

UNIVERSIDAD DEL MAR

CAMPUS PUERTO ÁNGEL



Desinfección fotocatalítica de E. coli con TiO₂ soportado en material de bajo costo

TESIS

Que como parte de los requisitos para obtener el título de
Ingeniera Ambiental

Presenta:
Ana María López Ventura

Director de Tesis:
Dra. María del Rosario Enríquez Rosado

Puerto Ángel, Oaxaca, 2014



UNIVERSIDAD DEL MAR

Puerto Escondido ~ Puerto Ángel ~ Huatulco


O A X A C A


Puerto Ángel, Oaxaca, Mayo de 2014

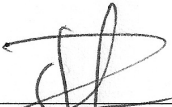
ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

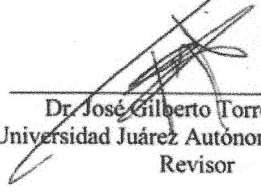
Una vez revisado y evaluado el trabajo de tesis denominado “Desinfección fotocatalítica de *E. Coli* con TiO_2 soportado en material de bajo costo” presentado por la pasante en Ingeniería Ambiental Ana María López Ventura, con número de matrícula 03050001, por este conducto hacemos constar que la tesis presentada cumple con la calidad académica necesaria para ser defendida en el examen profesional.

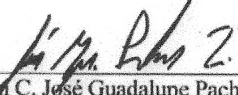
COMISION REVISORA


Dra. María del Rosario Enríquez Rosado
Universidad del Mar
Directora


Q.B. Concepción Martínez Liévana
Universidad del Mar
Revisora


Dr. Aitor Aizpuru
Universidad del Mar
Revisor


Dr. José Gilberto Torres Torres
Universidad Juárez Autónoma de Tabasco
Revisor


M. en C. José Guadalupe Pacheco Sosa
Universidad Juárez Autónoma de Tabasco
Revisor

DEDICATORIA

*A mis padres, por su apoyo y cariño
incondicionales.*

Agradecimientos

A la Jefatura de Carrera de Ingeniería Ambiental de la Universidad del Mar por posibilitarnos siempre el uso de los Laboratorios de la carrera para el desarrollo de la parte experimental de esta tesis, y a los Laboratorios de Investigación de la Universidad del Mar por las facilidades brindadas.

A mi directora: Dra. María del Rosario Enríquez Rosado, por su apoyo, dedicación y sobre todo por su paciencia y jalones de orejas para que no me olvidara de la tesis.

A los revisores: Dr. Aitor Aizpuru, Q.B. Concepción Martínez Lievana, M. en C. José Guadalupe Pacheco Sosa y Dr. José Gilberto Torres Torres por haberse tomado el tiempo de revisar y darnos sus comentarios y observaciones que sirvieron para mejorar este documento.

A las Divisiones Académicas de Ciencias Básicas y de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad Juárez Autónoma de Tabasco (UJAT), por brindarnos acceso a sus instalaciones y equipos para la caracterización de nuestros materiales.

A los M. en C. Belem Espinoza Chávez, M. en I. Sergio Hernández y Q.F.B. Concepción Martínez Lievana por la asesoría en el desarrollo de la parte microbiológica del tema.

A los técnicos y personal de apoyo de los laboratorios de la Universidad del Mar y de la UJAT.

A quienes fueron mis profesores, por contribuir a mi formación y por su disposición para la enseñanza.

A mis amigos: Danilo, quien me ayudó mucho a poder comenzar con la escritura de la tesis, gracias por los tips men! y por acompañarme en esta etapa, a Laura porque siempre podía compartirle mis angustias académicas (y las demás) y ayudaba a hacerlas menos, a Yadira y sus locuras por las que pasamos muy buenos momentos, a Toño, Shaamir y Brenda que de algún modo volvieron más lindos mis días en Puerto Ángel.

Índice General

Índice de tablas.....	4
Índice de figuras.....	4
RESUMEN.....	6
INTRODUCCIÓN.....	7
OBJETIVOS.....	8
JUSTIFICACIÓN.....	9
HIPÓTESIS.....	9
I. MARCO TEÓRICO.....	10
I.1 Desinfección de agua.....	10
I.1.1 Análisis de la calidad del agua.....	10
I.1.2 Métodos de desinfección.....	11
I.1.2.1 Desinfección con cloro.....	11
I.1.2.2 Desinfección con luz ultravioleta.....	12
I.2 Procesos de oxidación avanzada y su empleo como métodos de desinfección.....	13
I.2.1 POA no fotoquímicos.....	14
I.2.2 POA fotoquímicos.....	14
I.3 Fotocatálisis heterogénea.....	15
I.3.1 Fundamentos.....	15
I.3.2 Parámetros que influyen en la fotocatálisis heterogénea.....	16
I.3.3 Tipos de fotocatalizador.....	17
I.4 Dióxido de titanio (TiO ₂).....	19
I.4.1 Métodos de obtención de TiO ₂ en polvo.....	20
I.4.2 TiO ₂ soportado.....	20
I.5 Desinfección por fotocatálisis heterogénea.....	22
I.5.1 Cinéticas de desinfección fotocatalítica.....	25
II. EVALUACIÓN DEL TiO₂ P25 SOPORTADO EN BARRO.....	30
II.1 Generalidades.....	30
II.2 Metodología.....	30
II.2.1 Obtención del fotocatalizador soportado.....	30
II.2.1.1 Elaboración del soporte.....	30
II.2.1.2 Impregnado del soporte.....	31
II.2.2 Caracterización morfológica del soporte.....	32
II.2.2.1 Observación al microscopio óptico.....	32
II.2.2.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	32
II.2.2.3 Análisis de difracción de rayos X (DRX).....	32
II.2.2.4 Determinación del área superficial y tamaño de partícula y poros.....	33
II.2.2.5 Absorción UV-visible.....	33
II.2.3 Caracterización de la actividad fotocatalítica del TiO ₂ soportado.....	33
II.3 Resultados.....	34
Efecto del tratamiento térmico sobre las características texturales y morfológicas del TiO ₂ P25.....	34
Morfología del fotocatalizador soportado.....	35
Absorción UV del TiO ₂ P25 soportado.....	38

Actividad fotocatalítica del TiO ₂ Degussa P25 soportado en material de bajo costo.....	39
Conclusión del capítulo	42
III. DESINFECCIÓN FOTOCATALÍTICA.....	43
III.1 Generalidades	43
III.2 Metodología	43
III.2.1 Preparación de una suspensión concentrada con la bacteria <i>E. coli</i>	43
III.2.1.1 Metodología APCFR	44
III.2.1.1.1 Obtención de cepa pura de <i>E. coli</i> (aislamiento)	44
III.2.1.1.2 Propagación y cinética	44
III.2.1.2 Metodología de congelación bacteriana para la obtención de una suspensión concentrada	45
III.2.2 Solución problema inicial: preparación	46
III.2.3 Procedimiento de desinfección fotocatalítica	46
III.3 Resultados de los experimentos de desinfección fotocatalítica	47
Desinfección fotocatalítica con fotocatalizadores soportados	47
Efecto de la concentración inicial y el número de capas soportadas	47
Efecto de la intensidad de la irradiación.....	49
Conclusión del capítulo.....	51
IV. CONCLUSIONES.....	52
REFERENCIAS	54
BIBLIOGRAFÍA	57
ANEXOS.....	58
Anexo 1. Método del sustrato cromogénico IDEXX Quanti-Tray/2000	58
Procedimiento.....	58

Índice de tablas

Tabla 1. Mecanismos de desinfección usando cloro, UV y ozono	12
Tabla 2. Clasificación de los POA.	14
Tabla 3. Clasificación de semiconductores basada en las reacciones de división del agua: O: Oxidación, R: Reducción	19
Tabla 4. Presentaciones comerciales de TiO ₂ en polvo	19
Tabla 5. Área superficial y tamaño de partícula para barro calcinado a 700 °C y TiO ₂ calcinado a 500 °C.....	35
Tabla 6. Efecto de la intensidad de la irradiación y el número de capas de TiO ₂ depositadas sobre las constantes de velocidad de reacción de pseudo-primer orden para la degradación fotocatalítica del 4- CP.....	40

Índice de Figuras

Figura 1. Esquema del proceso fotocatalítico sobre una superficie de TiO ₂	15
Figura 2. Posición relativa de los bordes de las bandas de conducción y de valencia de algunos semiconductores.	18
Figura 3. Etapas del proceso de dip-coating	22

Figura 4. Capas externas de bacterias: Gram-positivas y Gram-negativas.....	24
Figura 5. Esquema de la peroxidación lipídica.....	24
Figura 6. Tipos de curvas de inactivación observadas para microorganismos	25
Figura 7. Obtención de cuadros de barro húmedo	31
Figura 8. Proceso de impregnado del soporte	31
Figura 9. Rampa de temperatura utilizada para la calcinación de TiO ₂ soportado sobre barro	32
Figura 10. Espectro DRX para TiO ₂ calcinado y sin calcinar	34
Figura 11. Morfología observada en microscopio óptico para L0 a 20x (a), L3 a 20x (b) y 40x (c), L5 a 20x (d) y 40x (e) y L8 a 20x (f).....	36
Figura 12. Morfología observada en microscopio óptico de L5 a 20x (a) y 40x (b)	36
Figura 13. Micrografía para estimación de grosor de capa y perfil elemental de superficie para barro calcinado (a), L3 (b), L5 (c) y L8 (d)	38
Figura 14. Espectros de absorción de diferentes capas de TiO ₂ soportado	39
Figura 15. Efecto del número de capas en la degradación fotocatalítica de 4-CP a (a y a') 1.4 y (b) 2.8 mW/cm ²	40
Figura 16. Efecto de la reutilización de un mismo ladrillo (L5) a una Imáxima de 2.8 mW/cm ²	42
Figura 17. Procedimiento para el aislamiento de <i>E. Coli</i> y colonias desarrolladas con el brillo verde metálico característico	44
Figura 18. Esquema de la metodología APCFR	45
Figura 19. Reactor de vidrio con solución inicial dentro de fotoreactor Luzchem-ICH1	47
Figura 20. Efecto del número de capas de TiO ₂ sobre soportes de bajo costo; (a) concentración inicial del orden de 10 ⁴ NMP/100 mL y (b) concentración inicial del orden de 10 ⁵ NMP/100 mL. Irradiancia 1.5-1.7 mW/cm ²	48
Figura 21. Efecto del soporte sobre la desinfección fotolítica	50
Figura 22. Efecto de la intensidad de radiación utilizada en la desinfección fotocatalítica, usando el soporte con cinco capas de TiO ₂ ; (a) irradiancia mínima (1.3-1.4 mW/cm ²) y (b) irradiancia máxima (2.4-2.5 mW/cm ²)	50
Figura 23. Demostración del procedimiento para el conteo de <i>E. coli</i> por el método colisure. (Imágenes tomadas de www.idexx.com)	58

El objetivo del presente trabajo de tesis fue contribuir a evaluar el efecto de la inmovilización, mediante un procedimiento simple, de TiO₂ comercial (P25-Degussa), sobre un soporte de bajo costo para aplicaciones fotocatalíticas en el tratamiento de agua. La caracterización de los materiales obtenidos, realizada mediante diferentes técnicas (DRX, Microscopía Electrónica, UV, EDX) revela que el recubrimiento del soporte de barro propuesto, es aceptable a partir de la quinta capa de fotocatalizador. Asimismo, se comprobó que el tratamiento para la fijación del fotocatalizador no afecta la estructura cristalina del TiO₂. Los espesores aproximados de las capas fueron de 17.06 μm, 40.94 μm y 43.8 μm para L3, L5 y L8 respectivamente.

La actividad fotocatalítica del TiO₂ inmovilizado (5 capas) en la degradación de un compuesto orgánico modelo, el 4-Clorofenol (4-CP), mostró que para un mismo tiempo (180 min) se observa un aumento en la constante de velocidad de la reacción k , cuando se duplica la irradiancia (de 1.4 mWcm⁻² a 2.8 mWcm⁻²). Asimismo, se corroboró la capacidad de reutilización del soporte, ratificando su resistencia mecánica y la posibilidad de reutilización del TiO₂ soportado sobre barro.

Además se estudió la capacidad de desinfección de *Escherichia coli* utilizando el material antes mencionado. Los experimentos realizados demostraron que el soporte no interfiere con el proceso de desinfección confirmándose como un buen sustrato. El efecto de la concentración inicial de microorganismos influye sobre el tiempo en que se alcanza el límite máximo permisible por la normatividad ambiental para la descarga de aguas residuales (<10³ NMP/100mL). Respecto al efecto de la irradiancia sobre la desinfección, se observó, para el mismo número de capas, que con la irradiancia mínima (1.3-1.4 mW/cm²) hay una disminución de la concentración inicial (alrededor de 10⁶ NMP/100mL) de aproximadamente un orden de magnitud; mientras que cuando la irradiancia se incrementa (2.4-2.5 mW/cm²) la disminución es de alrededor de 3-4 órdenes de magnitud con el mismo tiempo de irradiancia (1 h).