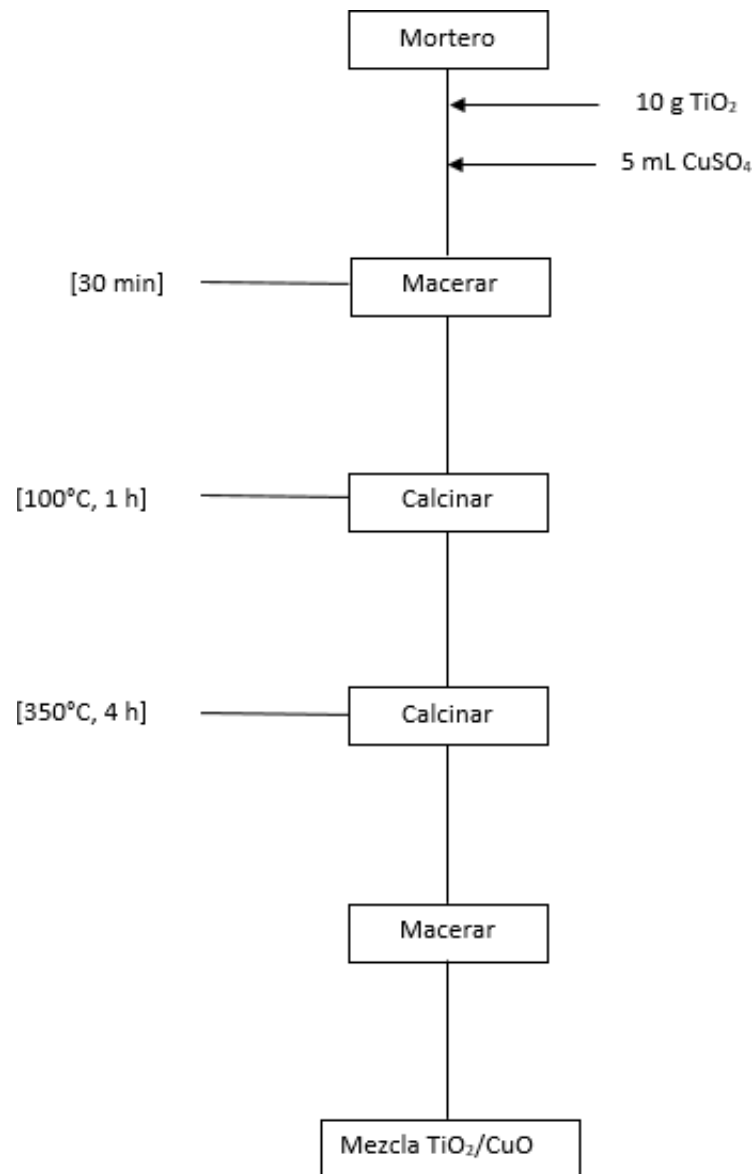
ZHANG, Y. ZHOU, J. L. NING, B. Photodegradation of stone and 17 β -estradiol in water. *Water Res.* 2001. 19-26 p.

ZHANG, Shuai. CAO, Xue-bo. WU, Jun. ZHU, Lian-wen. GU, Li. Preparation of hierarchical CuO@TiO₂ nanowire film and its application in photoelectrochemical water splitting. *Transactions of nonferrous metals society of China*. 2016.

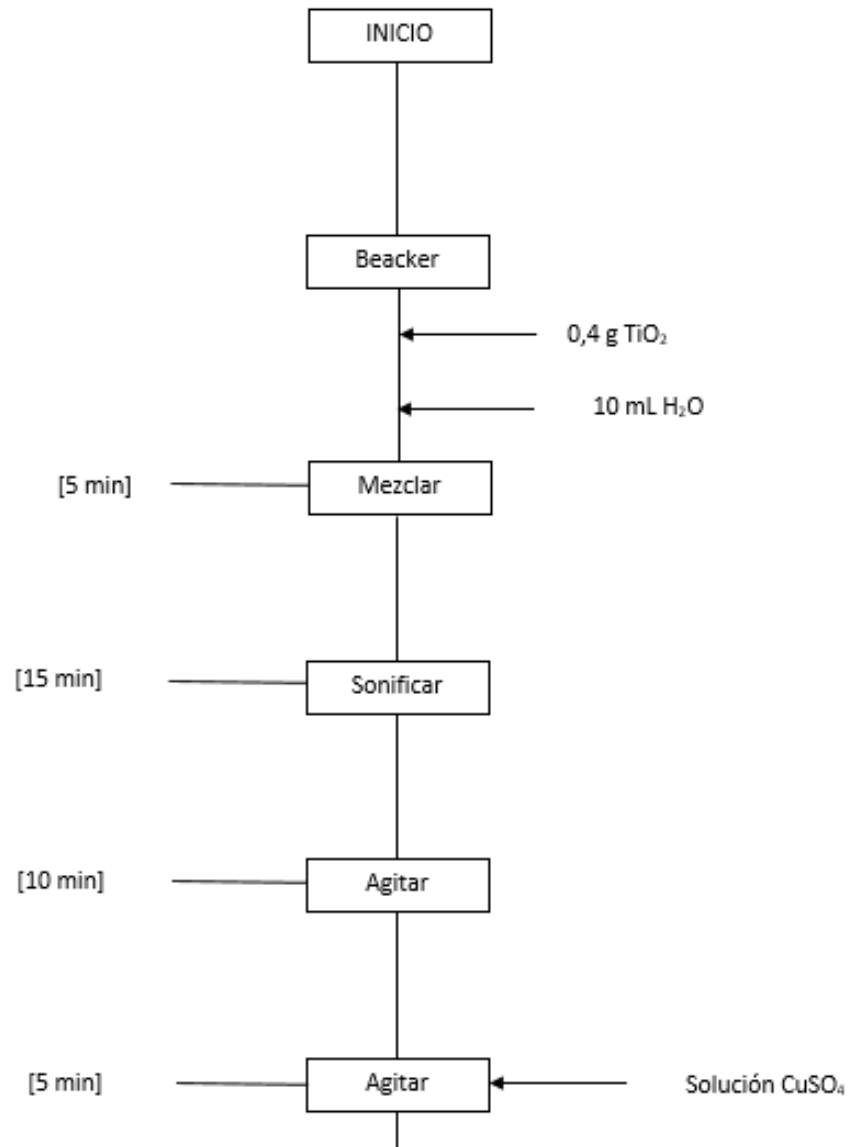
ZHENG, Xiang. SHEN, Zhi-peng. CHENG, Can. SHI, Lei. CHENG, Rong. YUAN, Dong-hai. Photocatalytic disinfection performance in virus and virus/bacteria system by Cu-TiO₂ nanofibers under visible light. *Environmental Pollution*. 2018. 452-459p

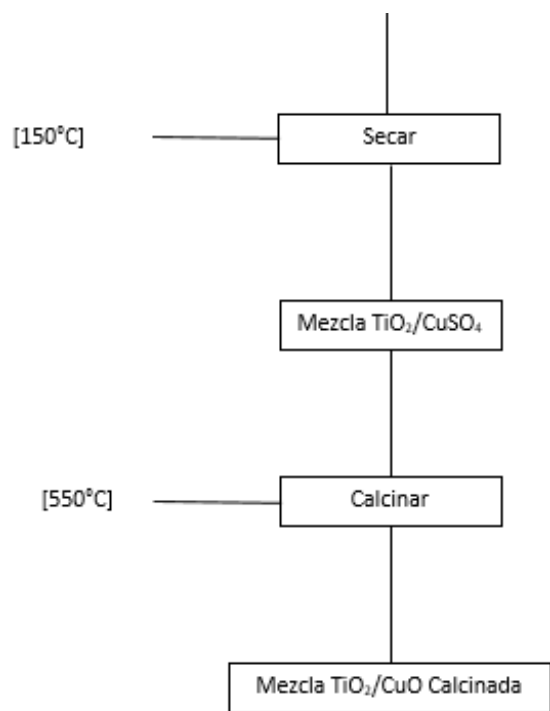
ANEXOS

ANEXO A. MÉTODO DE IMPREGNACIÓN HÚMEDA

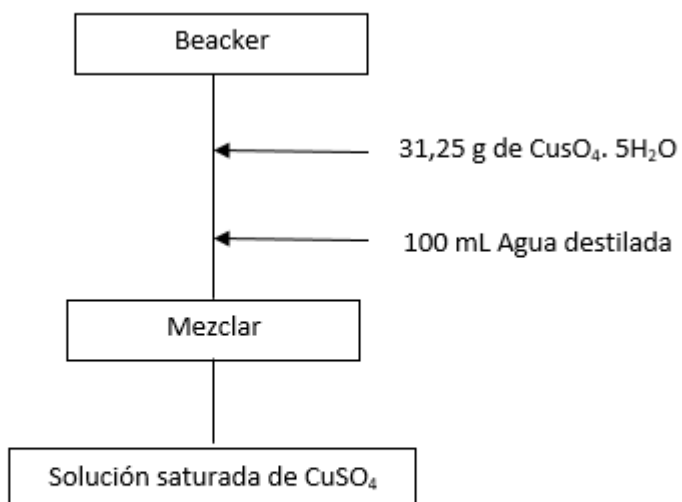


**ANEXO B.
MÉTODO DE IMPREGNACIÓN SECA.**

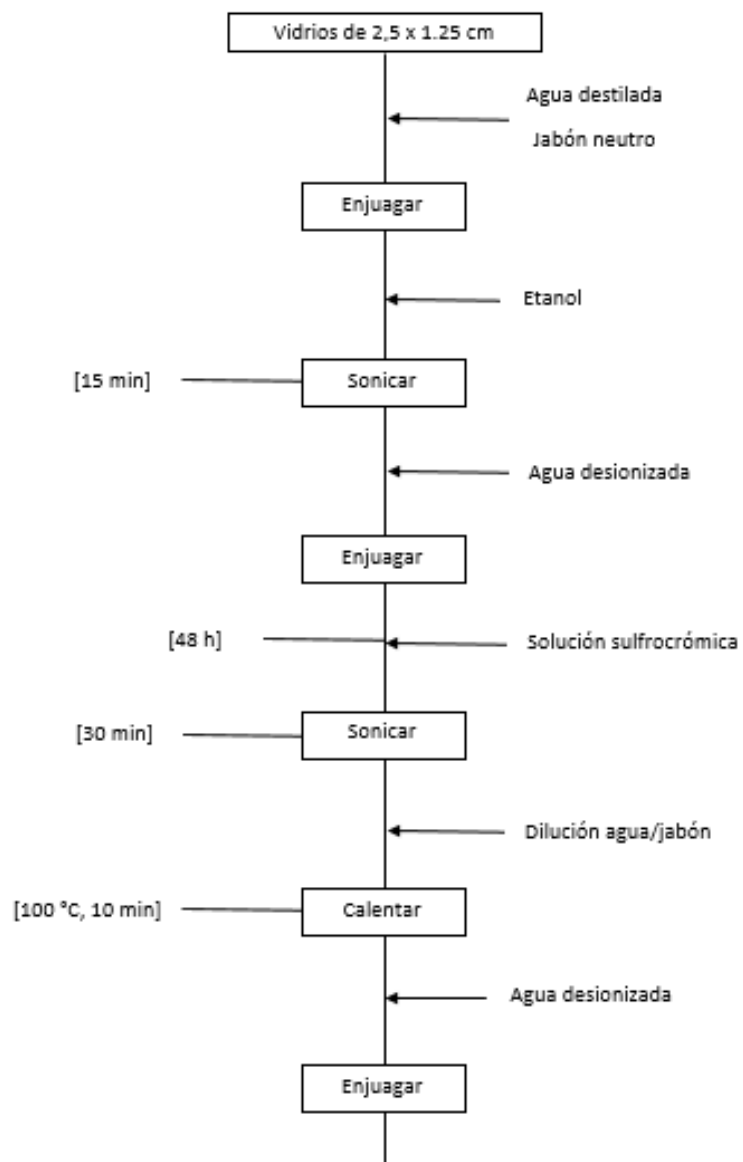


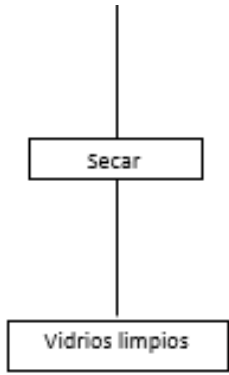


ANEXO C.
PREPARACIÓN SOLUCIÓN SATURADA DE CuSO_4

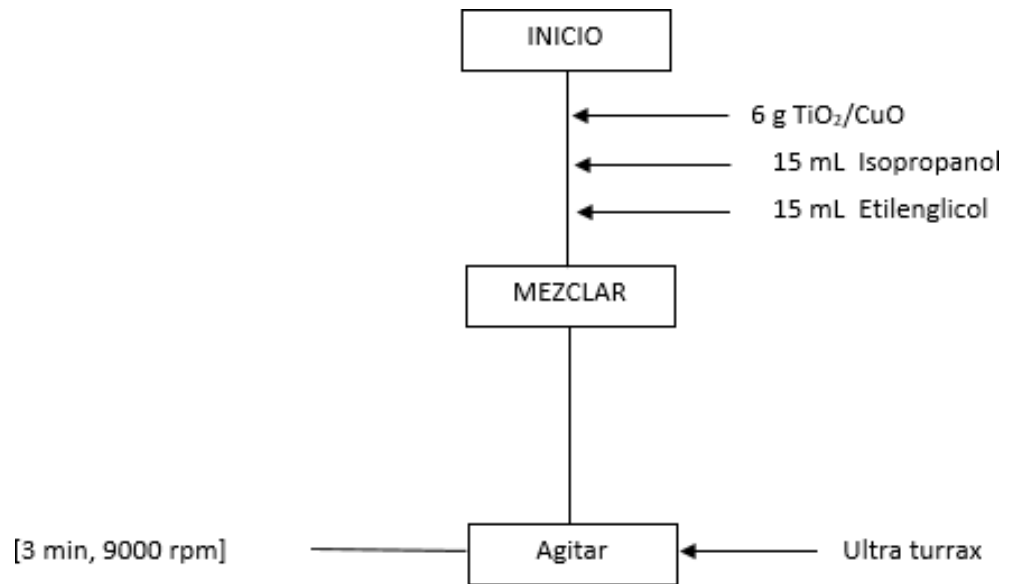


ANEXO D. PROTOCOLO DE LAVADO DE VIDRIOS

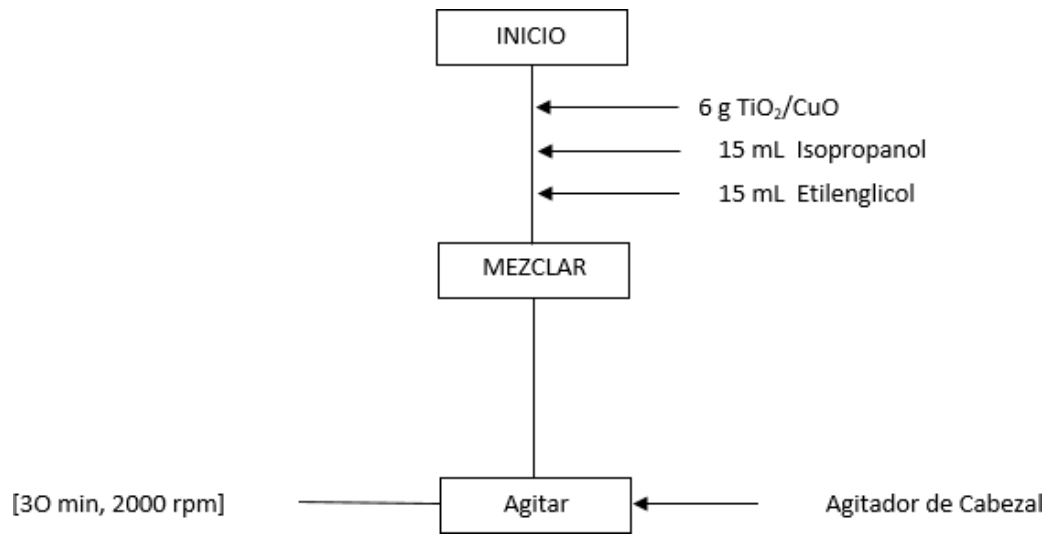




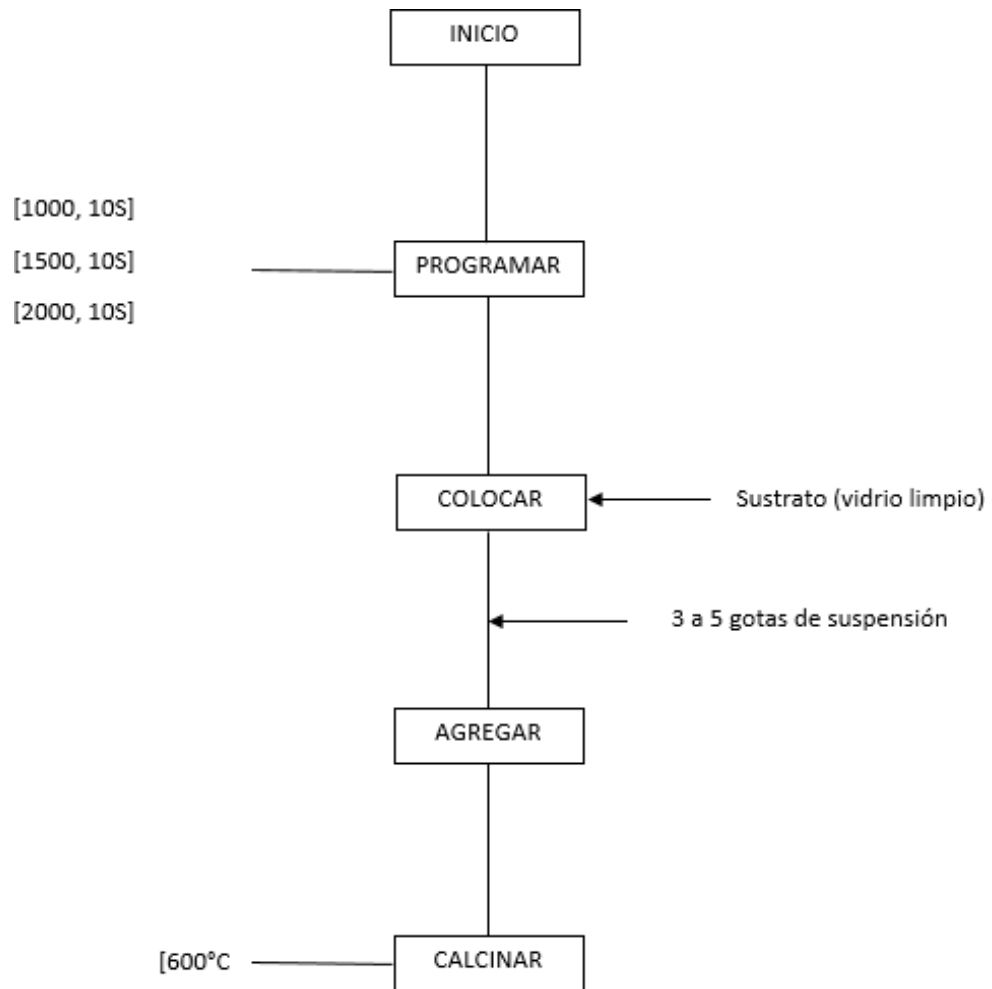
**ANEXO E.
PROCESO ELABORACIÓN DE LA SUSPENSIÓN ULTRA TURRAX.**



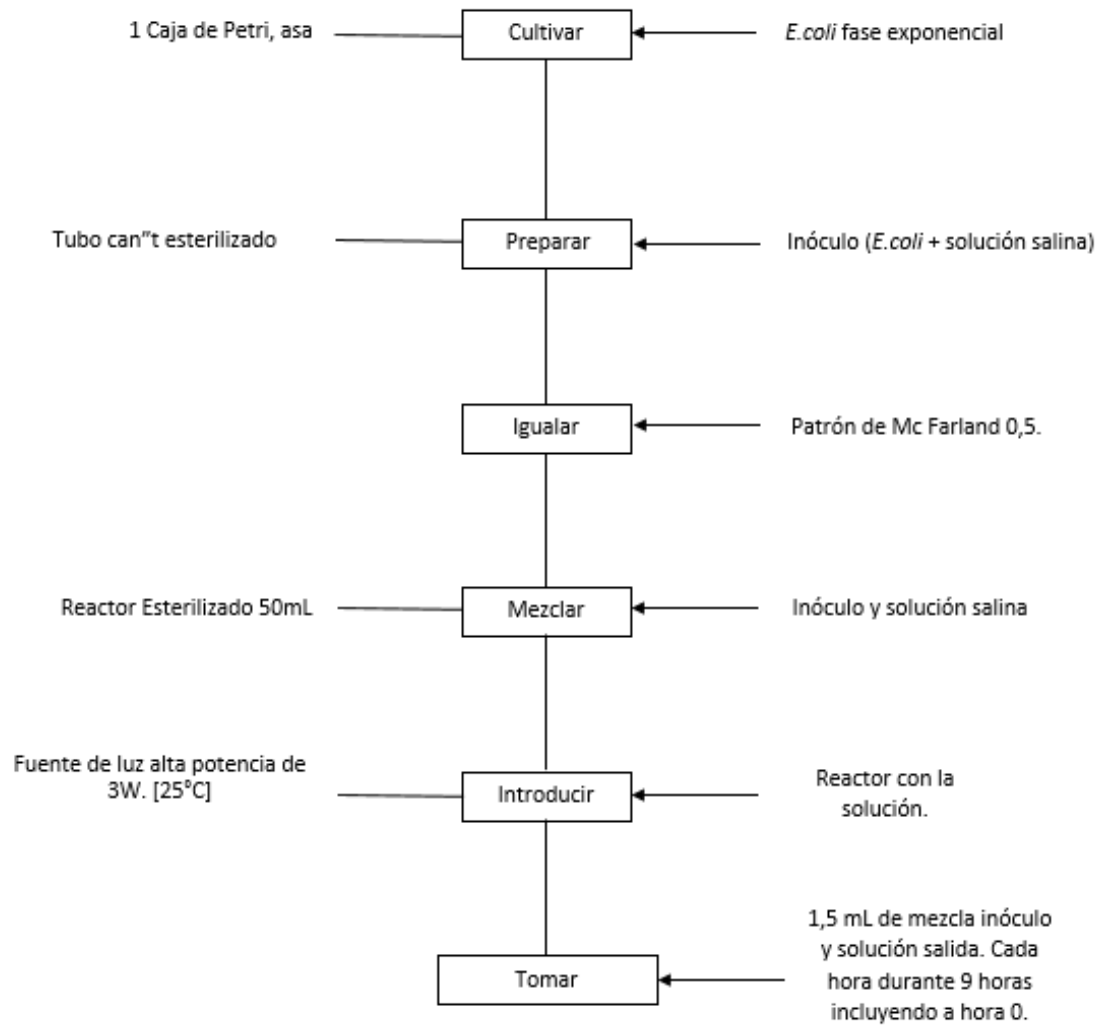
ANEXO F.
PROCESO ELABORACIÓN DE LA SUSPENSIÓN EN EL AGITADOR DE CABEZAL.



ANEXO G.
MÉTODO DE DEPOSICIÓN DE LA MEZCLA SOBRE VIDRIO.



ANEXO H.
METODOLOGÍA PARA LA PREPARACIÓN E INACTIVACIÓN DE *E.coli*.



ANEXO I. CERTIFICADO DE ANÁLISIS DEL AGAR PLATE COUNT.



SISTEMA DE GESTION DE CALIDAD
CERTIFICADO DE ANALISIS MEDIOS DE CULTIVO

MEDIO DE CULTIVO: AGAR PLATE COUNT
 No DE LOTE: 1
 FECHA DE PRODUCCION: MAYO 24 DE 2017
 FECHA DE EXPIRACION: SEP 30 DE 2017

CARACTERISTICAS FISICAS DEL MEDIO DE CULTIVO

COLOR	Medio de cultivo de color ambar palido ligeramente opalescente	CUMPLE
pH	7.2	CUMPLE
CONSISTENCIA	La consistencia del medio debe ser ligeramente dura para que permita la siembra de muestras sin romperse	CUMPLE
VOLUMEN	18 cc que deben dar 4 mm de agar en la placa de Petri	CUMPLE
ESTERILIDAD	El medio antes de sembrarse debe estar libre de cualquier crecimiento bacteriano	CUMPLE

DATOS DE LA MATERIA PRIMA UTILIZADA

MEDIO DE CULTIVO	MARCA	No DE LOTE	FECHA DE EXPIRACION
AGAR PLATE COUNT	HIMEDIA COD MO91	421216	NOV-19

PRUEBAS DE CRECIMIENTO

CEPA UTILIZADA	DIN INOCULO A PARTIR DEL TUBO 0.5 DE LA ESCALA DE MAC FARLAND	RESULTADOS DE LA PRUEBAS DE CRECIMIENTO	RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE INHIBICION
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> 27853	1/1000	Se observa crecimiento bacteriano	N.A
<i>Escherichia coli</i> 25922	1/1000	Se observa crecimiento bacteriano	N.A
<i>Klebsiella pneumoniae</i> 13883	1/1000	Se observa crecimiento bacteriano	N.A
<i>Enterococcus faecalis</i>	1/1000	Se observa crecimiento bacteriano	N.A
<i>Staphylococcus aureus</i>	1/1000	Se observa crecimiento bacteriano	N.A
<i>Proteus mirabilis</i> 29906	1/1000	Se observa crecimiento bacteriano	N.A

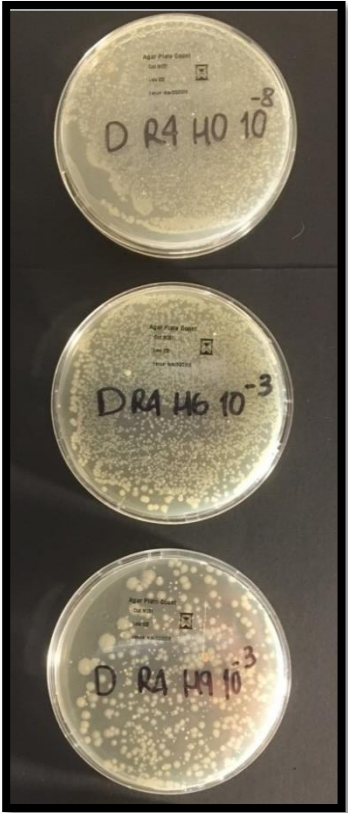
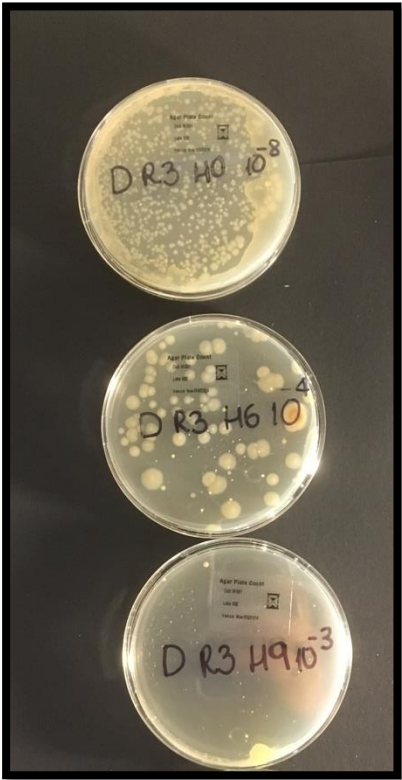
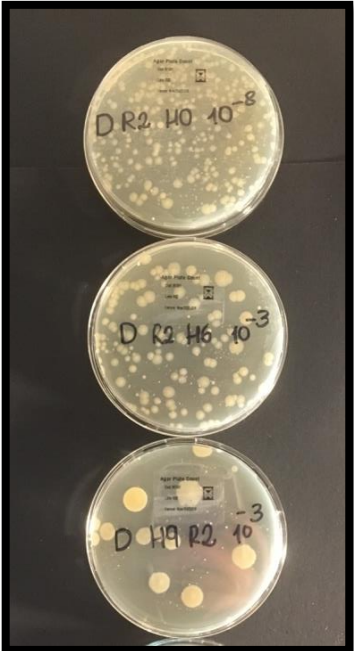
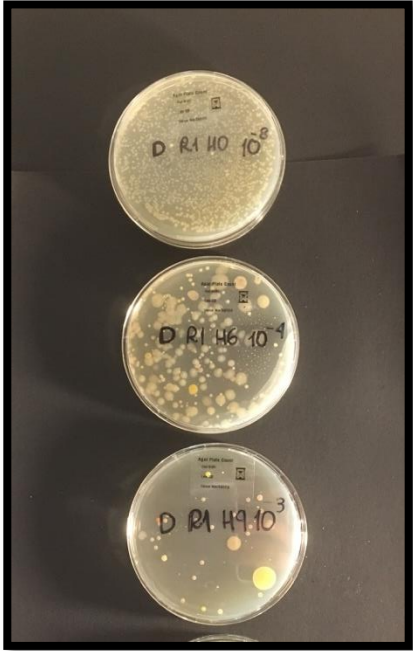
RESULTADOS DEL ANALISIS: MEDIO DE CULTIVO APROBADO

N.A: no aplica

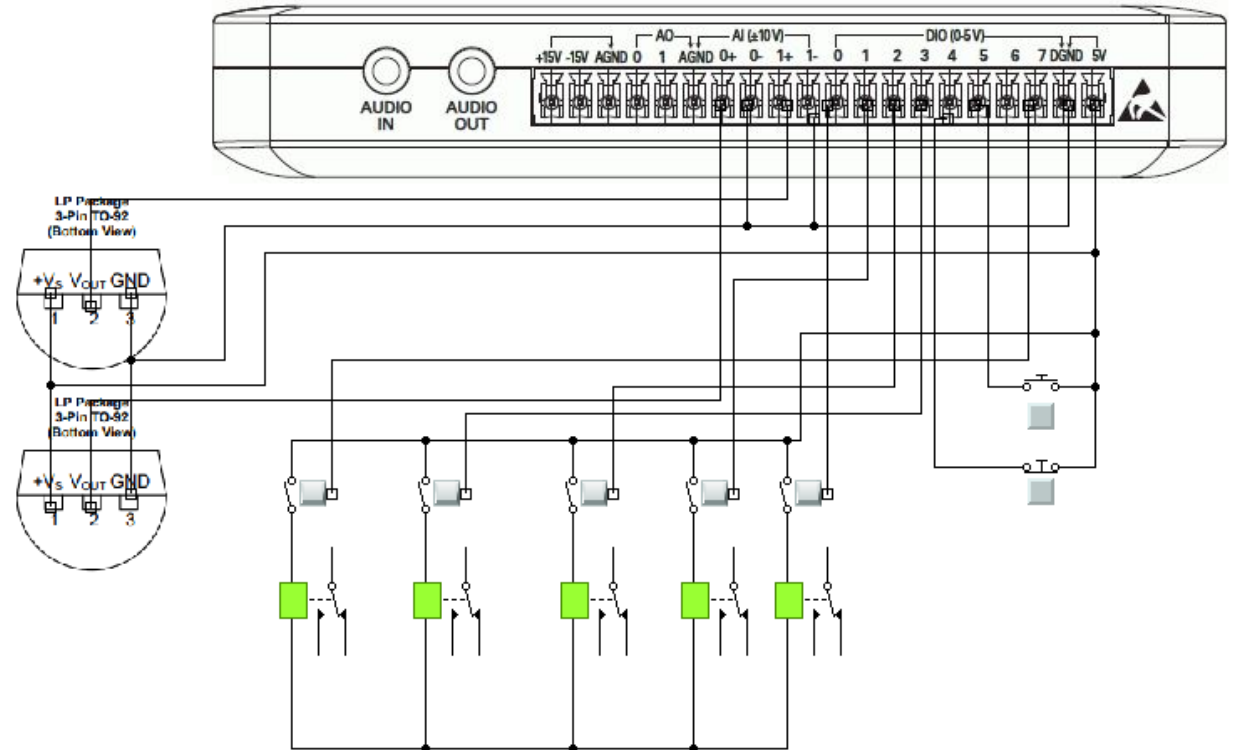
DIANA TAPIAS
DIRECTORA TECNICA
FECHA: Mayo 26 de 2017

Nota: este certificado de calidad es emitido bajo las normas establecidas en el documento M22-A3 Quality Control for Commercially Prepared

**ANEXO J.
RECUENTOS OBTENIDOS A LAS HORAS 0, HORA 6 Y HORA 9 DE LAS
RÉPLICAS R1,R2,R3 Y R4.**

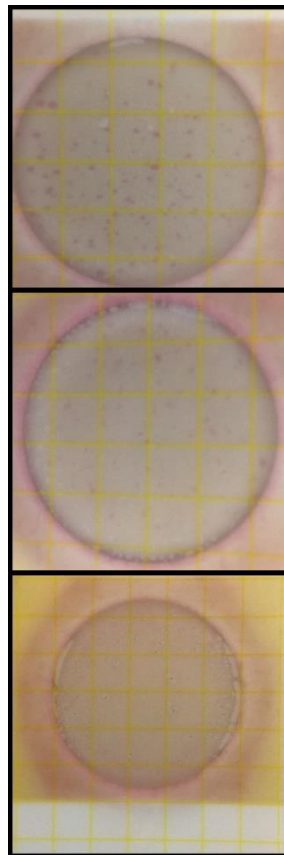


ANEXO K. CIRCUITO DEL REACTOR MICROBIOLÓGICO.



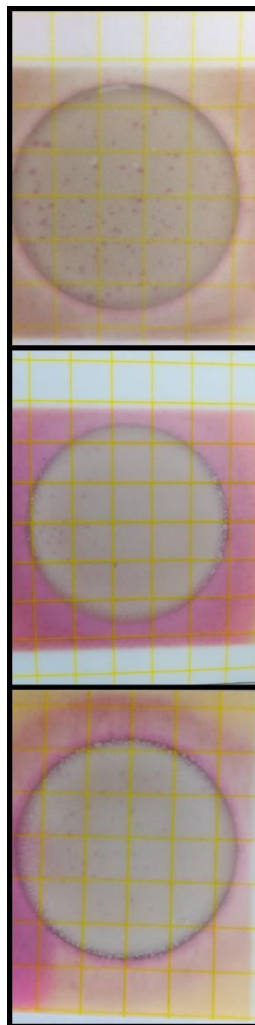
**ANEXO L.
DATOS OBTENIDOS DESPUÉS DE LA INACTIVACIÓN DE *E. COLI* CON LA
PELÍCULA P17. FOTOS DEL RECuento HORA 0, HORA 4 Y HORA 9.**

AGAR PLATE COUNT							
HORA	RÉPLICA	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶
0	1				INCONTABLE	INCONTABLE	200
	2				INCONTABLE	326	240
4	1		180	100			
	2		190	140			
9	1	180	150	80			
	2	170	100	90			



**ANEXO M.
DATOS OBTENIDOS DESPUÉS DE LA INACTIVACIÓN DE *E.COLI* CON LA
PELÍCULA P27. FOTOS DEL RECuento HORA 0, HORA 4 Y HORA 9.**

AGAR PLATE COUNT							
HORA	RÉPLICA	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶
0	1				INCONTABLE	INCONTABLE	380
	2				INCONTABLE	INCONTABLE	INCONTABLE
4	1		260	80			
	2		190	140			
9	1	50	78	48			
	2	68	65	30			



ANEXO N.
DATOS OBTENIDOS DE LAS RÉPLICAS DESPUÉS DE LA INACTIVACIÓN DE
***E. COLI* CON LA PELÍCULA DE LA MEZCLA TiO_2/CuO . R1, R2, R3 Y R4.**

AGAR PLATE COUNT									
HORA	RÉPLICA	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸
0	1						INCONTABLE	INCONTABLE	360
	2						INCONTABLE	INCONTABLE	320
1	1								
	2								
2	1								
	2								
3	1								
	2								
4	1								
	2								
5	1								
	2								
6	1		INCONTABLE	INCONTABLE	290				
	2		INCONTABLE	380	200				
7	1								
	2								
8	1								
	2								
9	1	60	56	21					
	2	74	48	21					
10	1								
	2								
11	1		0	0					
	2		0	0					

AGAR PLATE COUNT									
HORA	RÉPLICA	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸
0	1						INCONTABLE	INCONTABLE	316
	2						INCONTABLE	INCONTABLE	260
1	1								
	2								
2	1								
	2								
3	1								
	2								
4	1								
	2								
5	1								
	2								
6	1		60	55	35				
	2		80	40	40				
7	1								
	2								
8	1								
	2								
9	1	47	25	3					
	2	30	30	8					
10	1								
	2								
11	1		0	0					
	2		0	0					

AGAR PLATE COUNT									
HORA	RÉPLICA	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸
0	1						INCONTABLE	INCONTABLE	340
	2						INCONTABLE	INCONTABLE	310
1	1								
	2								
2	1								
	2								
3	1								
	2								
4	1								
	2								
5	1								
	2								
6	1		INCONTABLE	200	160				
	2		INCONTABLE	220	120				
7	1								
	2								
8	1								
	2								
9	1	60	45	20					
	2	80	39	13					
10	1								
	2								
11	1		0	0					
	2		0	0					

AGAR PLATE COUNT									
HORA	RÉPLICA	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	10 ⁻⁷	10 ⁻⁸
0	1						INCONTABLE	INCONTABLE	380
	2						INCONTABLE	INCONTABLE	360
1	1								
	2								
2	1								
	2								
3	1								
	2								
4	1								
	2								
5	1								
	2								
6	1		INCONTABLE	INCONTABLE	300				
	2		INCONTABLE	INCONTABLE	360				
7	1								
	2								
8	1								
	2								
9	1	INCONTABLE	INCONTABLE	178					
	2	INCONTABLE	350	162					
10	1								
	2								
11	1								
	2								