



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

Eliminación de coliformes totales mediante fotocatalisis
heterogénea solar.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

LICENCIADA EN QUÍMICA INDUSTRIAL

PRESENTA:

BETZAIDA GUADALUPE SANCHEZ SOTO

Asesor: Dr. Julio César Morales Mejía

Co-Asesora: Dra. Yolanda Marina Vargas Rodríguez

Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
SECRETARÍA GENERAL
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES**

U.N.A.M.
FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLÁN.
ASUNTO: VOTO APROBATORIO

**M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN
PRESENTE**

**ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.**

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: **Trabajo de Tesis.**

Eliminación de coliformes totales mediante fotocátalisis heterogénea solar.

Que presenta la pasante: **Betzaida Guadalupe Sanchez Soto**
Con número de cuenta: **414010633** para obtener el Título de la carrera: **Licenciatura en Química Industrial**

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el **EXAMEN PROFESIONAL** correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO.**

ATENTAMENTE
“POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU”
Cuautitlán Izcalli, Méx. a 10 de Enero de 2019.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	I.Q. Graciela Ruth Delgadillo García	
VOCAL	Q.F.B. Leticia Badillo Solis	
SECRETARIO	Dr. Julio Cesar Morales Mejía	
1er. SUPLENTE	Q.F.B. Claudia Pérez Garrido	
2do. SUPLENTE	Dr. Martín Rogelio Cruz Díaz	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

DEDICATORIA

A mis padres quienes han sido pilares fundamentales a lo largo de mi vida; han sido el motor y el viento que me ha impulsado a cumplir mis sueños y aspiraciones, han estado junto a mí en los momentos significativos de mi vida. Ustedes me han guiado, inspirado y respaldado; a ustedes y a mis hermanos, por su apoyo y sabios consejos, les dedico el presente trabajo.

A mis compañeras y amigas, Diana, Mali y Alondra. Con ustedes he compartido importantes momentos, juntas recibimos formación y gracias a su apoyo mi tiempo en la universidad se llenó de gratos momentos.

El alma tiene ilusiones, como el pájaro tiene alas; es lo que la sostiene.

- Victor-Marie Hugo (1802-1885)

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Julio Morales Mejía, por su guía y constante apoyo a lo largo de esta investigación. Por su inagotable paciencia y certeros consejos, gracias.

Gracias a Ana Kendy cuya participación en los inicios de la presente investigación fue de vital ayuda.

Investigación realizada gracias al Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT) de la UNAM, IA106318 (RA106318), Depositado de TiO_2 sobre soportes densos para la oxidación fotocatalítica solar de contaminantes de preocupación emergente en agua. Agradezco por la beca recibida.

Índice

Resumen.....	8
Introducción.....	9
Objetivos	10
Objetivo general.....	10
Objetivos específicos	10
Hipótesis	10
Capítulo I Generalidades.....	11
1.1 Características del agua potable y de uso industrial.....	12
1.1.1 Características de los recursos hídricos en México	14
1.2 Disponibilidad del agua en México	16
1.3 Acondicionamiento típico de agua de uso en servicios	17
Capítulo II Marco teórico	19
2.1 Efecto de las impurezas en los sistemas de generación de vapor y sistemas de enfriamiento.....	20
2.2 Bioensuciamiento.....	21
2.2.1 Problemas en la industria asociados a microorganismos en el agua	22
2.3 Coliformes en agua de uso industrial	23
2.3.1 Técnicas típicas empleadas en el control de microorganismos.....	24
2.4 Fotocatálisis heterogénea	24
2.4.1 Fotocatalizador	27
2.4.2 Cinética de reacción de la fotocatálisis heterogénea	29
2.4.3 Variables físicas que afectan la cinética	30
2.5 Reactores químicos	33
2.5.1 Estrategias de llenado y reacción en un SBR	34
CAPÍTULO III Metodología	36
3.1 Síntesis de películas de TiO ₂	37
3.2 Eliminación de coliformes totales	38
3.2.1 Diseño experimental para las pruebas de oxidación fotocatalítica	38
3.2.2 Descripción del fotorreactor tipo colector parabólico compuesto (CPC).....	40
3.2.3 Técnica analíticas de medición.....	42
Capítulo IV Análisis de resultados	43
4.1. 1. Llenado instantáneo al inicio de la reacción.	44

4.2 2. Llenado durante la primera mitad del tiempo de reacción	46
4.3 3. Llenado a lo largo del tiempo de reacción.	49
4.4 Análisis de varianza (ANOVA)	52
4.5 Pruebas con catalizador comercial P-25 Degussa	54
4.6 Parámetros cualitativos	54
CAPITULO V Conclusiones.....	56
5.1 Conclusiones	57
Referencias	58
Anexos	63
Anexo A. Calculo de dióxido de titanio dopado soportado en el soporte de diatomita.	63
Anexo B. Métodos convencionales de conteo de coliformes totales	64
Anexo C. Conteo de microorganismos mediante Placas Petrifilm™	65

Índice de tablas

Tabla 1. Límites permisibles de características bacteriológicas.	12
Tabla 2. Límites permisibles de características radiactivas.	13
Tabla 3. Límites permisibles de características físicas y organolépticas.	13
Tabla 4. Escala de clasificación de calidad del agua.....	15
Tabla 5. Efecto de la concentración de dopante en la acción fotocatalítica	28
Tabla 6. Ensayos experimentales realizados.	40
Tabla 7. UFC/ 100mL al inicio y final de la reacción para cada variación de concentración en persulfato de sodio, llenado instantáneo.	44
Tabla 8. Contantes cinéticas y concentración inicial de la reacción, sistema convencional.	46
Tabla 9. UFC/ 100mL al inicio y final de la reacción para cada variación de concentración en persulfato de sodio, durante la primera mitad del tiempo total de reacción.	46
Tabla 10. Contantes cinéticas y concentración inicial, llenado del tanque a la mitad del tiempo total de reacción.....	48
Tabla 11. Contantes cinéticas ajustadas con ecuación por tanteo, llenado de tanque a la mitad del tiempo total de reacción.	49
Tabla 12. UFC/ 100mL al inicio y final de la reacción para cada variación de concentración en persulfato de sodio, llenado de tanque durante el tiempo total de reacción.....	50
Tabla 13. Contantes cinéticas y concentración inicial, llenado del tanque durante el tiempo total de reacción.	51
Tabla 14. Contantes cinéticas ajustadas con ecuación por tanteo, llenado a lo largo del tiempo de reacción.	52
Tabla 15. Datos generales del análisis de varianza (ANOVA) para el porcentaje de oxidación.	52
Tabla 16. Prueba de Bonferroni el porcentaje de oxidación.	53
Tabla 17. Comparación de eficiencias de catalizador comercial Degussa P-25 y el obtenido experimentalmente, N-TiO ₂ . Operación convencional del reactor.	54

Índice de graficas

Gráfica 1. Concentración de coliformes totales en función del tiempo.....	44
Gráfica 2. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante. ...	45
Gráfica 3. Concentración de coliformes totales en función del tiempo, llenado de tanque a la mitad del tiempo total de reacción.....	46
Gráfica 4. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, llenado de tanque a la mitad del tiempo total de reacción.	47
Gráfica 5. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, llenado de tanque a la mitad del tiempo total de reacción, $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8]=10^{-3}\text{M}$	48
Gráfica 6. Concentración de coliformes totales en función del tiempo, llenado de tanque durante el total del tiempo de reacción.....	49
Gráfica 7. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, llenado de tanque durante el total del tiempo de reacción.....	50
Gráfica 8. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, llenado de tanque durante el total del tiempo de reacción, $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8]=10^{-3}\text{M}$	51

Índice de figuras

Figura 1. Ubicación geográfica de las trece RHAs (CONAGUA, 2016).	14
Figura 2. Cobertura de agua potable por municipio (INEGI, 2010).	16
Figura 3. Usos consuntivos agrupados (CONAGUA, 2015).	17
Figura 4. Secuencia de formación de biopelícula.	22
Figura 5. Mecanismo de formación de los pares hueco-electrón (Nan <i>et al.</i> , 2010).	26
Figura 6. Principales estructuras cristalinas de TiO_2 a) Anatasa, b) Rutilo y c) Brookita (Zhang <i>et al.</i> , 2014).	27
Figura 7. Influencia de la concentración inicial del sustrato (Herrmann, 2011).	31
Figura 8. Influencia de la concentración inicial del catalizador (Herrmann, 2011).	31
Figura 9. Influencia de la irradiancia (Herrmann, 2011).	32
Figura 10. Influencia de la temperatura (Herrmann, 2011).	32
Figura 11. Fases de operación (Wilderer <i>et al.</i> , 2001).	34
Figura 12. Ecuaciones de un balance de materia de varios reactores.	35
Figura 13. Diatomita en agitación con solución precursora de N- TiO_2	37
Figura 14. Catalizador N- TiO_2 sintetizado.	38
Figura 15. Esquema reactor intermitente alimentado en modo de recirculación. a) Llenado lento. b) Llenado instantáneo.	39
Figura 16. Reactor fotocatalítico tipo CPC.	40
Figura 17. Bomba dosificadora colocada en la base del reactor.	41
Figura 18. Inoculación de placa para recuento de coliformes totales, 3M® Petrifilm™.	42
Figura 19. Comparación de agua antes (izquierda) y después (derecha) de inactivación fotocatalítica.....	54
Figura 20. Comparación de Petrifilm al inicio (izquierda) y final (derecha) de la reacción, concentración de $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8]=10^{-3}\text{M}$, llenado de reactor a mitad del tiempo total de reacción....	55
Figura 21. Diluciones en el método del número más probable (Madigan <i>et al.</i> , 2015).	64
Figura 22. Pasos de siembra, incubación e interpretación de Placas Petrifilm™ (3M, 2006).	65

Resumen

En el presente trabajo se estudió la eliminación de coliformes en agua mediante su oxidación por fotocatalisis heterogénea solar con un fotocatalizador dopado con nitrógeno y soportado en diatomita. El agua fue previamente inoculada con microorganismos provenientes de una muestra de suelo húmedo. El estudio se realizó modificando dos variables: estrategia de llenado del tanque de un reactor intermitente alimentado en modo de recirculación y concentración inicial de un aceptor de electrones, el persulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$). El fotocatalizador, dióxido de titanio dopado con nitrógeno (N-TiO_2), empleado en la remoción de los microorganismos, fue sintetizado mediante el método de sol-gel a partir del agente precursor, Isopropóxido de titanio. Los experimentos se realizaron en un fotorreactor tipo colector parabólico compuesto (CPC).

Las actividades experimentales se efectuaron dentro del laboratorio de post cosecha, ubicado en las instalaciones del Centro de Asimilación Tecnológica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

Para el análisis de los resultados experimentales, se registró la concentración inicial y final de coliformes totales, con los que se calculó el porcentaje de remoción de los microorganismos, así mismo se realizó un seguimiento cinético de las reacciones y con los datos experimentales obtenidos se calculó la constante cinética aparente y el correspondiente orden de reacción para cada caso. Una vez que los datos experimentales fueron reunidos, se procedió a realizar un análisis de varianza (ANOVA) mediante el software Origin Pro v. o, de Origin Lab.

Se encontró que la única variable que presentó un efecto estadísticamente significativo en la eliminación de coliformes totales fue la concentración inicial del agente oxidante.

Introducción

Son pocas las operaciones industriales que pueden llevarse a cabo con buenos resultados si se carece de un suministro adecuado de agua convenientemente acondicionada (Powell *et al.* 1981). Por esta razón es común realizar un tratamiento previo al agua destinada a servicios industriales para asegurar que está posea las características adecuadas para la operación a la que será asignada. En algunos casos el agua lleva consigo microorganismos que tienen la facultad de adherirse a superficies sólidas en contacto con dicha agua, si el agua se encuentra en movimiento los nutrientes necesarios para la proliferación de los organismos son facilitados mediante el arrastre. Estas acumulaciones de materia viva son denominadas “biofilms”, películas biológicas o slimes. Cuando las películas biológicas se presentan en las operaciones industriales pueden estar asociadas con diversos problemas como disminución en la transferencia de calor y aumento en la resistencia al flujo de fluidos, lo que se traduce en pérdidas significativas en el rendimiento térmico, en consumo de energía, etc. (Bott *et al.* 2011).

La aplicación de procesos de oxidación avanzada (AOP por sus siglas en inglés) en la reducción de microorganismos presentes en agua destinada a abastecer las actividades humanas e industriales posee un enorme potencial (Malato *et al.* 2009). En este sentido, dentro de las denominadas AOPs se encuentra la fotocatalisis que puede ser definida como la aceleración de una foto reacción química mediante la presencia de un catalizador, la cual es diferente a una reacción de fotólisis o una reacción catalizada en fase heterogénea ordinaria. Tanto la luz como el catalizador son elementos necesarios (Blanco, 2003).

La inactivación fotocatalítica de microorganismos ha sido estudiada por diversos investigadores, pero hasta este momento no existe información suficiente del efecto que pueda tener la modificación en las estrategias de llenado de reactores fotocatalíticos solares discontinuos, Debido al interés industrial que representa la aplicación de fotocatalisis heterogénea solar en la eliminación de microorganismos, está propuesta de investigación estudia el efecto tanto de una modificación en la estrategia de llenado, como de la concentración inicial de un oxidante fuerte (aceptor de electrones).

El presente trabajo se encuentra compuesto por cinco capítulos. En el Capítulo I se presentan las generalidades donde se especifican las características del agua potable, de uso industrial y la disponibilidad de los recursos hídricos en México, así como las características de los acondicionamientos típicos del agua destinada a servicios. En el Capítulo II se desarrollan las bases que sustentan el presente trabajo, tales como el efecto de las impurezas en equipos destinados a transformar el agua al estado pertinente (p. ej. generación de vapor y/o sistemas de enfriamiento), microorganismos responsables del bioensuciamiento, las repercusiones de su presencia en el ámbito industrial, parámetros y fundamentos de la fotocatalisis heterogénea y reactores químicos, incluyendo las estrategias de operación de estos. En el Capítulo III se especifica el procedimiento y técnicas experimentales aplicadas, tales como síntesis de las películas de N-TiO₂, operación del reactor CPC, así como la metodología de muestreo. En el Capítulo IV se presentan los resultados obtenidos en conjunto con su análisis correspondiente. Finalmente, en el Capítulo V se presentan las conclusiones obtenidas.

Justificación

Las características físicas, químicas y biológicas del agua utilizada en distintas operaciones dentro de la industria representan un punto crítico, tanto para agua de proceso como para aquella de servicios. De acuerdo con información reportada por diversos autores (p.ej. Bott, Møretø y Allen), en la industria alimenticia los organismos coliformes con frecuencia colonizan las superficies interiores de tuberías y tanques de almacenamiento de agua. Algunas especies pertenecientes al grupo de los coliformes poseen la facultad de producir una biopelícula que les confiere una mayor resistencia a ser eliminados. Particularmente para el agua de servicios, es necesario que esta no contenga bacterias ni oxígeno disuelto, por lo que es una práctica común la adición de diversos productos para lograrlo. En este sentido, la oxidación fotocatalítica resulta una opción prometedora en la eliminación de los microorganismos; si bien ya ha sido estudiada por diversos investigadores, de momento no existe amplia información del efecto que pueda tener la modificación en las estrategias de llenado de reactores fotocatalíticos discontinuos, lo cual es estudiado en el presente proyecto.

Objetivos

Objetivo general

Eliminar eficientemente *coliformes totales* en agua destinada a servicios industriales, por medio de fotocatalisis heterogénea solar, conjugada con estrategias de operación de reactores discontinuos, y en presencia de un agente oxidante.

Objetivos específicos

- Determinar el efecto que tiene la concentración inicial de un aceptor de electrones, persulfato de sodio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$), en porcentaje de eliminación de *coliformes totales* mediante fotocatalisis heterogénea solar.
- Valorar el efecto en el porcentaje de eliminación que tienen las condiciones de operación, al combinar las fases de llenado y reacción, en un reactor intermitente en modo de recirculación, con respecto a la eficiencia en eliminación de *coliformes totales* mediante fotocatalisis heterogénea solar.
- *Evaluar el* efecto de la concentración inicial del agente oxidante y las condiciones de operación del reactor, respecto a la velocidad de reacción.
- Comparar la eficiencia del dióxido de titanio (TiO_2) como catalizador en la eliminación de coliformes totales al emplear un catalizador comercial (P-25 de Degussa) y uno dopado con nitrógeno (N- TiO_2 soportado en diatomita).

Hipótesis

En la inactivación de *coliformes totales* en agua destinada a servicios industriales, al combinar las fases de llenado y reacción en un reactor fotocatalítico intermitente en modo de recirculación, el porcentaje de rendimiento y velocidad de reacción serán mejores que las obtenidas en un sistema convencional

La concentración inicial de oxidante habrá de tener un efecto directamente proporcional en el rendimiento y velocidad de reacción, en la oxidación fotocatalítica de coliformes totales en agua.

Capítulo I

Generalidades

1.1 Características del agua potable y de uso industrial

La calidad del agua se determina mediante la caracterización física, química y/o microbiológica de muestras de agua y su comparación con normas y estándares de calidad. De esta forma se puede identificar si el agua es idónea para los requerimientos de calidad asociados a un uso determinado (ONU 2016). Para que el agua de consumo humano sea aceptable se deben controlar ciertos parámetros, los cuales pueden variar dependiendo de la región del planeta y los análisis deben de estar bajo un control riguroso para garantizar a la población que no existirá algún riesgo al hacer uso del agua. En México, estos parámetros se pueden clasificar en características bacteriológicas, químicas, radioactivas, físicas y organolépticas (CONAGUA, 2014).

La norma oficial mexicana, NOM-127-SSA-1994, agua para uso y consumo humano, plantea los límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización, establece los límites permisibles de calidad del agua para nuestro consumo. En tanto, es la norma NOM-201-SSA1-2015, productos y servicios. Agua y hielo para consumo humano, envasados y a granel. Especificaciones sanitarias donde se indica cómo debe de purificarse el agua y cómo deben ser las instalaciones dedicadas a este fin. Muchos de los parámetros de calidad del agua y agua purificada aquí establecidos deben cumplirse o superarse en el agua para uso industrial.

- Características bacteriológicas:

Son aquellas debidas a microorganismos nocivos a la salud humana o aquellos organismos no patógenos que son indicadores de los organismos nocivos. Para efectos de control sanitario se determina el contenido de indicadores generales de contaminación microbiológica, específicamente organismos coliformes totales y organismos coliformes fecales.

La norma NOM-127-SSA1 indica, en su modificación del año 2000, que tanto los coliformes totales como los de origen fecal, deberán estar ausentes en cualquier muestra simple y no deberán ser detectados en más de 5% de las muestras tomadas de un mismo punto de muestreo de la red de distribución del agua, en un año. En tanto, en la norma NOM-201-SSA1 se tiene establecido que los coliformes totales, *Pseudomonas aeruginosa*, Enterococos fecales y las esporas de *Clostridium* sulfito reductores (estas 3 últimas de acuerdo con el origen del agua) deben estar en menos de 1.1 NMP/100 mL o ausentes (UFC/100 ml u organismos/100 mL).

Tabla 1. Límites permisibles de características bacteriológicas.

Característica	Limite Permissible
Organismos coliformes totales	Ausencia o no detectables
<i>E. coli</i> o coliformes fecales u organismos termotolerantes	Ausencia o no detectables

- Características radiactivas:

En este grupo se incluyen pruebas para cuantificar radioisótopos de distintos elementos.

Tabla 2. Límites permisibles de características radiactivas.

Característica	Limite Permissible (Bq/l)
Radiactividad alfa global	0.56
Radiactividad beta global	1.85

- Características químicas:

Son aquellas debidas a elementos o compuestos químicos, que como resultado de investigación científica se ha comprobado que pueden causar efectos nocivos a la salud humana. En este grupo se encuentran cerca de 27 elementos entre los cuales se distinguen los metales, así como los compuestos inorgánicos, hidrocarburos, nitratos, aceites, compuestos aromáticos, plaguicidas, etc.

- Características físicas y organolépticas:

Son aquellas que se detectan sensorialmente. Para efectos de evaluación, el sabor y olor se ponderan por medio de los sentidos y el color y la turbiedad se determinan por medio de métodos analíticos de laboratorio.

Tabla 3. Límites permisibles de características físicas y organolépticas.

Característica	Limite Permissible
Color	20 unidades de color verdadero en la escala de platino-cobalto.
Olor y sabor	Agradable (se aceptarán aquellos que sean tolerables para la mayoría de los consumidores, siempre que no sean resultados de condiciones objetables desde el punto de vista biológico o químico).
Turbiedad	5 unidades de turbiedad nefelométricas (UTN) o su equivalente en otro método.

La purificación de agua que resulta satisfactoria para usos municipales es frecuentemente inadecuada para muchos procesos industriales. Todas las industrias que dependen de suministros públicos de agua deben, razonablemente, esperar que el agua cruda suministrada se encuentre dentro de márgenes de especificaciones apropiadas. El tratamiento complementario de purificación, para destinarla a usos específicos, es una operación que corresponde a la industria privada (Powell *et al.* 1981).

De acuerdo con Salgado (1987), el acondicionamiento del agua industrial puede agruparse en dos grandes campos, el tratamiento externo y el tratamiento interno. El acondicionamiento externo también se conoce como tratamiento preliminar, indirecto, pretratamiento, primario o purificación. Esto significa acondicionar el agua antes de usarla y normalmente requiere de instalaciones civiles y de equipos especializados. El tratamiento interno también es conocido como tratamiento secundario, posterior o tratamiento directo, para este tratamiento se utilizan productos químicos.

1.1.1 Características de los recursos hídricos en México

Para fines de administración y preservación de las aguas nacionales, a partir de 1997 el país se ha dividido en trece Regiones Hidrológico-Administrativas (RHA), las cuales están formadas por agrupaciones de cuencas, consideradas las unidades básicas de gestión de los recursos hídricos. Los límites de las RHA respetan los municipales para facilitar la integración de la información socioeconómica (CONAGUA, 2016).

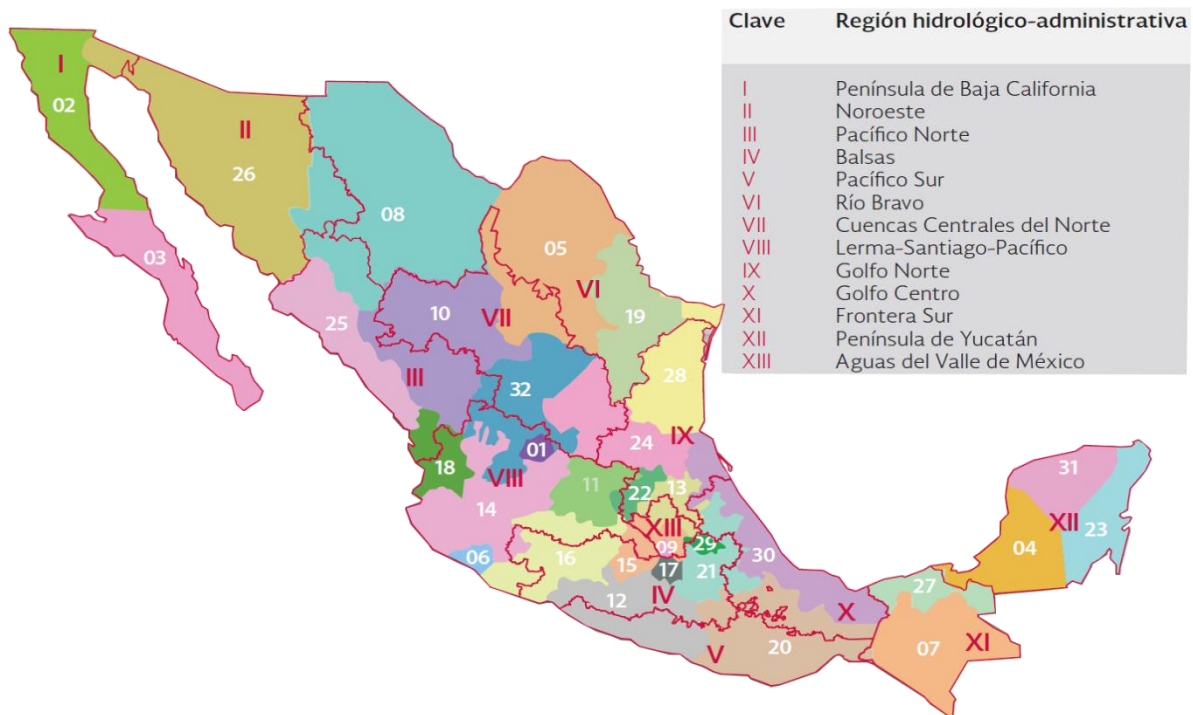


Figura 1. Ubicación geográfica de las trece RHAs (CONAGUA, 2016).

De 1990 a 2001, la calidad del agua en México se medía con el índice de calidad del agua (ICA), pero en 2002 se sustituyó por otro método que considera la materia orgánica como el contaminante principal (Jiménez, 2007); en éste los parámetros más importantes son: la materia orgánica biodegradable como demanda bioquímica de oxígeno a cinco días (DBO o DBO₅), la materia orgánica químicamente oxidable como demanda química de oxígeno (DQO) y los sólidos suspendidos totales (SST).

Tabla 4. Escala de clasificación de calidad del agua (CONAGUA 2015).

Criterio (mg/L)	Clasificación
Demanda Bioquímica de Oxígeno a 5 días (DBO)	
$DBO \leq 3$	Excelente
$3 < DBO \leq 6$	Buena calidad
$6 < DBO \leq 30$	Aceptable
$30 < DBO \leq 120$	Contaminada
$DBO5 > 120$	Fuertemente contaminada
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	
$DQO \leq 10$	Excelente
$10 < DQO \leq 20$	Buena calidad
$20 < DQO \leq 40$	Aceptable
$40 < DQO \leq 200$	Contaminada
$DQO > 200$	Fuertemente contaminada
Sólidos Suspendidos Totales (SST)	
$SST \leq 25$	Excelente
$25 < SST \leq 75$	Buena calidad
$75 < SST \leq 150$	Aceptable
$150 < SST \leq 400$	Contaminada
$SST > 400$	Fuertemente contaminada

Datos de la CONAGUA señalan que, a través de 3 parámetros principales, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), Demanda Química de Oxígeno (DQO) y Sólidos Suspendidos Totales (SST), al 2015 con calidad aceptable a excelente se encuentran 92% de los 2 766 sitios monitoreados en DBO, 68% de los 2 766 sitios monitoreados en DQO y 93% de los 3 677 sitios monitoreados en SST.

Sin embargo, exponer la información de esta manera causa varios problemas; por un lado, no reporta niveles absolutos de concentración de los contaminantes criterio (DBO, DQO y SST), sino que sólo indica el porcentaje de sitios de monitoreo que tienen cierta clasificación de calidad del agua (Ibarrarán *et al.*, 2017)

En cuanto a la calidad del agua entubada, en 2008 México ocupaba el lugar 59 entre 92 países, por debajo de Bangladesh, Egipto, India y Kenia (Carr & Rickwood, 2008). Esto ha ocasionado que más de 75% de la población compre agua embotellada, pagando mensualmente por este producto 40% más que por el servicio de agua entubada, por un volumen del recurso alrededor de 200 veces menor (González-Villarreal *et al.*, 2015).

Una parte del problema del agua en México es la forma en que las autoridades reportan la información a la ciudadanía, la otra es que no se han priorizado los problemas por resolver, las metas y las acciones con mecanismos de verificación intermedios, que permitan ver el avance para solucionar tanto los regionales como los nacionales (Hansen y Corzo 2011; Jiménez 2007).

1.2 Disponibilidad del agua en México

Según el Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI), la disponibilidad de agua se refiere al volumen total de líquido que hay en una región. Para saber la cantidad existente para cada habitante se divide el volumen de agua entre el número de personas de una población.

Datos de la Comisión Nacional del Agua (CONAGUA, 2016), señalan que anualmente México recibe aproximadamente 1449471 millones de metros cúbicos de agua en forma de precipitación. De esta agua, se estima que el 72.5% se evapotranspira y regresa a la atmósfera, el 21.2% escurre por los ríos o arroyos, y el 6.3% restante se infiltra al subsuelo de forma natural y recarga los acuíferos. Tomando en cuenta los lujos de salida (exportaciones) y de entrada (importaciones) de agua con los países vecinos, el país cuenta anualmente con 446 777 millones de metros cúbicos de agua dulce renovable.

En nuestro país hay diferencias muy grandes en cuanto a la disponibilidad de agua. Las zonas centro y norte de México son, en su mayor parte, áridas o semiáridas: los estados norteños, por ejemplo, apenas reciben 25% de agua de lluvia. En el caso de las entidades del sureste (Chiapas, Oaxaca, Campeche, Quintana Roo, Yucatán, Veracruz de Ignacio de la Llave y Tabasco) es lo contrario, éstas reciben casi la mitad del agua de lluvia (49.6%) y en las del sur, también llueve mucho, no obstante, sus habitantes tienen menor acceso al vital líquido, pues no cuentan con los servicios básicos, como es agua entubada dentro de la vivienda.

En el Valle de México se encuentra la disponibilidad anual más baja de agua, apenas 186 m³/hab; en caso contrario se encuentra la frontera sur, más de 24 mil m³/hab (INEGI, 2010).

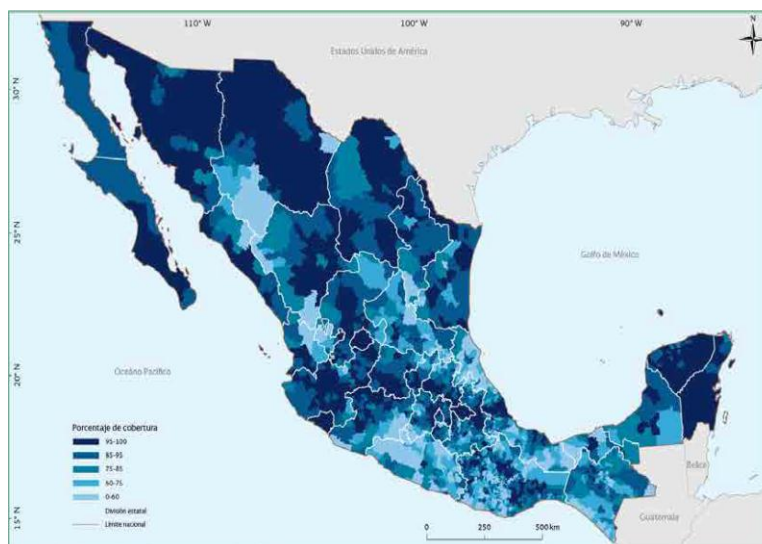


Figura 2. Cobertura de agua potable por municipio (INEGI, 2010).

Desde el punto hídrico existen dos tipos de usos: consuntivo, por características del proceso existen pérdidas volumétricas del recurso, y no consuntivo, no existe pérdida de agua. En México el porcentaje de agua destinada a los usos consuntivos son 14.6% para abastecimiento público, 4.8% energía eléctrica excluyendo hidroelectricidad, 4.3% industria autoabastecida y 76.3% en industria agrícola (CONAGUA 2016).

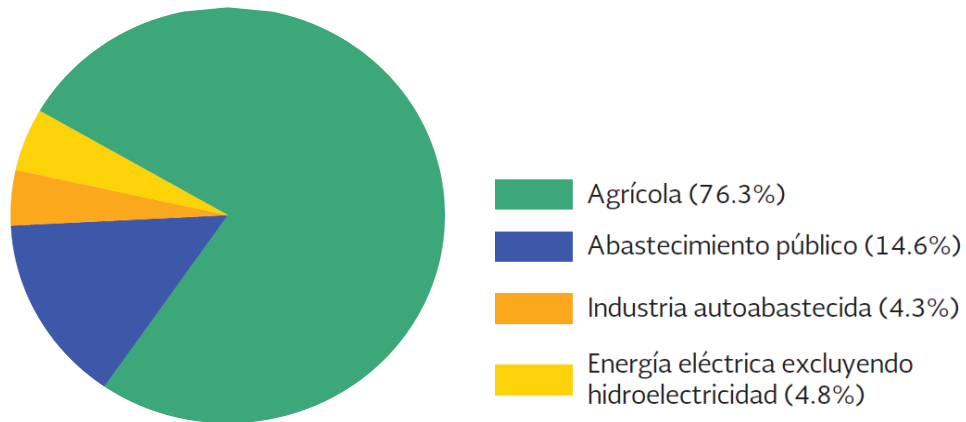


Figura 3. Usos consuntivos agrupados (CONAGUA, 2015).

Un aspecto importante que considerar en la disponibilidad de agua es el incremento de la población y su concentración en zonas urbanas. Según estimaciones del Consejo Nacional de Población (CONAPO), entre 2012 y 2030 la población del país se incrementará en 20.4 millones de personas. Además, para 2030, aproximadamente 75% de la población estará en localidades urbanas. El incremento de la población, los cambios en los patrones de lluvia debidos al cambio climático global y el deterioro de la calidad de agua disponible, ocasionará la creciente disminución del agua renovable per cápita a nivel nacional.

En México, los niveles de cobertura, calidad del servicio y la eficiencia física son inferiores a lo que esperaríamos para un país de su nivel de desarrollo. Naciones con un nivel similar al nuestro, como Turquía, Malasia, Brasil y Chile, tienen coberturas cercanas a 100%. En nuestro país tanto la cobertura como la calidad del servicio dejan mucho que desear y son un lastre para la calidad de vida de millones de personas, e incluso para las finanzas públicas locales. En términos de cobertura 9% de la población total no contaba con acceso a agua potable y 10.1% no tenía servicio de drenaje y alcantarillado en 2010 (IMCO, 2014).

1.3 Acondicionamiento típico de agua de uso en servicios

Acorde con la norma oficial mexicana, NOM-127-SSA1-1994, la potabilización del agua, entendida como el conjunto de operaciones y procesos, físicos y/o químicos que se aplican al agua a fin de mejorar su calidad y hacerla apta para uso y consumo humano; proveniente de una fuente en particular, debe fundamentarse en estudios de calidad y pruebas de tratabilidad a

nivel de laboratorio para asegurar su efectividad. Fundamentado en el estudio de calidad del agua, se deben aplicar tratamientos específicos correspondientes al origen del contaminante.

Métodos de remoción de contaminantes acorde al contaminante presente

- Contaminación biológica:

Desinfección con cloro, compuestos de cloro, ozono o luz ultravioleta.

Actualmente el cloro es aplicado en potabilización y depuración; incluyendo funciones adicionales de desinfección, en la prevención de crecimiento de algas y otros microorganismos para controlar el limo. El cloro causa dos tipos de daño en las células. Afecta la integridad de la célula y ocluye su permeabilidad; a su vez altera funciones celulares (daña enzimas y ácidos nucleicos). Por ello la resistencia de los microorganismos está ligada a la capacidad de sus membranas de resistir los daños, así como la afinidad del compuesto con las sustancias vitales del organismo. Es importante considerar que cuando los microorganismos se encuentran asociados en grupos de bacterias, capaces de producir una capa de proteínas que los recubre, estarán protegidas dificultando su eliminación (CONAGUA, 2007). Se ha encontrado que cuando se utiliza cloro se producen compuestos orgánicos de interés para la salud. Los denominados subproductos de cloración surgen cuando cloro libre reacciona con ciertas impurezas presentes en el agua, tales como materia orgánica compuesta de ácidos húmicos y fúlvicos formando Trihalometanos (THMs), se sospecha que los THMs son cancerígenos (Stuart *et al.*, 1989).

La ozonización se encuentra considerada como una de las tecnologías con mayor eficiencia en la eliminación de contaminantes biológicos, excluyendo los huevos de helminto, debido a su alto poder oxidante. Su principal limitación se encuentra en la inestabilidad en el agua, por lo que no puede ser usado en la red de distribución, sin embargo, es altamente efectivo como desinfectante primario en las plantas de tratamiento de aguas (CONAGUA, 2016). Los principales subproductos de desinfección procedentes de la desinfección con ozono son aldehídos y cetonas, bromoformo, bromato y compuestos bromados, nitrosaminas, fenoles, quinonas y furanos. La formación de dichos subproductos se ve influenciada principalmente por la dosis de ozono aplicada y por las características naturales del agua (Glaze, 1986).

- Constituyentes químicos:

Dependiendo del contaminante las operaciones propuestas son: coagulación-floculación-precipitación-filtración (cualquiera o la combinación de ellos), intercambio iónico, ósmosis inversa, destilación, ablandamiento químico, adsorción en carbón activado, oxidación con ozono, Oxidación-filtración, desorción en columna, neutralización.

- Características físicas y organolépticas:

Coagulación-floculación-precipitación-filtración (cualquiera o la combinación de ellos), adsorción en carbón activado u oxidación.

Capítulo II

Marco teórico

2.1 Efecto de las impurezas en los sistemas de generación de vapor y sistemas de enfriamiento

Como se mencionó con anterioridad la purificación de agua que resulta satisfactoria para usos municipales es frecuentemente inadecuada para muchos procesos industriales. Hay pocas aplicaciones importantes del agua que son exclusivas de una sola industria. Las principales, generación de vapor, enfriamiento y procesamiento, son comunes a muchas de las industrias (Niera, 2006). Para diseñar una planta de acondicionamiento de agua es importante conocer los parámetros críticos del agua de entrada (conductividad, hierro, manganeso, sulfatos y pH, etc.).

En los sistemas de generación de vapor y enfriamiento, la presencia de ciertas impurezas resulta en diferentes efectos.

- Dureza

La dureza del agua tiende a formar depósitos e incrustaciones difíciles de eliminar, estos depósitos dificultan la transferencia de calor tanto en los sistemas de enfriamiento como en los sistemas de generación de vapor.

- Sílice

Presenta comportamiento coloidal en concentraciones de 1 a 100 ppm, debido a su comportamiento similar al de los coloides resulta difícil predecir las condiciones en las que permanece en solución, al aumentar su concentración conforme el agua se evapora; es debido a la incertidumbre sobre los límites de solubilidad que es indeseable, además de la tendencia que presenta a formar incrustaciones y depósitos duros en sistemas de generación de vapor y de enfriamiento.

- Microorganismos y materia orgánica

En las aguas superficiales se encuentran varios tipos de crecimiento microbiológicos, que por lo general son diatomeas, limos, algas, bacterias, etc. Algunas de ellas son dañinas para la salud, otras producen mal olor y sabor o bien producen depósitos que obstruyen el paso del agua.

- Cloruros

Los cloruros atacan y corroen principalmente los aceros inoxidable al destruir la capa inerte e insoluble de óxido de cromo, también actúan como inhibidores de películas protectoras contra corrosión.

En general los efectos negativos más importantes de las impurezas en el agua de uso industrial son: formación de depósitos o incrustaciones en calderas y equipos de transferencia de calor y de proceso, en los cuales actúan como aislamiento, ocasionando la deficiencia en la transferencia de calor.

Producción de vapor de baja calidad, el cual contiene impurezas que ensucian o incrustan el equipo que se encuentra en contacto con dicho vapor.

La acumulación de productos de corrosión que producen la destrucción del metal, reduciendo la transferencia de calor, reducción el diámetro de las tuberías, aumentó de fricción, presencia de fugas, etc. (Hernández *et al* 1991).

2.2 Bioensuciamiento

Se entiende por bioensuciamiento la deposición no deseada de microorganismos sobre una superficie. Estas acumulaciones de microorganismos se denominan biopelículas o biofilms (Characklis, 1990). Generalmente, se considera que el origen del problema del bioensuciamiento está basado en la formación de biopelículas (Flemming, 1996). De tal forma que para entender los efectos y dinámica del bioensuciamiento y diseñar estrategias adecuadas, es importante entender la naturaleza del proceso de formación de las biopelículas y su desarrollo (Flemming, 2002).

Cuando una comunidad microbiana se une irreversiblemente a un sustrato y está concentrada en una matriz de polímeros extracelulares autoproducida, sus células muestran un fenotipo alterado con respecto a su velocidad de crecimiento y transcripción genética. Es cuando se describe un tipo de asociación que se conoce como biopelícula (biofilm), que puede estar formada por una sola especie bacteriana o por una comunidad derivada de múltiples especies microbianas. Las ventajas bioquímicas que ofrece este tipo de asociación a los microorganismos que la conforman son la fuerte unión a superficies vivas o inertes, colonización a tejidos huésped, expresión de características de virulencia, cooperación metabólica, captura eficiente de nutrientes, comunicación célula a célula y, debido a que aumenta su tolerancia a estresores químicos, físicos y biológicos, la comunidad microbiana puede sobrevivir a condiciones críticas (Castrillón *et al.*, 2013).

De acuerdo con Bott (2011) citando a Mozes (1994) y a Rijnaarts (1994) la formación de la biopelícula se puede describir mediante varias etapas, como se muestra en la figura 4:

- a) Transporte de la célula a una superficie o soporte
- b) Adhesión inicial
- c) Las células comienzan a producir biopelículas
- d) Maduración de la biopelícula
- e) Desprendimiento y dispersión
- f) Colonización de nuevas superficies

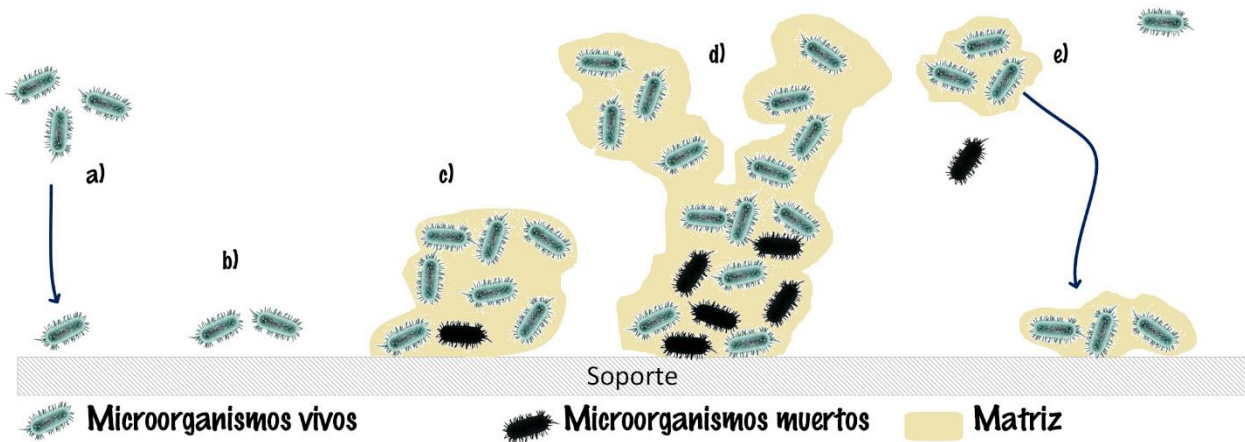


Figura 4. Secuencia de formación de biopelícula.

Prácticamente todos los materiales en las condiciones adecuadas son susceptibles de ser colonizados por los microorganismos. Por ello muchas de las investigaciones están dirigidas al estudio de diversas técnicas de prevención y protección de materiales frente al bioensuciamiento, biocorrosión y biodeterioro. Las biopelículas provocan importantes pérdidas en la industria eléctrica, nuclear, naval, alimentaria, entre otras, debido al aumento de la resistencia a la fricción por el paso de fluidos en conductos de agua, a la disminución de la transferencia de calor en los intercambiadores térmicos, o a la contaminación de alimentos por bacterias patógenas, entre otras (Sarro *et al.*, 2004).

2.2.1 Problemas en la industria asociados a microorganismos en el agua

Como se mencionó con anterioridad, desde un punto de vista microbiológico, no existe un organismo típico responsable del bioensuciamiento, sino que, en general, se trata de un problema complejo en el que participan comunidades de microorganismos muy diversas. Los microorganismos involucrados en el bioensuciamiento pueden ser hongos, algas y bacterias. Las bacterias son la causa de la mayoría de los problemas en equipos de operaciones industriales, dado que éstas se adaptan más fácilmente a diversas condiciones.

Los microorganismos responsables del bioensuciamiento son usualmente las bacterias que presentan rápido crecimiento y habilidad de producir un fuerte encapsulamiento. Están incluidas especies como *Aerobacter*, *Arthrobacter*, *Proteus*, *Bacillus*, *Pseudomonas* y *Nitrobacter* (Bott, 2011).

Kemmer (1988) enlistó los problemas en las operaciones industriales asociados con distintas bacterias:

- Formadores de limo: (p. ej., *Aerobacter* y *Pseudomonas*) generan una densa y pegajosa capa de limo con la subsecuente formación de bioensuciamiento. El flujo de agua se ve obstruido y el crecimiento de otros microorganismos se ve favorecido.

- Formadores de esporas: (p. ej., *Bacillus subtilis* y *Bacillus mycoides*) se inactivan cuando las condiciones ambientales se tornan hostiles, pero comienzan a crecer y reproducirse otra vez cuando el ambiente vuelve a ser el adecuado; son difíciles de controlar por completo. La mayor parte de los procesos industriales no se ven afectados cuando estos microorganismos se encuentran en forma de esporas.
- Bacterias aerobias oxidadoras de azufre: (p. ej., *Thiobacillus*) son capaces de oxidar azufre, sulfuro y ácido sulfúrico. Las consecuencias se ven reflejadas en la posible disminución en el valor del pH, favoreciendo problemas de corrosión en la planta.
- Bacterias del hierro: (p. ej., *Gallionella*) utilizan hierro en sus actividades metabólicas, con lo que producen ácido férrico lo que interfiere con ciertos procesos industriales. Las bacterias que depositan hierro, por ejemplo, causan la oxidación y subsecuente deposición de especies insolubles de hierro.
- Nitrificantes: (p. ej., *Nitrosomonas*) generan ácido nítrico a partir del amonio. Su presencia puede causar serios problemas de corrosión.
- Corrosivas: (p. ej., *Clostridium aceticum*) crea ambientes corrosivos mediante la secreción de desechos.

2.3 Coliformes en agua de uso industrial

Los organismos coliformes, que incluye los géneros *Klebsiella*, *Citrobacter*, *Enterobacter* y *Escherichia*, están entendidos como todos los bacilos aerobios o anaerobios facultativos Gram negativos, no esporulados, que fermentan la lactosa a una temperatura de 35 a 37 ° C con producción de gas y ácido en un periodo de 24 a 48 horas (NMX-AA-042-SCFI-2015). La sobrevivencia de los coliformes en el agua es mayor que la de cualquier bacteria enteropatógena y su identificación es fácil y confiable.

Aunque durante mucho tiempo se consideraron evidencia de contaminación fecal, muchos de ellos pueden vivir y crecer en el suelo, el agua y en otros ambientes (Olvera, 2016). Dentro de los llamados coliformes se encuentra la familia Enterobacteriaceae, conformada por diversos géneros (p. ej. *Enterobacter*, *Morganella*, *Citrobacter*, *Klebsiella*, *Pantoea*, *Hafnia*, *Serratia*, *Escherichia*, y *Shigella*). El género *Serratia* spp se encuentra comúnmente en el suelo, agua, plantas, insectos y vertebrados. Acorde con una investigación en una planta de tratamiento de leche, *Serratia* fue uno de los géneros con mayor presencia debido a su capacidad de producir una biopelícula junto a la capacidad de resistir a desinfectantes tensoactivos (Møretrø, 2017).

Las especies de *Enterobacter* y *Klebsiella* colonizan con frecuencia las superficies interiores de las tuberías de agua y tanques de almacenamiento, y crecen formando una biopelícula cuando las condiciones son favorables, es decir, presencia de nutrientes, temperaturas cálidas, bajas concentraciones de desinfectantes y tiempos largos de almacenamiento (Allen, 1996 y Møretrø, 2017).

2.3.1 Técnicas típicas empleadas en el control de microorganismos

Entendiendo “control” como los métodos empleados para prevenir la formación del bioensuciamiento, existen métodos químicos y físicos. Dentro de métodos los químicos, el uso de biocidas es el más común. Los biocidas pueden ser agrupados en tres sectores:

1. Biocidas que “matan” microorganismos.
2. Biocidas que interfieren con el metabolismo
3. Agentes tensoactivos que restringen la adición a superficies.

Como ya se ha mencionado con anterioridad, en el Capítulo I, la desinfección con cloro, compuestos de cloro y ozono, son a los que se recurre con mayor frecuencia. Mismos que con el tiempo han sido estudiados en amplitud, encontrado en ellos desventajas, tales como la necesidad de aumentar la dosis debido a la creciente resistencia de los microorganismos, e incluso la formación de subproductos perjudiciales al ambiente y salud humana (*Bott et al.*, 2011).

Como alternativa al uso de sustancias químicas en el control de bioensuciamiento se encuentran los métodos físicos, entre los que destacan el uso de luz UV, inyección de aire o gas, revestimiento de superficies, ultrasonido, entre otros. Las principales desventajas en el uso de estos métodos se encuentran en el alto costo de la implementación de estos debido a la necesidad de adecuar un control automático de los sistemas; otra desventaja se encuentra en el adicional mantenimiento que los equipos requieren y en el hecho de que algunas técnicas solo pueden ser implementadas bajo ciertas circunstancias.

2.3.1.1 Fotocatálisis heterogénea solar en el tratamiento del agua de entrada en industrias

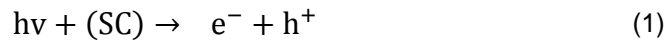
Si bien la aplicación de fotocatálisis heterogénea solar ha despertado interés y se han encaminado diversos estudios a determinar el alcance en el tratamiento de contaminantes presentes en agua con este método, la gran mayoría están enfocados en la remoción de contaminantes en efluentes provenientes del sector industrial. Con lo que el presente trabajo busca contribuir en la ampliación de las aplicaciones en las que esta tecnología puede ser viable.

2.4 Fotocatálisis heterogénea

De acuerdo con Julián Blanco (2003), la fotocatálisis puede ser definida como la aceleración de una foto reacción química mediante la presencia de un catalizador, la cual es diferente a una reacción de fotólisis o una reacción catalizada en fase heterogénea ordinaria. Tanto la luz como el catalizador son elementos necesarios. La Fotocatálisis heterogénea es parte de las denominadas AOPs (procesos de oxidación avanzada, por sus siglas en ingles), los fundamentos de estas AOPs están basados en la generación in-situ de especies oxidantes, H_2O_2 , $OH\cdot$, $O_2\cdot^-$, O_3 ; altamente reactivas para la eliminación de componentes orgánicos persistentes, organismos patógenos en agua y subproductos de desinfección (*Nan et al.*, 2010).

Acorde con distintos autores, el principio de la fotocatálisis heterogénea se describe a continuación. Cuando un catalizador semiconductor SC de tipo calcogenuro (óxidos o sulfuros)

es iluminado con fotones cuya energía es igual o superior a la energía del bandgap $E_G(h\nu = E_G)$, ocurre una absorción de estos fotones y una creación dentro del conjunto pares electrón-hueco, que se disocian en fotoelectrones libres en la banda de conducción y foto huecos en la banda de valencia. Simultáneamente, en presencia de una fase fluida (gas o líquido), ocurre una adsorción espontánea y, dependiendo del potencial de energía redox de cada adsorbato, se verifica una transferencia de electrones hacia las moléculas aceptoras, mientras que un fotohueco positivo es transferido a una molécula donadora, que en realidad la “transferencia del hueco” corresponde a la cesión de un electrón por parte del donador al sólido (Figura 5).



Cada ion formado reacciona para formar los intermediarios y luego, en etapas, los productos finales. La excitación fotónica del catalizador aparece como el primer paso de la activación de todo el sistema de catálisis, como se muestra en las reacciones 1 a 3 (Herrmann, 2005).

En general se puede resumir el proceso de fotocatalisis heterogénea, utilizando TiO_2 como catalizador, en cinco pasos (Nan *et al*, 2010):

1. La transferencia de masa de compuestos orgánicos de la fase acuosa a la superficie sólida del fotocatalizador.
2. Adsorción del contaminante sobre la superficie activada del catalizador y la activación del fotocatalizador por fotones ocurre simultáneamente.
3. Reacción de catálisis de la fase adsorbida en la superficie del material.
4. Desorción de los intermediarios de la superficie del fotocatalizador.
5. Transferencia de masa de los intermediarios de la región de interfaz al seno de la disolución.

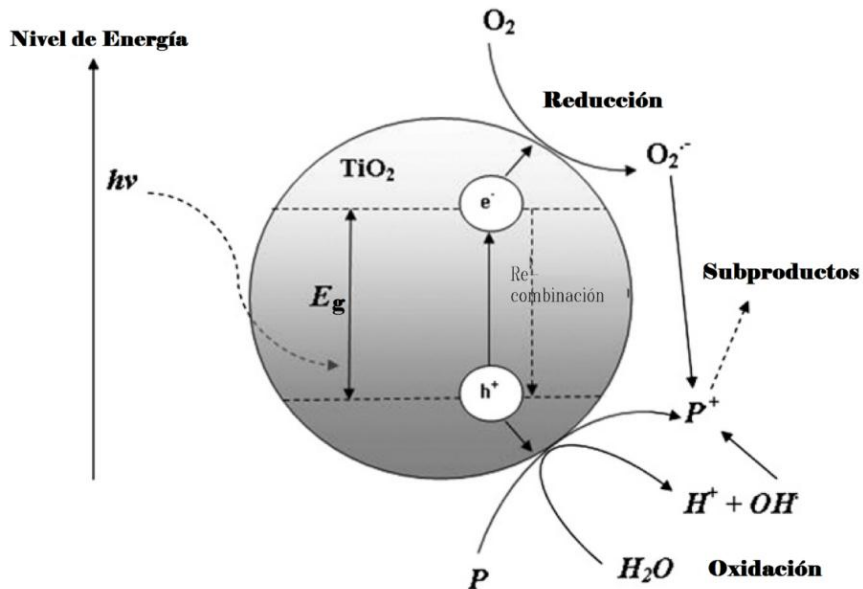
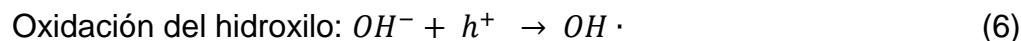
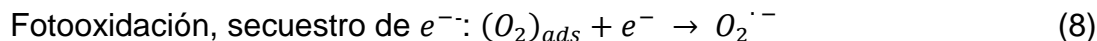
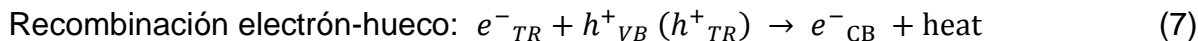
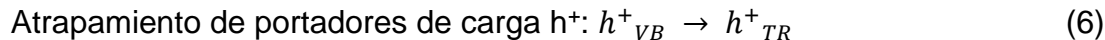
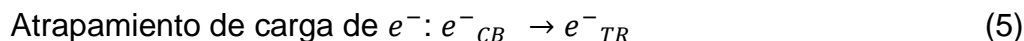


Figura 5. Mecanismo de formación de los pares hueco-electrón (Nan *et al.*, 2010).

La serie de reacciones de óxido-reducción (ec. 1-7) que ocurren están propuestas como:



(Nan *et al.*, 2010)

Las características más importantes del proceso de fotocatalisis heterogénea solar que lo hacen aplicable para el tratamiento de efluentes acuosos contaminados son que (Blesa *et al.*, 2001):

- El proceso se lleva a cabo a temperatura ambiente.
- La oxidación de sustancias a CO_2 es completa.
- El oxígeno necesario para la reacción se obtiene de la atmósfera.
- El catalizador es económico, inocuo y reutilizable.
- No es un proceso selectivo lo que permite atacar mezclas complejas de contaminantes.

2.4.1 Fotocatalizador

El dióxido de titanio, TiO_2 , es el fotocatalizador más empleado por sus propiedades ópticas y electrónicas, bajo costo, estabilidad química y baja toxicidad. Además, es común encontrarlo como pigmento blanco, por sus propiedades de dispersión, recubrimiento anticorrosivo, sensor de gases, absorbente de rayos UV en productos cosméticos y de manera general en la industria cerámica (Ochoa *et al.*, 2010). Un gran número de trabajos han reportado que el TiO_2 es un buen fotocatalizador debido a que posee un adecuado valor de banda prohibida (~ 3 eV), y además de ser el catalizador más activo bajo la longitud de onda de $300 \text{ nm} < \lambda$ (Barrera, 2016).

Distintos autores han señalado la relación entre la forma cristalina y la actividad catalítica del semiconductor. El dióxido de titanio presenta tres distintas estructuras cristalinas: brookita, anatasa y rutilo; sin embargo, considerando el valor de la banda prohibida para anatasa (3.2 eV) y del rutilo (3.0 eV), aun cuando anatasa presenta mayor ancho de banda prohibida, y por tanto requiere de mayor cantidad de energía para ser activada, por lo general la forma anatasa presenta mejor comportamiento fotocatalítico que el rutilo, esto se relaciona con la mayor densidad de estados localizados, presentando menos recombinación de cargas. Otro aspecto para tomar en cuenta es que rutilo presenta un valor de superficie específica inferior, lo que se traduce en una capacidad de adsorción deficiente respecto a la de anatasa (Zhang *et al.*, 2014).

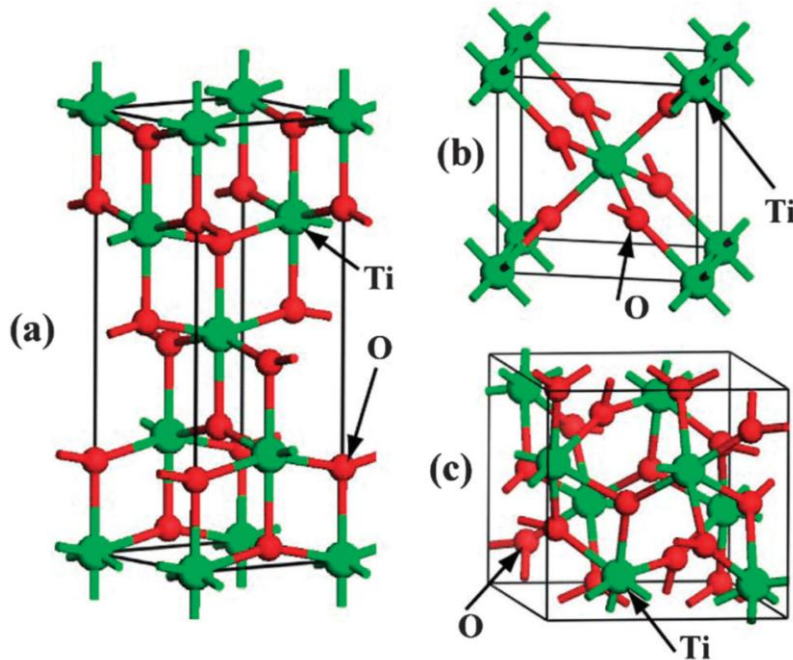


Figura 6. Principales estructuras cristalinas de TiO_2 a) Anatasa, b) Rutilo y c) Brookita (Zhang *et al.*, 2014).

2.4.1.1 Dopado de TiO₂

Dopaje de una sustancia pura consiste en la adición intencional de “impurezas” con el propósito de modificar sus propiedades eléctricas, ópticas y estructurales.

Debido al valor de la banda prohibida, el TiO₂ puro capta menos del 5% de la energía proveniente del sol por lo que se han encaminado diversos esfuerzos para extender el rango hasta la región visible del espectro al realizar un dopado en el semiconductor (añadir pequeñas impurezas) con el fin de modificar sus propiedades ópticas y eléctricas (Tao *et al.*, 2014); se suelen elegir elementos pertenecientes al grupo de las tierras raras debido a su capacidad de actuar como aceptores de electrones, lo que dificulta la recombinación del par hueco-electrón. Recientemente se han estado utilizando metales raros y no metales debido a la alta efectividad de su combinación producida por un efecto sinérgico entre ambos. El dopaje permite las transiciones energéticas a partir de los niveles de dentro de la banda prohibida hacia la banda de conducción del TiO₂ (Chen *et al.*, 2017 & Liqiang *et al.*, 2006, Ahmed, 2011).

Tabla 5. Efecto de la concentración de dopante en la acción fotocatalítica

Contaminante	Fuente de luz	Fotocatalizador	Dopante (%)	Dopado óptimo (%)	Referencia
Diuron	UV	Pt-TiO ₂	0 - 2.0	0.2	Katsumata <i>et al.</i> , 2009
2,4-DCAA	Visible	CeO ₂ -TiO ₂	0 - 10.0	5.0	Galindo <i>et al.</i> , 2008
Metolparation	UV	Bi ³⁺ -TiO ₂	0 - 2.0	1.5	Rengaraj <i>et al.</i> , 2005
4-clorofenol	Visible	N-TiO ₂	0.21 - 0.45	0.45	Sun <i>et al.</i> , 2009
Clopyralid	Visible	Fe ³⁺ -TiO ₂	0.13 - 1.48	1.27	Sojic <i>et al.</i> , 2010
Mecoprop, MCP	Visible	Fe ³⁺ -TiO ₂	0.13 - 1.48	0.13	Sojic <i>et al.</i> , 2010
o-cresol	Visible	Pt-TiO ₂	0 - 1.0	0.5	Chen <i>et al.</i> , 2007
Lindano	Visible	Ag-TiO ₂	0 - 2.5	1.5	Senthilnathan y Philip, 2010
Lindano	Visible	Cr-TiO ₂	0 - 2.5	2.0	Senthilnathan y Philip, 2010
Beta-cipermetrina	UV	RuO ₂ -TiO ₂	0.1 - 0.8	0.3	Yao <i>et al.</i> , 2007
Metamidofos	UV	Re-TiO ₂	2.0 - 6.0	5.0	Zhang <i>et al.</i> , 2009
Oryzalin	Solar	Th-TiO ₂	0 - 0.1	0.06	Devi and Murthy, 2009
Acetamiprid	UV	Ag-TiO ₂	0 - 0.12	0.75	Cao <i>et al.</i> , 2008
Chlorsulfuron	UV	Sn-TiO ₂	0 - 0.2	0.11	Fresno <i>et al.</i> , 2005

2.4.1.2 Catalizadores en soporte

Comparando la eficiencia de un mismo catalizador en su forma inmovilizada con su forma suspendida, se observa una alta eficiencia del catalizador cuando se encuentra en suspensión, esto puede ser atribuido a la facilidad con la que se da el transporte de masa, sin embargo, el costo que representa la recuperación de las nanopartículas vuelve el sistema suspendido impráctico (Ahmed *et al.*, 2011).

Con el fin de reutilizar las nanopartículas de TiO₂, muchos estudios han informado sobre la inmovilización del semiconductor en minerales naturales como mordenita, bentonita, caolinita, zeolita o diatomita. La integración de estos “soportes” se ha realizado mediante distintos métodos como el método sol-gel, la deposición de vapor o el método de deposición electroquímica. Entre estos minerales, la diatomita muestra sus ventajas únicas, tales como alta capacidad de adsorción, porosidad jerárquica, resistencia térmica y estabilidad química (Chen & Liu, 2016).

2.4.2 Cinética de reacción de la fotocatalisis heterogénea

La ecuación de la velocidad de reacción puede ser establecida como:

$$r = -\frac{dC_A}{dt} = k \cdot \theta \quad (8)$$

Donde r es la tasa de reacción, expresada en masa/(volumen*tiempo), k es la constante cinética de reacción, C_A es la concentración del reactivo A (masa/volumen) y θ es la fracción de cobertura del catalizador por el contaminante por adsorción. Considerando que la adsorción sobre el TiO₂ se describe satisfactoriamente por el isoterma de Langmuir se puede expresar e como:

$$\theta = \frac{K \cdot C_A}{1 + K \cdot C_A} \quad (9)$$

Donde K es la constante de adsorción y representa el cociente de las constantes de adsorción y de desorción de A sobre el adsorbente.

Así,

$$r = -\frac{dC_A}{dt} = k \cdot \frac{K \cdot C_A}{1 + K \cdot C_A} \quad (10)$$

La cual se resuelve y da la ecuación implícita:

$$\frac{\ln \frac{C_{A0}}{C_A}}{C_{A0} - C_A} = -K + \frac{k \cdot K \cdot t}{C_{A0} - C_A} \quad (11)$$

Para el caso en que $K \cdot C_A \ll 1$, $C_A \ll 1 \times 10^{-3}$ M se tiene:

$$r = -\frac{dC_A}{dt} \approx k \cdot K \cdot C_A = k_{app} \cdot C_A \quad (12)$$

Donde k_{app} es la constante cinética de pseudo orden 1.

Esta expresión diferencial puede resolverse fácilmente para obtener el comportamiento de C_A con respecto al tiempo t , donde la irradiancia, UV, es constante y la concentración del contaminante baja, obteniendo:

$$-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} = k_{app} \cdot t \quad (13)$$

Si la irradiancia solar global en el ultravioleta (G_{UVG}) es constante con respecto al tiempo t , la expresión con respecto a la energía UV recibida (E_{acc}) da:

$$E_{acc} = \int_0^t G_{UVG} dt = G_{UVG} \cdot t \quad (14)$$

$$\frac{d E_{acc}}{dt} = d E_{acc} \quad (15)$$

$$dt = \frac{d E_{acc}}{G_{UVG}} \quad (16)$$

Al sustituir en la expresión de Lanmuir-Hishelwood se obtiene:

$$r = -\frac{d C_A}{dt} = \frac{G_{UVG} \cdot d C_A}{d E_{acc}} = k \cdot \frac{k \cdot C_A}{1+k \cdot C_A} \quad (17)$$

$$r' = -\frac{d C_A}{d E_{acc}} = G_{UVG} \cdot k \cdot \frac{E_{acc} - E_{acc 0}}{C_{A0} - C_A} \quad (18)$$

Al simplificar la ecuación previa, como $C_{A0} < 10^{-3}M$ y $E_{acc 0} = 0$ Jules, se llega a la expresión, con E_{acc} en lugar de t y con las constantes $k \cdot k \cdot G_{UVG}$ agrupadas en k'_{app} :

$$-\ln \left(\frac{C_A}{C_{A0}} \right) = k'_{app} \cdot (E_{acc} - E_{acc 0}) \rightarrow k'_{app} \cdot E_{acc} \quad (19)$$

2.4.3 Variables físicas que afectan la cinética

a. Concentración inicial del sustrato

Cuando la concentración inicial del sustrato es baja, es decir, para soluciones diluidas $C < 10^{-3}M$, ($KC \ll 1$), la oxidación es rápida; estas reacciones se ajustan generalmente al primer orden de reacción. Por otro lado, cuando la concentración del sustrato es alta, mayor que $5 \times 10^{-3}M$, ($KC \gg 1$), la cinética puede ajustar a un orden cero (Aguilar *et al.*, 2011).

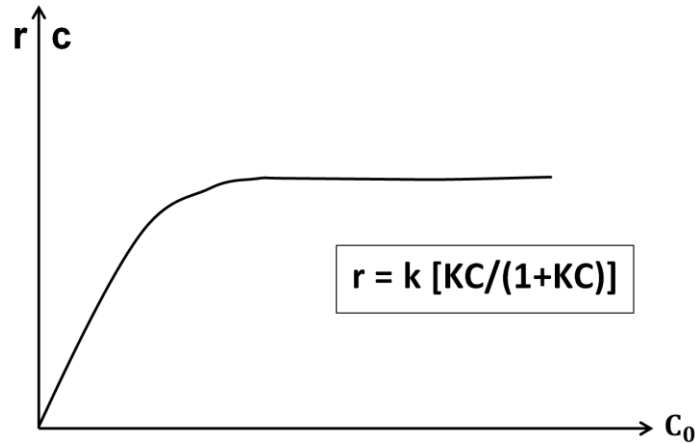


Figura 7. Influencia de la concentración inicial del sustrato (Herrmann, 2011).

k = constante de velocidad
 K = constante de equilibrio de adsorción
 C = concentración instantánea

b. Concentración inicial del catalizador

Se suele encontrar que las velocidades iniciales de reacción son directamente proporcionales a la masa “ m ” del catalizador, a bajas concentraciones de catalizador, todas las partículas son irradiadas, sin embargo, la baja concentración de catalizador puede no ser suficiente para generar los radicales necesarios resultando en una baja velocidad de reacción. Por otro lado, por encima de un cierto valor de m , la velocidad de reacción se nivela y se independiza de m . Un exceso en la concentración de catalizador generaría un efecto pantalla enmascarando parte de la superficie de las partículas, lo cual reduciría la generación de sitios activos y la tasa de reacción (Aguilar *et al.*, 2011 y Herrmann, 2005).

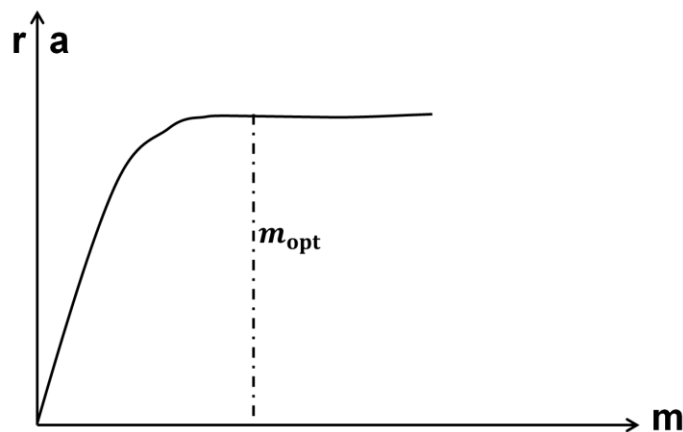


Figura 8. Influencia de la concentración inicial del catalizador (Herrmann, 2011).

c. Irradiancia (flux de radiación, ϕ)

La intensidad de la luz determina la extensión de la absorción de luz por el catalizador semiconductor a una longitud de onda dada. La velocidad inicial de la reacción fotocatalítica, para la formación del par hueco-electrón depende fuertemente de la intensidad de la luz.

(Cassano & Alfano, 2000). La distribución de la intensidad de la luz dentro del reactor invariablemente determina la conversión global de los contaminantes y la eficiencia de la degradación (Pareek *et al.*, 2008). A alta intensidad, la velocidad de reacción es independiente de la intensidad de la luz (Ahmed *et al.*, 2010).

A bajas irradiancias, la tasa de reacción r es proporcional al flux radiante. Solo a partir de 250 W/m² se tiene un cambio a una dependencia tipo no lineal.

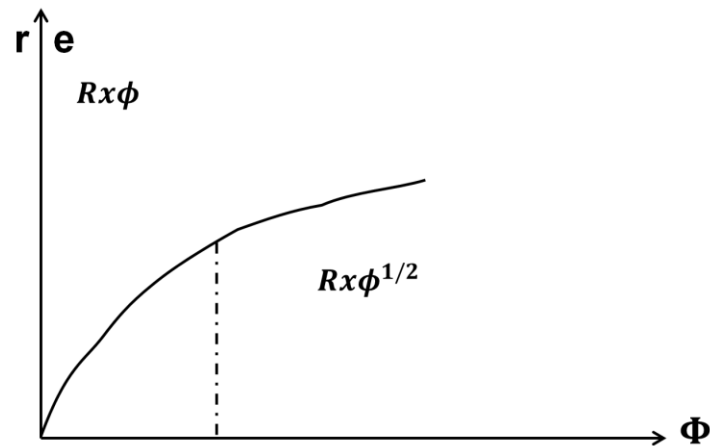


Figura 9. Influencia de la irradiancia (Herrmann, 2011).

d. Temperatura

A causa de la activación fotónica, no es necesario calentar los sistemas fotocatalíticos, ya que pueden funcionar a temperatura ambiente. A bajas temperaturas, la activación se desfavorece mientras que esto no ocurre con la adsorción; a altas temperaturas se desfavorece la adsorción del contaminante. Como consecuencia, la temperatura óptima generalmente está comprendida entre 20 y 80 °C (Herrmann, 2011).

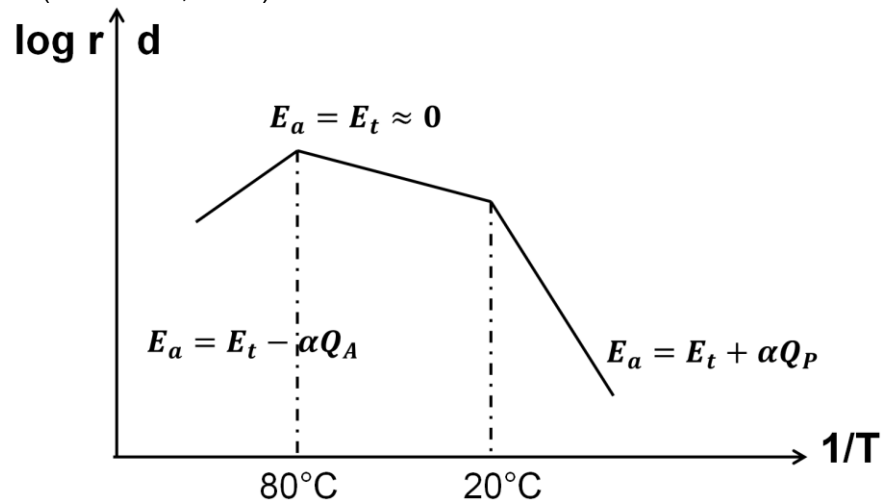


Figura 10. Influencia de la temperatura (Herrmann, 2011).

E_a = energía de activación aparte
 E_t = energía de activación aparte
 Q_A = entalpía de adsorción de reactivo A
 Q_P = entalpía de adsorción de reactivo P

e. pH

El pH afecta a las propiedades superficiales del catalizador y la forma química del compuesto a degradar, generando alteraciones en el proceso de degradación. Se ha reportado que la fotocatalisis, ha presentado mejores eficiencias a pH ácido (Blesea *et al*, 2001), sin embargo, se ha observado que el pH óptimo, está relacionado con el potencial de carga cero (PCC) o el Punto Isoeléctrico (PI) del semiconductor.

El TiO_2 es anfótero, con un punto isoeléctrico variable según el método de síntesis, ya que para el P-25 Degussa (70% anatasa, 30% rutilio) posee un valor isoeléctrico alrededor de pH 6.5, mientras que para la marca Sigma (>90% anatasa) se encuentra en pH 2 (Blesea *et al*, 2001).

f. Agentes oxidantes (aceptores de electrones)

La recombinación del par hueco-electrón es una de las más grandes desventajas, de la aplicación de TiO_2 en la fotocatalisis, que genera perdida de energía. Se ha demostrado que la adición de oxidantes (aceptores de electrones), mejora el rendimiento de la reacción fotocatalítica al eliminar la recombinación del hueco con el fotoelectrón al aceptar este en la banda de conducción; aumentando la concentración de radicales hidroxilos y al generar otras especies oxidantes para acelerar la oxidación de los compuestos y sus intermediarios de reacción. (Ahmed *et al*, 2011).

2.5 Reactores químicos

Un reactor químico es el dispositivo donde ocurre un cambio en la composición debido a una reacción química. Por lo tanto, es cualquier recipiente donde ocurre una reacción química. (Cuevas, 2009)

De acuerdo al modo de operación, los reactores químicos se clasifican en:

- Intermitentes, por lotes o SBR.
- Continuos
- Semicontinuos o reactores de flujo no estacionario.

Los reactores de operación discontinua o SBR (Sequencing Batch Reactor), son un tipo de sistema donde hay una alimentación y vaciado cíclicos (Irvine y Ketchum, 1989). Aunque los SBR eran utilizados con el único fin de eliminar materia orgánica, hoy en día su uso se ha ampliado llegando a ser utilizados en la eliminación de fosforo y nitrógeno al implementar etapas anaeróbicas/anóxicas. Autores como Casellas (2006) y Arun (1988) sostienen que la eliminación biológica de nutrientes y materia orgánica se obtiene gracias a la combinación de ciclos de reacción, dependiendo de las necesidades del tratamiento (Muñoz, 2014).

2.5.1 Estrategias de llenado y reacción en un SBR

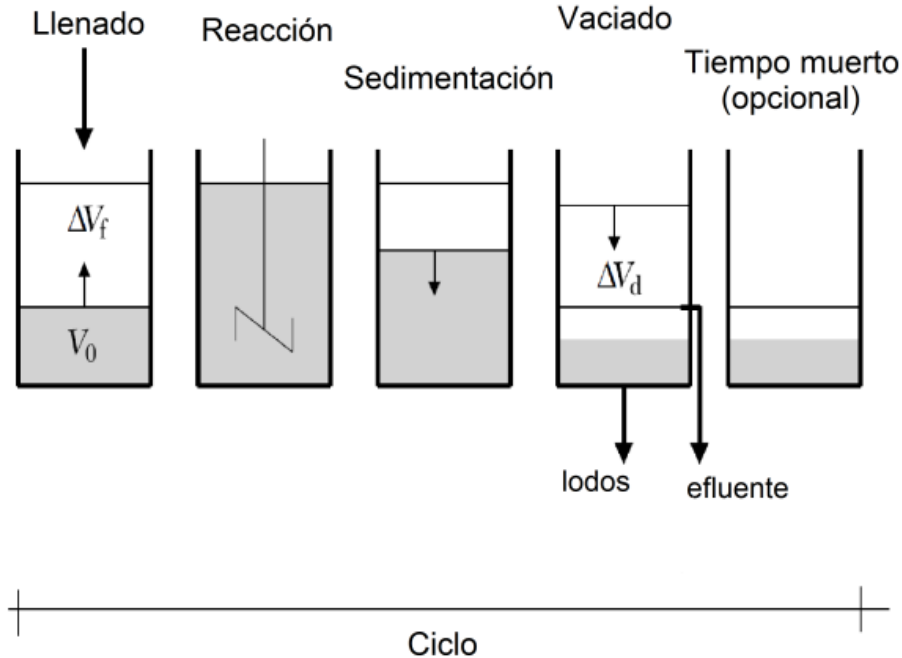


Figura 11. Fases de operación (Wilderer *et al.*, 2001).

Usualmente los SBR operan bajo cinco fases bien definidas que son: llenado, reacción, sedimentación, vaciado y tiempo muerto (Figura 11). Las etapas de llenado y reacción pueden tener varias subfases basados en la entrada de energía al sistema, lo que resulta en aeración variada y mezclas de estrategias de operación. Estas subfases han sido etiquetadas de la siguiente manera (Wilderer *et al.*, 2001):

- Llenado estático: sin entrada de energía al sistema; permite la acumulación de sustrato.
- Llenado con mezclado: mezclado sin aeración forzada, actividad aeróbica mínima; normalmente permite reacciones anóxicas o anaeróbicas.
- Llenado con aireado: mezclado con aeración forzada; normalmente permite reacciones aeróbicas, al menudo permite simultáneas reacciones anóxicas y aeróbicas.
- Reacción estática: mezclado sin aeración forzada, mínima actividad aeróbica; permite reacciones anóxicas y posiblemente anaeróbicas.
- Reacción con aireado: mezclado con aeración forzada; permite reacciones aeróbicas

Dependiendo del método de operación, un reactor SBR puede ser comparado con un PFR (reactor tubular) o un reactor de mezcla completa (CMFR, por sus siglas en inglés). En la figura 12 se presenta las ecuaciones del balance de materia en un SBR con un llenado rápido o instantáneo (inciso a) y con un llenado lento (inciso c). La representación matemática del reactor PFR en un estado estacionario resulta similar a la operación de un SBR con llenado instantáneo, mientras que en el balance de masa para un SBR con un llenado lento se asemeja a un estado inestable de un CMFR con variación de volumen (Wilderer *et al.*, 2001).

<p>a) SBR con llenado instantáneo (solo para reaccionar):</p> $\frac{dC_s}{dt} = r_{s,v}$ <p>Condición inicial: $C_s(0) = C_{s,in} VER + C_s(t_c)(1 - VER)$ Donde t_c es el tiempo de un ciclo</p> <p>Asumiendo que el sustrato no cambia tras reaccionar.</p>	<p>b) PFR:</p> $\frac{\partial C_s}{\partial t} = -\frac{Q(1 + \alpha)}{A} \frac{\partial C_s}{\partial x} + r_{s,v}$ <p>Que en estado estacionario es $\frac{dC_s}{dt} = r_{s,v}$</p> <p>Condición inicial: $C_s(0) = [C_{s,in} + C_s(\tau_c)\alpha](1 + \alpha)^{-1}$, Donde τ_c es el tiempo de flujo dado por $HTR/(1 - \alpha)$</p> <p>Asumiendo un flujo constante.</p>
<p>c) SBR con llenado lento (solo durante el llenado):</p> $\frac{\partial C_s}{\partial t} = -\frac{Q(1 + \alpha)}{V_0 + Q(1 + \alpha)t} (C_{s,in} - C_s) + r_{s,v}$ <p>Condición inicial: $C_s(0) = C_s(t_c)$</p> <p>Asumiendo flujo constante y llenado mixto o aireado.</p>	<p>d) CMFR:</p> $\frac{\partial C_s}{\partial t} = -\frac{Q(1 + \alpha)}{V} (C_s(0) - C_s) + r_{s,v}$ <p>Condición inicial: $C_s(0)$ conocido $C_s(0) = (C_{s,in} + C_s\alpha)(1 + \alpha)^{-1}$</p> <p>Asumiendo un volumen constante.</p>

Figura 12. Ecuaciones de un balance de materia de varios reactores (Wilderer et al., 2001).

En la figura 12, C_s corresponde a la concentración del sustrato en el reactor, $C_{s,in}$ representa la concentración de sustancia soluble en el efluente, $r_{s,v}$ tasa volumétrica neta de formación del sustrato, A es el área transversal del tanque en el reactor PFR y x es la distancia longitudinal desde la entrada en el PFR.

CAPÍTULO III

Metodología

En este capítulo se explica la metodología aplicada en el estudio de la oxidación fotocatalítica de microorganismos coliformes, utilizando como catalizador dióxido de titanio dopado con nitrógeno y soportado en diatomita ($N-TiO_2$). En este sentido, se detallarán los procesos más relevantes, en el orden seguido, los cuales son: la síntesis del catalizador, el diseño experimental, la eliminación de microorganismos y el método de análisis para el seguimiento de las reacciones.

3.1 Síntesis de películas de TiO_2

Síntesis de películas de óxido de silicio

Para la síntesis de las películas de dióxido de titanio soportado en diatomita, por el método de sol-gel, se siguió la metodología establecida en el trabajo de Martínez (2018) y Chen & Liu (2016). El cual consiste en la limpieza del soporte para remover las posibles impurezas que pudieran estar presentes, a partir de la inmersión de la Diatomita en ácido nítrico, HNO_3 , diluido para posteriormente filtrar con ayuda de papel filtro y embudo. Para asegurar el correcto secado del soporte, una vez colocado en cápsula de porcelana, se dejó una hora en estufa con una temperatura de $100^\circ C$ y 24 horas en desecador. Para una adecuada fijación de óxido de titanio en la superficie del soporte, se sintetizó una película de óxido de silicio a partir del agente precursor: tetraetil orto silicato (TEOS). La Diatomita paso por una inmersión en solución precursora en una relación molar de: TEOS, HNO_3 y etanol (1:0.5:50), con agitación de una hora; para posteriormente proceder a filtrar con ayuda de embudo y papel filtro, la diatomita húmeda se colocó en capsula de porcelana y finalmente, tras un secado lento con duración de 24 horas a temperatura ambiente dentro de un desecador; la película se sinterizó en una mufla a $400^\circ C$ durante una hora. Hecha la síntesis del dióxido de silicio, la cápsula fue introducida una vez más en desecador para evitar que se humedeciera.

Síntesis de películas de óxido de titanio dopado con nitrógeno

Previo al sinterizado del catalizador, se preparó una solución precursora, con isopropóxido de titanio (TTIP), isopropanol, urea y ácido nítrico (en relación molar 1:26.5:4:0.5, respectivamente), para lo cual se pesaron o midieron las cantidades correspondientes y se agitaron a temperatura ambiente durante una hora.

Transcurrido el tiempo de agitación, se procedió a realizar un filtrado con ayuda de papel filtro y embudo, la diatomita se colocó en una cápsula de porcelana y esta se introdujo en un desecador para dejar que se secase de manera lenta durante 24 horas. Se finalizó con el sinterizado a una temperatura de $575^\circ C$ durante 1 hora en mufla.

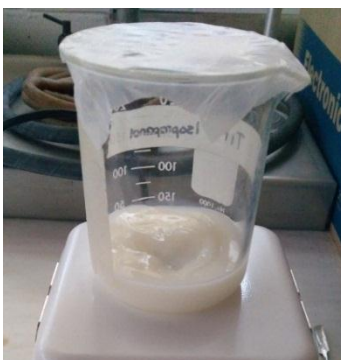


Figura 13. Diatomita en agitación con solución precursora de $N-TiO_2$.

El proceso de síntesis del catalizador N-TiO₂ se realizó con el fin de obtener dos capas, por lo que el catalizador inmovilizado en diatomita previamente preparado fue sumergido por segunda vez en solución precursora con TTIP, isopropanol, urea y HNO₃ (1:26.5:4:0.5), se filtró y dejó secar y finalmente se volvió a colocar en mufla durante una hora a 575°C. El producto final fue un sólido de apariencia opaca y color blanco (Figura 14).



Figura 14. Catalizador N-TiO₂ sintetizado.

3.2 Eliminación de coliformes totales

Una vez que el catalizador fue preparado, se realizaron las pruebas de eliminación de organismos coliformes; las variables experimentales que se tomaron en consideración fueron: concentración inicial del catalizador, concentración inicial del agente oxidante y estrategia de operación del reactor intermitente alimentado en modo de recirculación. Para todas las reacciones, el tiempo de reacción fue de 3 horas.

3.2.1 Diseño experimental para las pruebas de oxidación fotocatalítica

Como se indica en la Tabla 6, el desarrollo experimental se puede dividir en tres etapas acorde a las estrategias de operación:

1. Llenado instantáneo al inicio de la reacción.
2. Llenado durante la primera mitad del tiempo de reacción.
3. Llenado a lo largo del tiempo de reacción.

Cabe destacar que lo que en el presente trabajo lo que se denomina como “estrategia de operación”, es la forma en que se efectuó el llenado del tanque del reactor. En **la etapa 1**, se realizó una operación típica de llenado, esto es con un llenado instantáneo. En **las etapas 2 y 3**, el tanque del reactor fue llenado a la mitad de su capacidad (930 mL) y posteriormente se adicionó la otra mitad (930 mL), a la par de la fase de reacción como indica la figura 15, inciso

b, el tanque que alimenta al fotorreactor esta a su vez alimentado por un segundo tanque. Para la **etapa 2**, el tiempo que tardo para ser llenado por completo fue de 90 minutos, mientras que para la **etapa 3**, la última mitad de agua fue dosificada en 180 minutos.

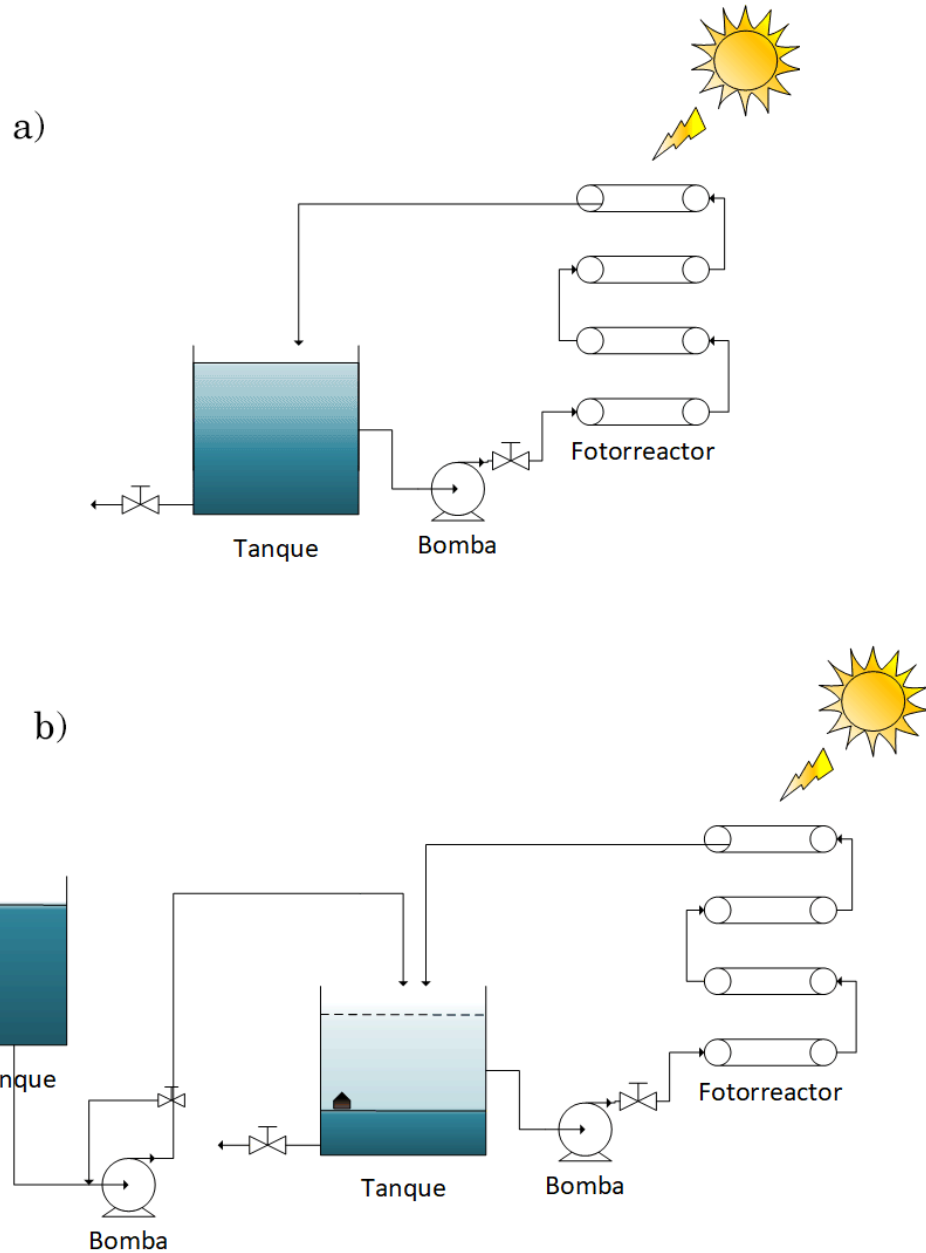


Figura 15. Esquema reactor intermitente alimentado en modo de recirculación.
a) Llenado lento durante parte de la reacción. b) Llenado instantáneo inicial.

Con el fin de evaluar el efecto que pudiera llegar a tener la variación en estrategias de llenado del reactor tipo CPC, así como la variación de concentración inicial del oxidante, se plantearon tres variaciones de cada uno. Para cada caso se realizaron tres repeticiones bajo las mismas condiciones (ver Tabla 6,). En todos los casos la concentración del catalizador se mantuvo en 0.1g/L.

Tabla 6. Ensayos experimentales realizados.

Estrategia de llenado	Concentración inicial del persulfato de sodio		
	0 mol/L	5×10^{-4} mol/L	10^{-3} mol/L
Llenado instantáneo al inicio de la reacción.	a, b, c.	a, b, c.	a, b, c.
Llenado durante la primera mitad del tiempo de reacción.	a, b, c.	a, b, c.	a, b, c.
Llenado a lo largo del tiempo de reacción.	a, b, c.	a, b, c.	a, b, c.

3.2.2 Descripción del fotorreactor tipo colector parabólico compuesto (CPC)

El reactor utilizado, de capacidad 0.9 a 2L, fue fabricado con 4 tubos de vidrio Pyrex de 0.2m de longitud útil (con terminación tipo oliva de 0.05 m de longitud por lado, para conectar con tubing flexible) y 0.025 m de diámetro externo, el espesor de los tubos es de 1.5 mm. La base del reactor fue construida con ácido poli-láctico (PLA, con una precisión de 0.1mm) mediante impresión 3D. El perfil del CPC en tres dimensiones fue realizado en AutoCAD 2012. Los espejos que recubren la base del perfil CPC están compuestos de aluminio electro-pulido en film autoadherible (MirrorFilm; Feflectech, USA). Mayores detalles del reactor se presentan en el trabajo de Trejo (2017)



Figura 16. Reactor fotocatalítico tipo CPC.

Dosificación del agua por medio de bomba de desplazamiento positivo (tipo peristáltica)

A fin de alcanzar el flujo de líquido deseado, se adiciono un by-pass al sistema, como se muestra en la figura 17, que consistió de dos válvulas, dos conectores tipo oliva-oliva sencillos y dos conectores tipo T, así como mangueras de silicona suave.

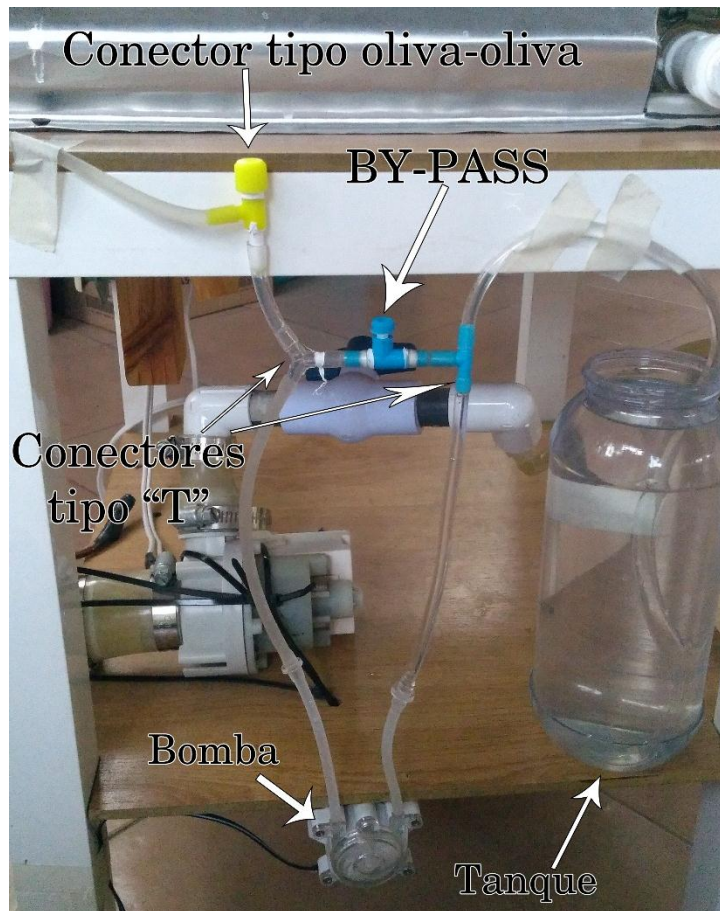


Figura 17. Bomba dosificadora colocada en la base del reactor.

Inoculación de la muestra

El agua de origen municipal se inoculó con una muestra de suelo húmedo. Por cada litro de agua se adiciono 1g de suelo. La muestra de tierra húmeda fue pesada y posteriormente esta fue disuelta en el agua de origen municipal, con agitación mecánica en un vaso de precipitados de un litro, para posteriormente ser filtrada, ajustando al volumen de agua necesario para cada experimento.

Se eligió este método ya que de acuerdo a Barrera-Escorcia *et al.* (2013), las bacterias coliformes se pueden encontrar en el ambiente (a través de plantas, insectos y suelo) Las especies de *Citrobacter*, *Enterobacter*, *Klebsiella*, *Proteus*, *Providencia* y *Serratia* también son componentes de la flora intestinal y es posible encontrarlas en agua, agua residual y suelo. Organismos pertenecientes a los géneros *Serratia* y *Klebsiella* también se han aislado en plantas. Asimismo, algunas especies de *Yersinia* han sido aisladas de muestras ambientales y fecales provenientes de humanos y mamíferos.

3.2.3 Técnica analíticas de medición

Finalmente, durante cada proceso experimental, los parámetros que se vigilaron y registraron fueron: las unidades formadoras de colonias al inicio y final, así como en determinados intervalos de tiempo. Además, se registró la irradiación solar (mW/cm^2) a lo largo de la reacción por intervalos de 15 minutos, esto para un posterior cálculo de energía con base al tiempo, con un radiómetro Lutron YK35UV.

Toma de muestras y seguimiento de las reacciones

Siguiendo un modelo típico de operación en un reactor intermitente, en cada experimento se midió la concentración inicial y final de UFC, exceptuando los casos donde se realizó un seguimiento cinético de la reacción, en dichos casos se hicieron 11 muestreos, de las 3 horas de reacción, se tomó una muestra en los 0, 5, 10, 15, 20,40, 60, 90, 120, 150 y 180 minutos.

Las muestras fueron tomadas del tanque de recirculación e inoculadas con micropipeta de capacidad 200-1000 μL , directamente en la placa petrifilm (como se indica el Anexo C). Transcurridas 48 horas se realizó el conteo de UFC y los resultados fueron registrados.



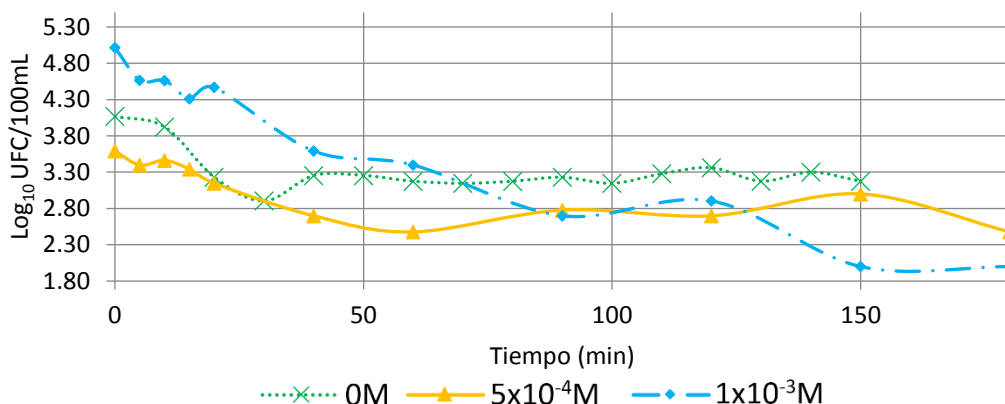
Figura 18. Inoculación de placa para recuento de coliformes totales, 3M® Petrifilm™.

Capítulo IV

Análisis de resultados

En este capítulo se detallan los resultados experimentales obtenidos en la eliminación de coliformes totales mediante fotocatalisis heterogénea solar, utilizando dióxido de titanio dopado soportado en diatomita, también se detallan los parámetros cualitativos post y pretratamiento.

4.1. 1. Llenado instantáneo al inicio de la reacción.



Gráfica 1. Concentración de coliformes totales en función del tiempo.

La eliminación de microorganismos en ausencia de oxidante exhibió las eficiencias menos favorables y esto se ve claramente representado en la gráfica 1. En los casos donde el persulfato de sodio se encontraba presente, en la primera hora del tiempo de reacción, la concentración de microorganismos es considerablemente menor, mientras que en ausencia de oxidante la concentración de microorganismos disminuye de forma más lenta tras haber transcurrido los primeros 40 minutos de reacción.

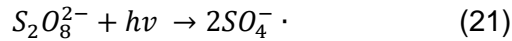
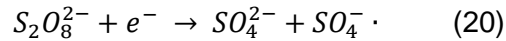
Tabla 7. UFC/ 100mL al inicio y final de la reacción para cada variación de concentración en persulfato de sodio, llenado instantáneo.

Persulfato de sodio (mol/L)	UFC/100 mL						Rendimiento %	Desviación estándar (σ)
	a		b*		c			
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final		
0	58500	24300	11700	4200	48000	11900	45.85	8.52
1×10^{-3}	10200	200	104200	100	19400	100	99.14	0.98
5×10^{-4}	5400	500	3900	300	3500	100	94.26	4.80

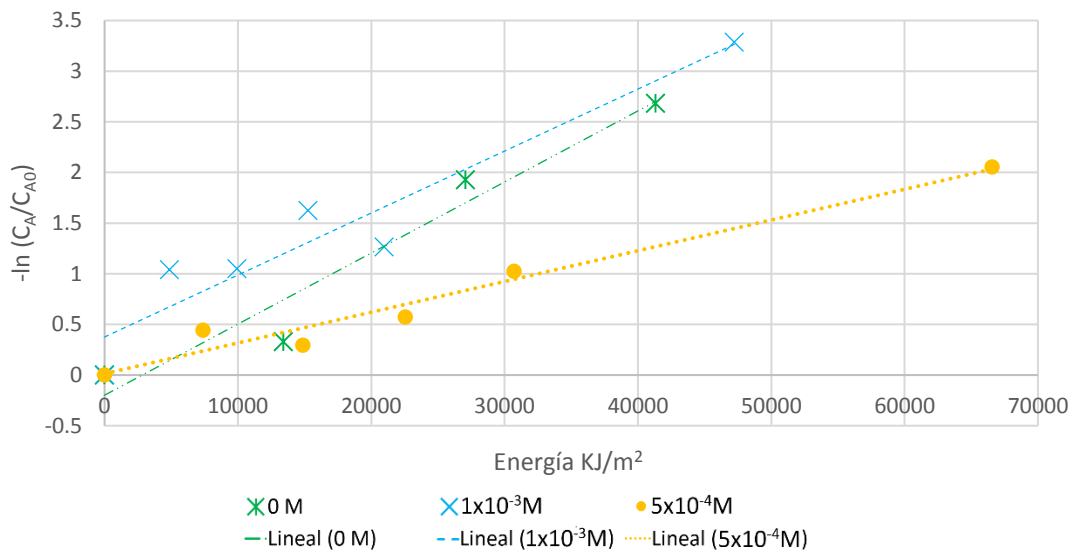
De acuerdo con la Tabla 7, las mejores eficiencias se observan en presencia de oxidante; la diferencia en la variación del rendimiento (desviación estándar, σ) más estable fue en una concentración inicial de persulfato de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$, de 10^{-3}M .

De acuerdo con Crimi (2007), el persulfato de sodio posee un potencial redox, relativamente alto ($E^\circ=2.01\text{ V}$) y presenta mayor constancia en reacciones fotocatalíticas encaminadas a la eliminación de compuestos orgánicos, en comparación con los oxidantes convencionales tales como ozono, O_3 y peróxido de hidrogeno, H_2O_2 . El persulfato, al ser un aceptor de electrones, disminuye la recombinación de foto-huecos con los fotoelectrones fotogenerados en la superficie del TiO_2 (ecuación 20) y a su vez genera radicales adicionales, al ser suministrada energía radiante (ecuación 21); dichos radicales, en conjunto con los radicales hidroxilo, OH^- ,

son capaces de reaccionar con la membrana del microorganismo ocasionando su ruptura y posterior muerte.



Esto explica lo observado experimentalmente, es decir, que el rendimiento de la reacción se vea favorecido y aumente en presencia del oxidante como nos indica la tabla 7. Al mismo tiempo la Tabla 7 nos permite observar que, si bien el rendimiento de la reacción para los casos en donde se encuentra presente el persulfato de sodio es alto, la diferencia entre ambos, 97.93% para una concentración inicial de persulfato de sodio $10^{-3}M$ y 92.55% a una concentración de $5 \times 10^{-4}M$, es mínima a pesar de que uno se encuentre a la mitad de concentración que el otro.



Gráfica 2. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante.

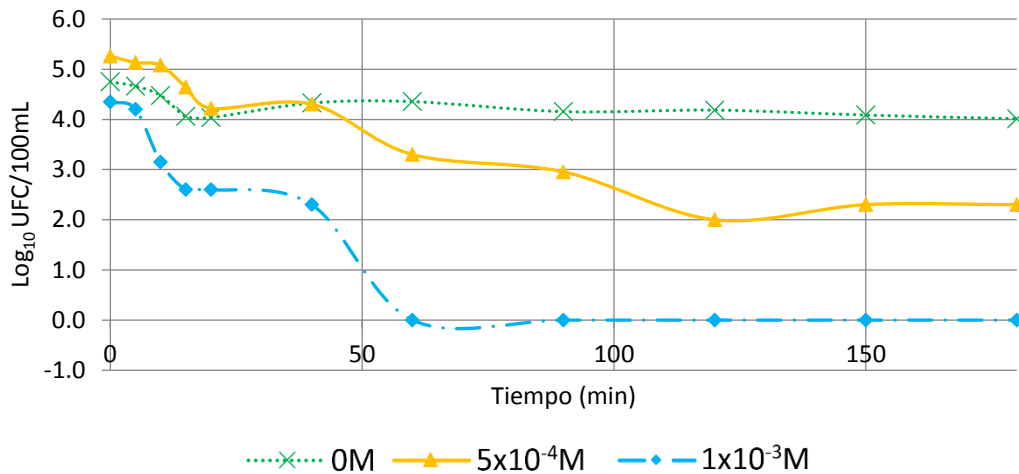
El cálculo de los parámetros cinéticos se realizó con la parte más rápida de las reacciones, esto es los primeros 40 minutos de reacción. Al realizar la comprobación del orden de reacción mediante el método gráfico lineal, el coeficiente de correlación (r^2), para cada ajuste presenta un valor más cercano a la unidad para una cinética de pseudo primer orden ($-\ln(CA/CA_0)$ vs E_{acc}), en la gráfica 2, el valor de la pendiente corresponde a la magnitud de la constante cinética (k'_{app}). Al corresponder a una reacción de pseudo primer orden, la velocidad de reacción es indirectamente proporcional al valor de la concentración inicial del contaminante.

En cuanto a la diferencia en la magnitud de las constantes de velocidad, se observa una mayor velocidad cuando la concentración en los casos donde la concentración inicial de microorganismos era mayor (Tabla 8), ya que, en las reacciones cinéticas de primer orden, la velocidad inicial es directamente proporcional a la concentración inicial del sustrato (Marin *et al.*, 2011).

Tabla 8. Contantes cinéticas y concentración inicial de la reacción, sistema convencional.

Oxidante (mol/L)	CA ₀ (UFC/100mL)	k _{app} (m ² /kJ)	Orden (n)	Coefficiente de correlación (r ²)
0	11700	7.02 x10 ⁻⁵	1	0.9469
1x10 ⁻³	104200	6.12 x10 ⁻⁵	1	0.9083
5x10 ⁻⁴	3900	3.03 x10 ⁻⁵	1	0.9648

4.2.2. Llenado durante la primera mitad del tiempo de reacción



Gráfica 3. Concentración de coliformes totales en función del tiempo, durante la primera mitad del tiempo de reacción.

En el gráfico 3 podemos apreciar que, para las tres variaciones de concentración inicial de agente oxidante, transcurridos los primeros 20 minutos de reacción, la eliminación de microorganismos alcanzada es superior al 80%. En el caso donde no había agente oxidante, la velocidad con que se eliminan los microorganismos se aprecia más lenta y a su vez cuando la concentración del persulfato es mayor, la remoción de microorganismos aparenta mayor velocidad.

Tabla 9. UFC/ 100mL al inicio y final de la reacción para cada variación de concentración en persulfato de sodio, durante la primera mitad del tiempo total de reacción.

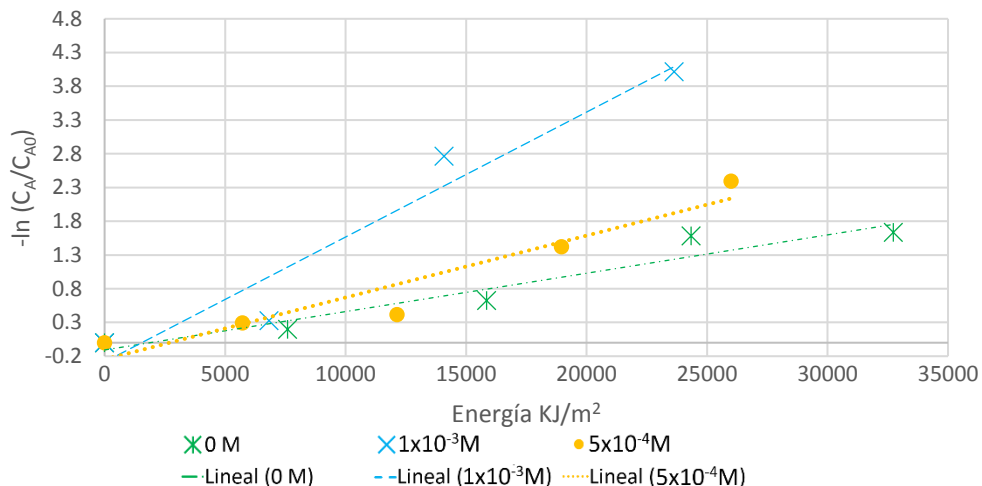
Persulfato de sodio (mol/L)	UFC/100 mL						Rendimiento %	Desviación estándar (σ)
	a		b*		c			
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final		
0	11900	700	56000	10300	26900	8500	81.38	12.86
1x10 ⁻³	15300	200	22200	0	35800	100	99.47	0.69
5x10 ⁻⁴	7300	0	182000	200	24200	0	99.96	0.06

Al comparar los rendimientos obtenidos al realizar la eliminación de microorganismos por fotocátalisis heterogénea solar en presencia de un agente oxidante (persulfato de sodio), se observa que estos rendimientos son equivalentes, de modo que no representa gran diferencia trabajar con una concentración inicial de persulfato de sodio de 10^{-3}M y $5 \times 10^{-4}\text{M}$. Aun cuando el agente oxidante no se encuentra presente, el rendimiento de la reacción es alto y esto puede asociarse a la estrategia de llenado utilizada.

Podemos inferir de la Tabla 9 que el valor de la desviación estándar en los casos donde se trabajó con persulfato de sodio, en la eliminación de Coliformes totales, es menor en comparación con el caso donde hay ausencia del agente oxidante. Una mayor constancia en los resultados obtenidos (porcentaje de eliminación de microorganismos), puede asociarse con la presencia de persulfato de sodio durante la reacción.

Análisis cinético correspondiente a un reactor SBR menospreciando la forma de llenado

Como se mencionó en la con anterioridad, al tiempo que se daba la reacción, el tanque del reactor se iba llenado con más agua que también poseía determinada cantidad de microorganismos; por lo que el volumen no fue constante durante toda la reacción, sin embargo, se hizo un tratamiento de los resultados experimentales típico de un reactor Batch.



Gráfica 4. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, durante la primera mitad del tiempo total de reacción.

Al realizar la gráfica de la función $f(E_{acc}) = (-\ln C_A/C_{A0})$, el coeficiente de correlación (r^2) presento un valor más cercano a la unidad para una cinética de primer orden; en la gráfica 4, el valor de la pendiente corresponde a la magnitud de la constante cinética (k'_{app}). Al corresponder a una reacción de primer orden, la velocidad de reacción es indirectamente proporcional al valor de la concentración inicial del contaminante.

Tabla 10. Contantes cinéticas y concentración inicial, llenado del tanque a la mitad del tiempo total de reacción.

Oxidante (mol/L)	CA ₀ (UFC/100mL)	k _{app} (m ² /kJ)	Orden (n)	Coefficiente de correlación (r ²)
0	56000	1.49 x10 ⁻⁵	1	0.9301
1x10 ⁻³	22200	1.85 x10 ⁻⁴	1	0.9373
5x10 ⁻⁴	182000	9.17 x10 ⁻⁵	1	0.9147

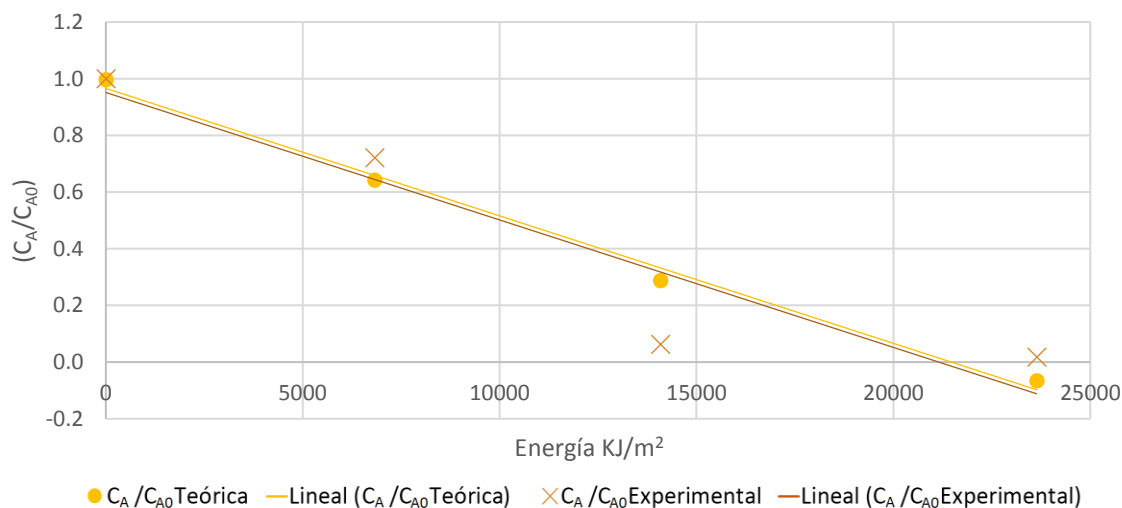
Si bien la reacción corresponde a un orden uno de reacción, de acuerdo con la Tabla 10, el valor de la constante cinética de mayor magnitud corresponde al experimento realizado con una concentración inicial de persulfato de sodio de 10⁻³M, y el que le sigue en magnitud es el ensayo realizado con una concentración inicial de, [Na₂S₂O₈]=10⁻³M.

Análisis cinético aproximado a un reactor tipo CMFR

Dependiendo del método de operación, un reactor SBR puede ser comparado con un reactor de mezcla completa o CMFR por sus siglas en inglés (Wilderer *et al.*, 2001), por este motivo, de acuerdo a la ecuación 32 se realizó un análisis cinético, suponiendo un comportamiento del reactor SBR, similar al observado en un reactor tipo CMFR.

$$\frac{C_A}{C_{A0}} = \frac{1}{1+k\tau} \left\{ 1 + k\tau \exp \left[- \left(k + \frac{1}{\tau} \right) t \right] \right\} \quad (32)$$

Se graficaron los resultados experimentales de acuerdo a la función $(C_A/C_{A0}) = f(E_{acc})$, y posteriormente se contrapuso una gráfica “teórica” de la función: $(C_A/C_{A0})_{Teórica} = f(E_{acc})$; se obtuvo el valor de $(C_A/C_{A0})_{Teórica}$ al asignar valores distintos al valor de la constante cinética en la ecuación 32, hasta obtener el mejor ajuste (p. ej. grafica 5).



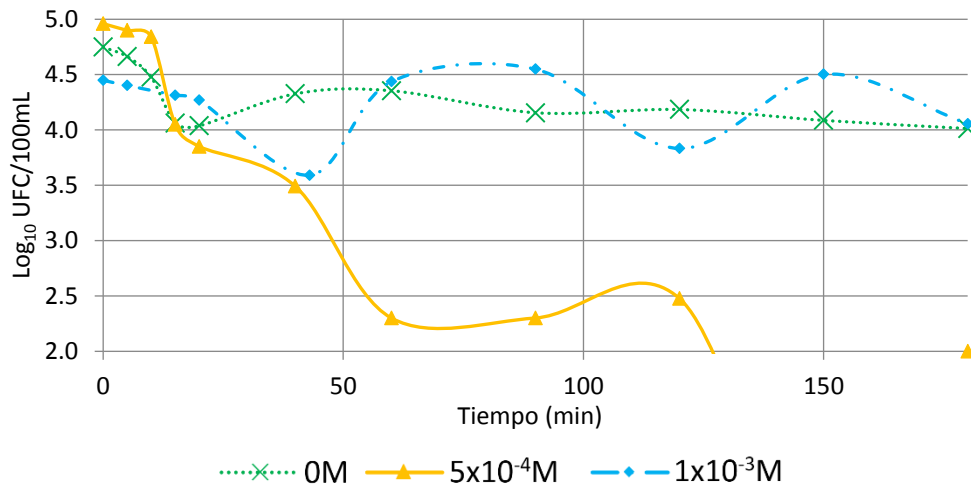
Gráfica 5. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, durante la primera mitad del tiempo total de reacción, [Na₂S₂O₈]=10⁻³M.

En las tres variaciones de concentración inicial del oxidante (tabla 11), el ajuste cinético correspondió a un orden uno de reacción, lo que apoya el análisis cinético realizado previamente.

Tabla 11. Contantes cinéticas ajustadas con ecuación por tanteo, llenado de tanque a la mitad del tiempo total de reacción.

Oxidante (mol/L)	k_{app} (m ² /kJ)	Orden (n)
0	7.50×10^{-4}	1
1×10^{-3}	1.29×10^{-3}	1
5×10^{-4}	7.56×10^{-4}	1

4.3 3. Llenado a lo largo del tiempo de reacción.



Gráfica 6. Concentración de coliformes totales en función del tiempo, a lo largo del tiempo de reacción.

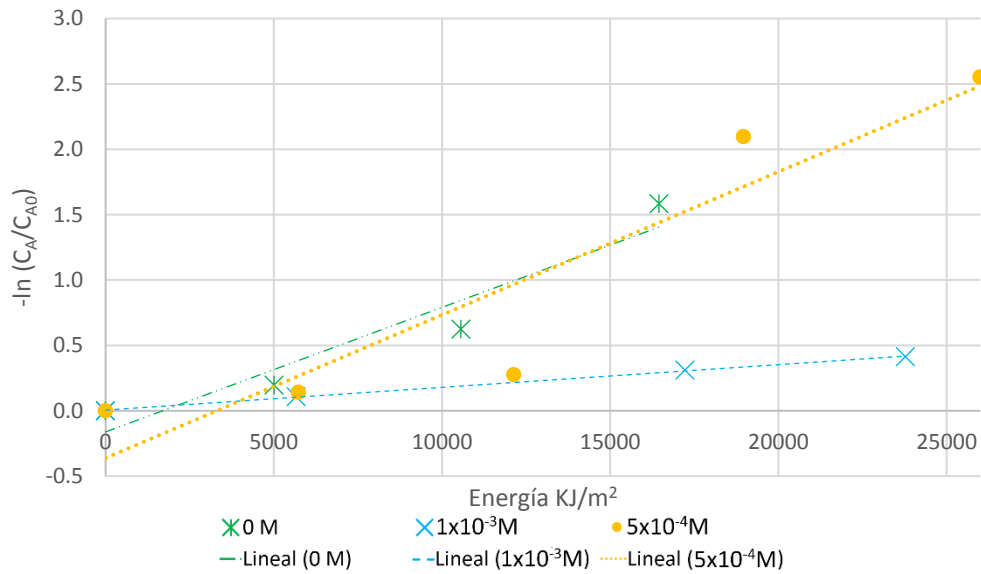
En el gráfico 6, se observa un comportamiento de los microorganismos distinto a lo antes visto, habiendo una mayor oscilación en la concentración de los microorganismos. En el caso de persulfato de sodio en una concentración $5 \times 10^{-4}M$, se aprecia una mejor eliminación de los coliformes totales.

Tabla 12. UFC/ 100mL al inicio y final de la reacción para cada variación de concentración en persulfato de sodio, llenado de tanque durante el tiempo total de reacción.

Persulfato de sodio (mol/L)	UFC/100 mL						Rendimiento %	Desviación estándar (σ)
	a		b*		c			
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final		
0	58500	24300	11700	4200	48000	11900	68.39	33.08
1×10^{-3}	10200	200	104200	100	19400	100	85.88	22.90
5×10^{-4}	5400	500	3900	300	3500	100	99.13	0.70

En estas condiciones de trabajo, llenado durante el total del tiempo de reacción se obtuvieron los mejores rendimientos en las reacciones donde el persulfato participó, pero de acuerdo con los datos vaciados en la Tabla 12, la variación de rendimientos fue mayor para las condiciones experimentales de concentración de persulfato 0M y 10^{-3} M.

Análisis cinético correspondiente a un reactor SBR menospreciando la forma de llenado



Gráfica 7. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, llenado a lo largo del tiempo de reacción.

Se realizó el tratamiento estadístico y mediante el método grafico lineal, al graficar el logaritmo natural del cociente de la concentración CA entre la concentración inicial (CA_0) en función de la energía (E_{acc}), se obtuvo el valor de las constantes cinéticas (k'_{app}) para cada caso (grafica7).

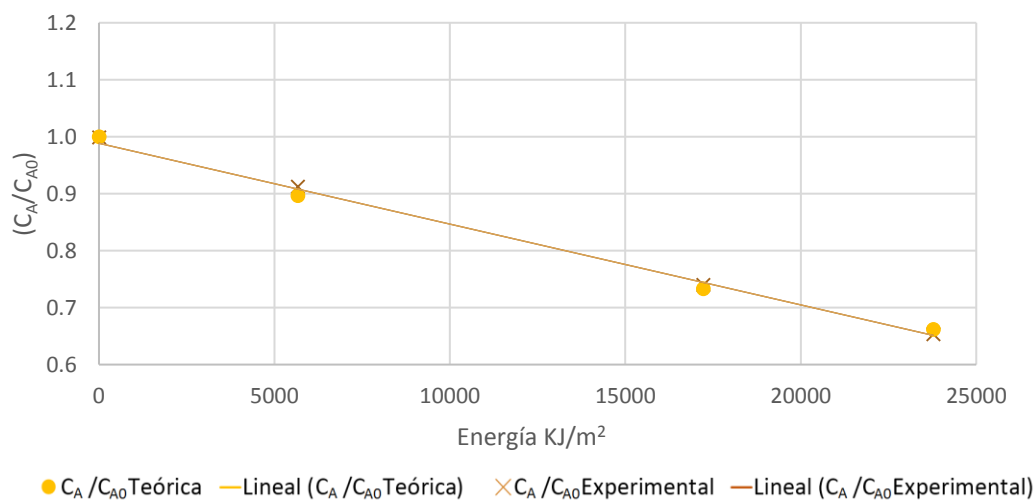
Tabla 13. Contantes cinéticas y concentración inicial, llenado del tanque durante el tiempo total de reacción.

Oxidante (mol/L)	CA ₀ (UFC/100mL)	k _{app} (m ² /kJ)	Orden (n)	Coefficiente de correlación (r ²)
0	11700	9.52 x10 ⁻⁵	1	0.9194
1x10 ⁻³	104200	1.79 x10 ⁻⁵	1	0.9988
5x10 ⁻⁴	3900	1.04 x10 ⁻⁴	1	0.8680

Si bien las tres reacciones corresponden a un orden de reacción uno, el mayor valor de la constante cinética (k' app) no se encuentra en el caso donde la concentración inicial de microorganismos era mayor, si no que corresponde a los casos donde la concentración inicial (UFC/100mL), es menor.

Análisis cinético aproximado a un reactor tipo CMFR

Nuevamente, de acuerdo a la ecuación 32 se realizó un análisis cinético, suponiendo un comportamiento del reactor SBR similar al observado en un reactor tipo CMFR.



Gráfica 8. Cinéticas de reacción para cada variación en la concentración inicial de oxidante, llenado a lo largo del tiempo de reacción, [Na₂S₂O₈]=10⁻³M.

Ajustando el valor de la constante cinética, se realizó la aproximación del valor de la constante cinética en la ecuación 32, y se vaciaron los datos teóricos y experimentales en la misma grafica a fin de superponer las líneas de tendencia de estas, como se muestra en la gráfica 8.

Tabla 14. Contantes cinéticas ajustadas con ecuación por tanteo, llenado a lo largo del tiempo de reacción.

Oxidante (mol/L)	k_{app} (m ² /kJ)	Orden (n)
0	7.31×10^{-4}	1
1×10^{-3}	2.88×10^{-4}	1
5×10^{-4}	7.01×10^{-4}	1

El orden cinético al que correspondió el ajuste por tanteo de acuerdo a la ecuación 32 correspondió a un orden cinético de 1, lo que sustenta el análisis cinético realizado con anterioridad.

4.4 Análisis de varianza (ANOVA)

El objetivo principal del análisis de varianza es comprobar la hipótesis de igualdad de los tratamientos con respecto a la media de la correspondiente variable de respuesta; en otras palabras: el análisis de varianza permite estudiar el efecto de una o más categorías en conjunto de datos (Spiegel *et al.*, 2009 y Triola *et al.*, 2013). En el caso del presente trabajo se llevó a cabo un análisis de dos vías ya que se estudiaron dos variables: Concentración inicial del oxidante y sistema de llenado.

Mediante el software Origin Pro v. 8, de Origin Lab, se realizó el análisis de varianza en las eficiencias en la eliminación de microorganismos, con un nivel de confianza del 95%.

Tabla 15. Datos generales del análisis de varianza (ANOVA) para el porcentaje de oxidación.

	gl	Suma de cuadrados	Media de cuadrados	Valor F	Valor P
Factor A: sistema de llenado.	2	385.692	192.846	0.866	0.438
Factor B: concentración inicial del persulfato.	2	2846.301	1423.151	6.389	0.008
Interacción	4	307.790	76.947	0.345	0.844
Modelo	8	3539.783	442.473	1.986	0.108
Error	18	4009.641	222.758	--	--
Total	26	7549.425	--	--	--

Cuanto mayor es el valor de F (denominado así en honor al estadista R.A. Fisher), mayor es la probabilidad de encontrar significancia; es decir que al menos dos pares de medias sean diferentes.

De la tabla 15, la interpretación queda:

- Con un nivel de confianza del 95%, la media poblacional del Factor A no fue significativamente diferente.

- Con un nivel de confianza del 95%, la media poblacional del Factor B fue significativamente diferente.
- Con un nivel de confianza del 95%, la interacción ente el factor A y el factor B no fue significativa.

De lo anterior se entiende que, si bien la variación en las estrategias de llenado del reactor (llenado a lo largo de la reacción y llenado en la mitad del tiempo de reacción), no presentan diferencias significativas en el valor del rendimiento de la reacción, la concentración inicial del persulfato de sodio sí presenta una variación significativa entre la usencia de persulfato de sodio e iniciar con una concentración de $10^{-3}M$ y la mitad de esta, $5 \times 10^{-4}M$.

Dado que una de las medias es significativamente diferente de las otras, se procede a hacer pruebas a posteriori. De entre las distintas opciones existentes; tomando en cuenta que la variable de respuesta (rendimiento de la reacción), fue evaluada en todas las combinaciones de los factores (sistema de llenado y concentración inicial de persulfato). La prueba a posteriori de Bonferroni que reparte el error tipo I (error al rechazar hipótesis nula) por igual entre todas las comparaciones es la mejor opción (Bernhardson, 1975).

Tabla 16. Prueba de Bonferroni el porcentaje de oxidación.

	Estrategia de llenado						
	Diferencia de medias	SEM	Valor t	Prob	Sig	LCL	UCL
Llenado 1/2TR vs. Convencional	5.857	7.036	0.832	1	0	-12.711	24.426
Llenado TR vs Convencional	-3.280	7.036	-0.466	1	0	-21.848	15.288
Llenado TR vs Llenado 1/2TR	-9.138	7.036	-1.299	0.631	0	-27.706	9.431
	Concentración inicial de persulfato de sodio						
	Diferencia de medias	SEM	Valor t	Prob	Sig	LCL	UCL
$5 \times 10^{-4} M$ vs $0M$	23.041	7.036	3.275	0.013	1	4.473	41.609
$10^{-3}M$ vs $0M$	20.250	7.036	2.878	0.030	1	1.682	38.819
$10^{-3}M$ vs $5 \times 10^{-4}M$	-2.790	7.036	-0.397	1	0	-21.359	15.778

En la Tabla 16, en la columna de significancia (Sig), el valor cero se interpreta como una diferencia no significativa y por el contrario el valor 1 se interpreta como una diferencia significativa.

La interpretación de la Tabla 16 queda:

- No existió una diferencia significativa entre las distintas formas de llenado en el rendimiento de la reacción (porcentaje de eliminación de microorganismos)
- Existió una diferencia significativa en el rendimiento de la reacción cuando hay presencia del oxidante.

- No existió una diferencia significativa entre realizar la reacción con una concentración inicial de $10^{-3}M$ y $5 \times 10^{-4}M$ de persulfato de sodio.

4.5 Pruebas con catalizador comercial P-25 Degussa

El catalizador comercial que es con frecuencia utilizado en los experimentos de fotocátalisis heterogénea solar es el óxido de titanio Degussa P-25; que contiene un 75% de fase cristalina anatasa y 25% rutilo. El catalizador P-25 posee un tamaño de partícula de 20nm, al ser un catalizador en forma suspendida reporta altas eficiencias debido a la ventaja que esto le concede en el transporte de masa (Ahmed *et al.*, 2011). Sin embargo, al comparar las eficiencias (Tabla 17), encontramos resultados equivalentes al trabajar con el catalizador N-TiO₂ en la misma concentración que el catalizador P-25 bajo las mismas condiciones e incluso habiendo una menor variación en los resultados obtenidos, es decir una menor desviación estándar, cuando se trabajó con el catalizador, N-TiO₂ sinterizado por el método sol-gel.

Tabla 17. Comparación de eficiencias de catalizador comercial Degussa P-25 y el obtenido experimentalmente, N-TiO₂, operación convencional del reactor.

Catalizador	Concentración de catalizador (g/L)	Concentración de oxidante (mol/L)	Rendimiento %	Desviación estándar (σ)
N-TiO ₂	0.1	0	45.85	8.52
	0.1	1×10^{-3}	99.14	0.98
	0.1	5×10^{-4}	94.26	4.80
P-25	0.1	1×10^{-3}	96.91	5.35

4.6 Parámetros cualitativos

Debido a la forma de inoculación del agua de origen municipal, que consistía en tomar el microorganismo del suelo húmedo, la apariencia inicial del agua era marrón y con materia orgánica en suspensión. Al término de cada reacción el agua recuperada exhibía una apariencia menos turbia y más cristalina.



Figura 19. Comparación de agua antes (izquierda) y después (derecha) de inactivación fotocatalítica

La figura 20 corresponde a los cambios más notables en cuanto a número de UFC, morfología de las colonias y apariencia del cultivo correspondientes al inicio y final de la reacción, son una representación de lo que ocurrió en la mayoría de los casos, en donde podemos apreciar la destacada disminución de microorganismos al término de la fotocatalisis y al mismo tiempo el cambio en la morfología de las colonias, para gran cantidad de casos el tamaño de las colonias disminuyó de manera significativa.

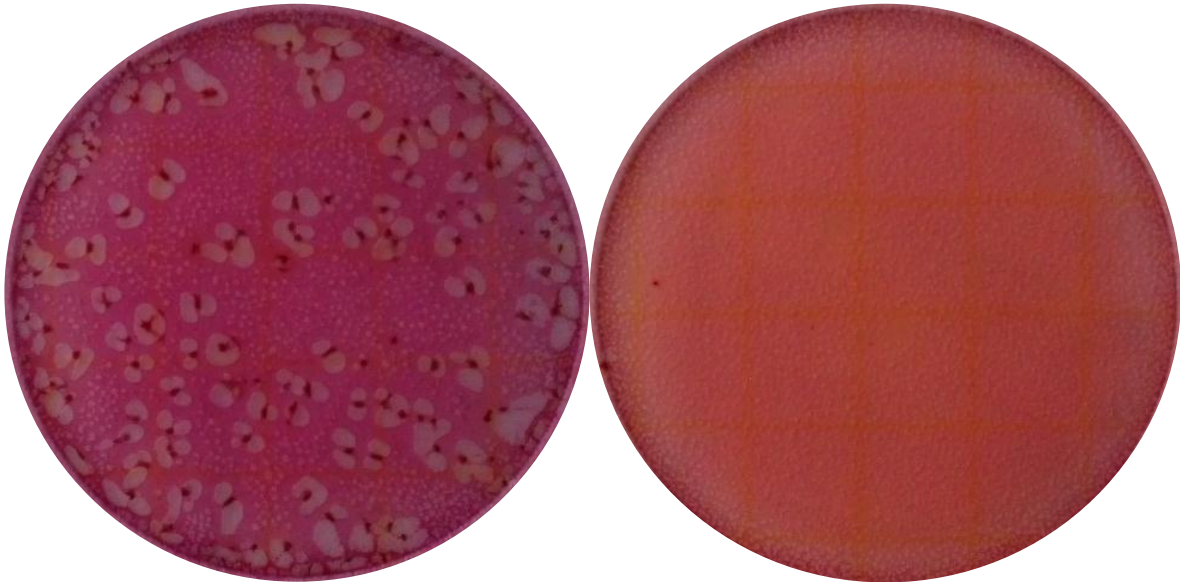


Figura 20. Comparación de Petrifilm al inicio (izquierda) y final (derecha) de la reacción, concentración de $[\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8]= 10^{-3}\text{M}$, llenado de reactor a mitad del tiempo total de reacción.

CAPITULO V

Conclusiones

5.1 Conclusiones

- La eliminación de bacterias como coliformes totales mediante fotocátalisis heterogénea solar se efectuó con altas eficiencias, en la mayoría de los casos con porcentajes superiores al 80%, y en tiempos breves.
- La presencia de persulfato de sodio durante la inactivación de coliformes totales produjo una importante mejora en el rendimiento de la reacción, con significancia estadística. El caso más notable se observó en la primera etapa de experimentación con llenado instantáneo del tanque, donde el rendimiento de la reacción aumento de 45% a porcentajes mayores de 90%. Así mismo, en presencia del oxidante, el porcentaje de eficiencia fue más constante entre experimentos, esto con base en un bajo valor en la desviación estándar entre repeticiones.
- Con base en el análisis estadístico realizado mediante un ANOVA y la prueba a posteriori de Bonferroni, la diferencia entre utilizar una concentración de 10^{-3} M y la mitad de ésta (5×10^{-4} M) no fue significativa en cuanto al porcentaje de eliminación.
- Es posible reducir el tiempo de reacción para la oxidación fotocatalítica solar de organismos coliformes totales, hasta 1.5 horas, basados en la información arrojada por las reacciones en los que se logró casi la misma eliminación de bacterias en ese tiempo que en 3 horas, indistintamente de las irradiancias instantáneas en cada experimento.
- El catalizador dopado con urea e inmovilizado en diatomita, $N\text{-TiO}_2$ produjo resultados en eficiencia muy similares en magnitud y tiempos de reacción a los obtenidos con el catalizador comercial P-25.
- Los ajustes cinéticos realizados señalan que la eliminación por fotocátalisis heterogénea solar utilizando oxido de titanio dopado con urea e inmovilizado en diatomita, se ajustó a una reacción de orden uno.
- La capacidad de tratamiento, al variar la estrategia de llenado, se conservó con una alta eficiencia de eliminación de microorganismos ya que aun cuando el volumen se duplicó, los rendimientos obtenidos se mantuvieron constantes o, incluso, mejoraron aun en ausencia de agente oxidante.
- El agua donde se realizó el presente estudio, proveniente de una toma municipal, implico la presencia de cloro en las reacciones. Los cloruros disminuyen la actividad del catalizador por adsorción competitiva y normalmente están asociados con el “envenenamiento” del catalizador (Friedmann *et al.* 2010). Motivo por el cual se propone realizar una evaluación de la presencia y ausencia cloro en la remoción de microorganismos con fotocátalisis heterogénea solar.

Referencias

1. 3M. (2005). *Placas petrifilm para el recuento de coliformes totales. Guía de interpretación.* Microbiología 3M. México.
2. Ahmed, S., Rasul, M. G., Brown, R., & Hashib, M. A. (2011). *Influence of parameters on the heterogeneous photocatalytic degradation of pesticides and phenolic contaminants in wastewater: A short review.* Journal of Environmental Management, 92(3), 311–330.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cmedm&AN=20950926&lang=es&site=eds-live>
3. Aguilar, C., Montalvo, C., Ceron, J., & Moctezuma, E. (2011). *Photocatalytic Degradation of Acetaminophen.* International Journal of Environmental Research, 5(4), 1071-1078.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=eih&AN=67708632&lang=es&site=eds-live>
4. Allen M., (1996). *La Importancia para la Salud pública de los indicadores bacterianos que se encuentran en el agua potable.* Reunión sobre la calidad del Agua Potable. CEPIS. OPS. OMS. Lima, Perú.
5. Barrera-Escorcia, G., Fernández-Rendón, C. L., Wong-Chang, I., & Ramírez Romero, P. (2013). *La sensibilidad del grupo Coliforme como indicador de la presencia de enterobacterias patógenas en cuatro cuerpos acuáticos de México.* México. Hidrobiológica, (1), 87.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edssci&AN=edssci.S0188.88972013000100009&lang=es&site=eds-live>
6. Barrera Mota, K., & Jiménez González, A. E. (2016). *Estudio de procesos foto-fenton y fotocatalisis heterogénea con TiO₂ en efluentes procedentes de la industria.*
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cat02029a&AN=tes.TES01000753912&lang=es&site=eds-live>
7. Bott, T. R. (2011). *Industrial biofouling.* Amsterdam: The Netherlands: Elsevier.
8. Blesa, M. A. (2004). *Eliminación de contaminantes por fotocatalisis heterogénea.* Madrid: CIEMAT.
9. Cassano, A. E., & Alfano, O. M. (1960). *Reaction Engineering of Heterogeneous Photocatalytic Reactors.* Zeitschrift Für Physikalische Chemie, 213(1), 17.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edo&AN=ejs25707365&lang=es&site=eds-live>
10. Castrillón, L. E., Palma, R. A., & Padilla Desgarenes, M. C. (2013). *Biopelículas fúngicas.*
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cat02032a&AN=per.PER01000367907&lang=es&site=eds-live>
11. Characklis, W.G. (1990). *Microbial biofouling; Biofilms, WileySeries in Ecological and Applied Microbiology.*
12. Chen Y, Liu K. (2016). *Preparation of granulated N-doped TiO₂/diatomite composite and its applications of visible light degradation and disinfection.* Powder Technology. 2016; 303:176-191.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edselp&AN=S0032591016306222&lang=es&site=eds-live>
13. Chen Y, Wu Q, Zhou C, Jin Q. (2017). *Short communication: Enhanced photocatalytic activity of La and N co-doped TiO₂/diatomite composite.* Powder Technology.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edselp&AN=S003259101730757X&lang=es&site=eds-live>
14. Chen, Y., Wu, Q., Zhou, C., & Jin, Q. (2018). *Original Research Paper: Facile preparation of Ce-doped TiO₂/diatomite granular composite with enhanced photocatalytic activity.* Advanced Powder Technology, 29, 106–116.

- <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edselp&AN=S0921883117304132&lang=es&site=eds-live>
15. Clemens S. Bernhardson. (1975). 375: *Type I Error Rates When Multiple Comparison Procedures Follow a Significant F Test of ANOVA*. *Biometrics*, (1), 229.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edsjsr&AN=edsjsr.10.2307.2529724&lang=es&site=eds-live>
 16. CONAGUA, (2015): *Atlas del Agua en México*. CONAGUA. Documento disponible en:
<http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Publicaciones/Publicaciones/ATLAS2015.pdf>
 17. CONAGUA. (2016). *NUMERAGUA*. Numeragua, 98.
 18. Crimi, M. L., & Taylor, J. (2007). *Experimental Evaluation of Catalyzed Hydrogen Peroxide and Sodium Persulfate for Destruction of BTEX Contaminants*. *Soil & Sediment Contamination*, 16(1), 29-45.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=a9h&AN=23487215&lang=es&site=eds-live>
 19. Diario Oficial de la Federación (2015) NMX-AA-042-SCFI-2015 Análisis de agua - Enumeración de organismos coliformes totales, organismos coliformes fecales (termotolerantes) y Escherichia coli-Método del número más probable en tubos múltiples.
 20. Diario Oficial de la Federación (1994a) NOM-112-SSA1-1994 (Norma Oficial Mexicana), *Bienes y servicios. Determinación de bacterias coliformes. Técnica del número más probable*.
 21. Diario Oficial de la Federación (1994b) NOM-127-SSA1-1994 (Norma Oficial Mexicana). *Salud ambiental, agua para uso y consumo humano - Límites permisibles de calidad y tratamientos a que debe someterse el agua para su potabilización*. 2000.
 22. Filloux, A. & Vallet, I. (2003). *Biofilm: set-up and organization of a bacterial community*. *Medical Science*, Vol.19, pp. 77-83. De
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cmedm&AN=12836195&lang=es&site=eds-live>
 23. Flemming, H.C. (1991) "*Biofouling in water treatment*". *Biofouling and Corrosion in Industrial Systems*. Ed. Springer-Verlag.
 24. Flemming, H.C.; Griebe, T. & Shaule, G. (1996) "*Antifouling strategies in technical systems - a short review*". *Water Science Technology*, vol. 34, N° 5-6.
 25. Friedmann, D., Mendive, C., & Bahnemann, D. (2010). TiO₂ for water treatment: Parameters affecting the kinetics and mechanisms of photocatalysis. *Applied Catalysis B, Environmental*, 99, 398–406.
 26. Glaze, W.H. (1986). Reaction Products of Ozone: A Review. *Environmental Health Perspectives*, 151.
 27. González-Villarreal, F.J., Rodríguez Briceño, E., Padilla Ascencio, E., Lartigue Baca, C. (2015). *Percepción del servicio y cultura del agua en México*. *H₂O: Gestión del Agua*, 7, 20-25.
 28. Hernández, J. F. (1991). *Tratamiento interno del agua para la generación de energía eléctrica en una planta termoeléctrica*. México: UNAM.
 29. Herrmann, J.M. (2005) *Dstrucción de contaminantes orgánicos por Fotocatálisis Heterogénea*. Tecnologías solares para la desinfección y descontaminación del agua. *Solar Safe Water*, 153-170.
 30. Herrmann, J. (2011). *Titania-based true heterogeneous photocatalysis*. *Environmental Science & Pollution Research*, vol. 19, pp.3655-3665.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cmedm&AN=23054728&lang=es&site=eds-live>
 31. Hwangbo, M., Claycomb, E. C., Liu, Y., Alivio, T. E. G., Banerjee, S., & Chu, K.-H. (2019). *Effectiveness of zinc oxide-assisted photocatalysis for concerned constituents in*

- reclaimed wastewater: 1,4-Dioxane, trihalomethanes, antibiotics, antibiotic resistant bacteria (ARB), and antibiotic resistance genes (ARGs).* Science of the Total Environment, 649, 1189–1197.
32. Ibararán, M. E. & Mendoza, A., Manzanilla, E. J. (2017). *Determinantes socioeconómicos de la calidad del agua superficial en México.* diciembre 27, 2017, de SCiELO http://www.scielo.org.mx/pbidi.unam.mx:8080/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1870-39252017000200089&lng=en&tlng=en#
 33. INEGI. (2010). *Agua potable y alcantarillado.* Diciembre 20, 2017, de INEGI Sitio web: <http://cuentame.inegi.org.mx/territorio/agua/dispon.aspx?tema=T>
 34. Instituto Mexicano de la Competitividad (2014). *Guía para la creación de organismos metropolitanos de agua potable y saneamiento en México.* Recuperado de <http://imco.org.mx/wp-content/uploads/2014/03/AguaPotable.pdf>.
 35. Jiménez, B. E. (2007). *Información y calidad de agua en México.* Trayectorias IX (24): 45-56.
 36. Kemmer, F. N. (1988). *The Nalco water hand book.* New York: McGraw-Hill Book Co.
 37. Lee, M., Shahbaz, H. M., Kim, J. U., Lee, H., Lee, D.-U., & Park, J. (2018). Efficacy of UV-TiO₂ photocatalysis technology for inactivation of Escherichia coli K12 on the surface of blueberries and a model agar matrix and the influence of surface characteristics. *Food Microbiology*, 76, 526–532. <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cmedm&AN=30166184&lang=es&site=eds-live>
 38. Liqiang, J., Yichun, Q., Baiqi, W., Shudan, L., Baojiang, J., Libin, Y., Jiazhong, S. (2006). *Review of photoluminescence performance of nano-sized semiconductor materials and its relationships with photocatalytic activity.* Solar Energy Materials and Solar Cells, 90, 1773–1787. <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edselp&AN=S0927024805003570&lang=es&site=eds-live>
 39. Lonnen, J., Kilvington, S., Kehoe, S. C., Al-Touati, F. & McGuigan, K. G., *Solar and photocatalytic disinfection of protozoan, fungal and bacterial microbes in drinking water,* Water Research, vol. 39, no. 5, pp. 877–883, 2005. De: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043135404005640>
 40. Madigan, M. T., Martinko, J. M., Bender, K. S., Buckley, D. H., Stahl, D. A., Guerrero, R., Barrachina, C. (2015). *Brock Biología de los microorganismos.* Madrid, España: Pearson Education, 2015. <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cat02025a&AN=lib.MX001001976270&lang=es&site=eds-live>
 41. Malato, S., Blanco, J., Vidal, A., Alarcón, D., Maldonado, M. I., Cáceres, J., & Gernjak, W. (2003). *Applied studies in solar photocatalytic detoxification: an overview.* Solar Energy, 75, 329–336. <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edselp&AN=S0038092X03002809&lang=es&site=eds-live>
 42. Malato, S., Fernández-Ibáñez, P., Maldonado, M. I., Blanco, J. & Gernjak, W. (2009). *Decontamination and disinfection of water by solar photocatalysis: Recent overview and trends.* Catalysis Today, www.elsevier.com/locate/cattod.
 43. Marchand, E. O. (2002). *Microorganismos indicadores de la calidad del agua de consumo humano en Lima Metropolitana.* <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edsndl&AN=edsndl.oai.union.ndltd.org.Cybertesis.oai.cybertesis.unmsm.edu.pe.cybertesis.809&lang=es&site=eds-live>
 44. Marin, G. B., & Yablonsky, G. S. (2011). *Kinetics of chemical reactions: decoding complexity.* Weinheim: Wiley-VCH, c2011.

45. Martínez, L. I. (2018). *Síntesis y caracterización de fotocatalizadores de TiO₂ para eliminar un contaminante ECP con energía solar*. Tesis de Licenciatura. Universidad Veracruzana.
46. Mørretrø, T., & Langsrud, S. (2017). *Residential Bacteria on Surfaces in the Food Industry and Their Implications for Food Safety and Quality*. *Comprehensive Reviews in Food Science & Food Safety*, 16(5), 1022–1041.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=fsr&AN=124992364&lang=es&site=eds-live>
47. Muñoz, J. F., & Mauricio Ramos. (2014). *Reactores Discontinuos Secuenciales: Una Tecnología Versátil en El Tratamiento De Aguas Residuales*. *Ciencia e Ingeniería Neogranadina*, Vol 24, Iss 1, PP. 49-66 (2014), (1), 49.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edsdoj&AN=edsdoj.4be931049054e949ce8bac830dfa991&lang=es&site=eds-live>
48. Nan, C. M.; Jin, B.; Chow, W.K. & Saint, C. (2010). *Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review*. *Water Research*, vol. 40, pp2997-3027.
[https://www.sciencedirect-com.pbidi.unam.mx:2443/science/article/pii/S0043135410001739?_rdoc=1&_fmt=high&_origin=gateway&_docanchor=&md5=b8429449ccfc9c30159a5f9aeaa92ffb&ccp=y](https://www.sciencedirect.com/pbidi.unam.mx:2443/science/article/pii/S0043135410001739?_rdoc=1&_fmt=high&_origin=gateway&_docanchor=&md5=b8429449ccfc9c30159a5f9aeaa92ffb&ccp=y)
49. Niera, M. A. (2006). *Dureza en Aguas de Consumo Humano y uso Industrial, Impactos y medidas de Mitigación. Estudio de caso: Chile*. Tesis de Licenciatura. Universidad de Chile. Disponible en: http://www.tesis.uchile.cl/tesis/uchile/2006/neira_m/html/index-frames.html
50. Ochoa, Y., Ortegón, Y., & Rodríguez, J. E. (2010). Síntesis de TiO₂, fase anatasa, por el método sol-gel: estudio del efecto de la presencia de AcacH en el sistema. *Revista Facultad de Ingeniería*, Iss 52, PP. 29-40 (2010), (52), 29.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edsdoj&AN=edsdoj.0fea4b2871b9498d9548747c2d6583f7&lang=es&site=eds-live>
51. Olvera Barrón, M. G., & Velázquez Madrazo, O. C. (2016). Evaluación del efecto de diferentes diluyentes para la recuperación de microorganismos indicadores en alimentos (mesófilos aerobios y coliformes totales) empleando placas petrifilm 3m. Tesis de Licenciatura. Universidad Autónoma de México. Disponible en: <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cat02029a&AN=tes.TES01000743921&lang=es&site=eds-live>
52. ONU. (2016). *Decenio internacional para la acción Agua Fuente de Vida - Calidad de agua*. de www.un.org/spanish/waterforlifedecade/quality.shtml
53. Pareek, V., Chong, S., Tidé, M., Adesina, A.A., 2008. Light intensity distribution heterogeneous photocatalytic reactors. *Asia-Pacific J. Chem. Eng.* 3, 171-201.
54. Powell, S.T. (1966). *Acondicionamiento de aguas para la industria*. México: Limusa-Wiley.
55. Salgado A.E. (1987). *Tratamiento de agua para su uso Industrial; en qué consiste y factores básicos para su selección*. México: UNAM.
56. Sarro, M. I., Alemán, O., Moreno, D. A., Roso, M. & Ranninger, C. (2004). Influencia de la composición química, del tratamiento térmico y del acabado superficial en el bioensuciamiento de aceros inoxidables auténticos. *Revista de Metalurgia*, vol. 40, pp. 21-29. De <https://doaj.org/article/faabb54524a84d9eac5e93f6e00931ec>
57. Sichel, C., Fernández, P., Blanco, J., & Lorenz, K. (2005). *Drinking water treatment in solar reactors with immobilized photocatalysts*. Madrid: Ciemat, 2005.
58. Stuart W. Krasner, Michael J. McGuire, Joseph G. Jacangelo, Nancy L. Patania, Kevin M. Reagan, & E. Marco Aieta. (1989). The Occurrence of Disinfection By-products in US Drinking Water. *Journal (American Water Works Association)*, (8), 41.
59. Spiegel, M. R., Stephens, L. J., & Hano Roa, M. del C. E. (2009). *Estadística*. México: McGraw-Hill Interamericana, c2009.

- <http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cat02025a&AN=lib.MX001001276486&lang=es&site=eds-live>
60. Tao, J., Yang, M., Chai, J. W., Pan, J. S., Feng, Y. P., & Wang, S. J. (2014). Atomic N Modified Rutile TiO₂(110) Surface Layer with Significant Visible Light Photoactivity. *The Journal of Physical Chemistry - Part C*, 118(2), 994.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edo&AN=ejs31748263&lang=es&site=eds-live>
 61. Tazón, F. (2017). *Impurezas críticas en agua farmacéutica*. [online] Fernandotazon.com.es. Available at: <https://www.fernandotazon.com.es/2017/02/26/impurezas-criticas-en-agua-farmaceutica/>
 62. Trejo, V. M. (2017). *Eliminación de atrazina acuosa mediante fotocatalisis heterogénea solar*. Tesis de Licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
 63. Triola, M. F., Pineda Ayala, L. E., & Triola, M. F. (2013). *Estadística*. Naucalpan de Juárez, Estado de México: Pearson, [2013].
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=cat02025a&AN=lib.MX001001976387&lang=es&site=eds-live>
 64. Wilderer, P. A., Irvine R. L., & Goronszy, M. C. (2001). *Sequencing Batch Reactor Technology*. Londres: IWA Publishing.
 65. Zhang, J., Zhou, P., Liu, J., & Yu, J. (2014). New understanding of the difference of photocatalytic activity among anatase, rutile and brookite TiO₂. *Physical Chemistry Chemical Physics (PCCP)*, 16(38), 20382.
<http://pbidi.unam.mx:8080/login?url=http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=edb&AN=100476785&lang=es&site=eds-live>

Anexos

Anexo A. Calculo de dióxido de titanio dopado soportado en el soporte de diatomita.

- Peso contante de cápsula vacía:
 - 21.449 g.
- Peso de diatomita con capa de dióxido de cilicio:
 - 2g.
- Peso cápsula tras segunda capa de N-TiO₂
 - 23.622g

$$C_f - (C_i + Di_{SiO_2}) = m_{N-TiO_2}$$

Dónde:

C_f , es el peso de la cápsula al final de la síntesis de las dos capas de N-TiO₂.

C_i , es el peso de la cápsula vacía.

Di_{SiO_2} , es la masa de diatomita recubierta con una capa de dióxido de cilicio.

m_{N-TiO_2} , es la masa del catalizador, dióxido de titanio, dopado obtenida al final de la sintonización.

Por tanto, al sustituir los valores:

$$m_{N-TiO_2} = 0.173 g_{N-TiO_2}$$

Utilizando lo anterior:

$$g_{N-TiO_2} \text{ soportados} = \frac{m_{N-TiO_2}}{m_{N-TiO_2} + Di_{SiO_2}}$$

Ya que esto nos permite saber la cantidad aproximada de N-TiO₂ que hay por gramo de catalizador.

Por tanto:

$$g_{N-TiO_2} \text{ soportados} = 0.0796 g_{N-TiO_2} / g_{diatomita}$$

Anexo B. Métodos convencionales de conteo de coliformes totales

La determinación de coliformes totales se basa en la capacidad de estos de fermentar la glucosa y lactosa. Se puede utilizar el método de número más probable (NMP). Este método infiere matemáticamente el recuento de viables a partir de la fracción de cultivos en tubos que no muestran crecimiento.

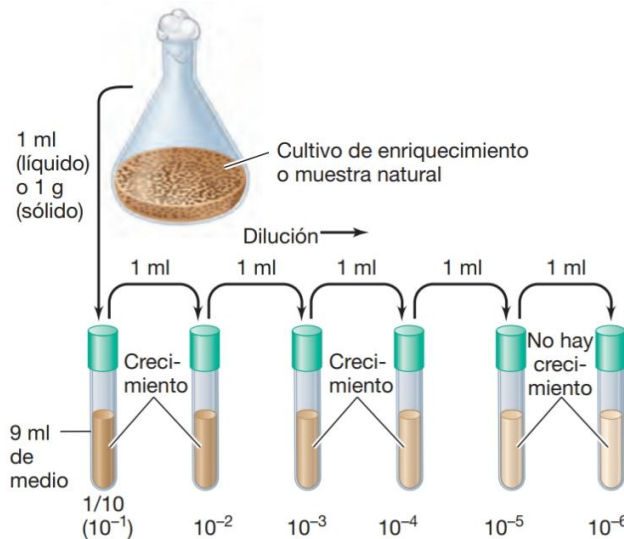


Figura 21. Diluciones en el método del número más probable (Madigan *et al.*, 2015).

La técnica del número más probable, también llamada técnica de dilución en tubo consiste en realizar varias diluciones de la muestra, inocular varias réplicas de estas en tubos conteniendo un medio de cultivo apropiado, registrar el número de tubos con crecimiento en cada dilución (NOM-112-SSA1-1994). El método se fundamenta en probabilidad de encontrar microorganismos visibles en las diluciones seriadas de la muestra analizada. La dilución continua del producto conlleva a la disminución seriada de los microorganismos presentes por lo que la probabilidad de que las diluciones más altas presenten crecimiento de microorganismos se reducen hasta que no se detecta presencia de microorganismos, el método tiene su fundamento en que la muestra está preparada de modo que las bacterias se encuentran distribuidas aleatoriamente en ella, las bacterias no se encuentran en grupos ni se repelen entre ellas y el medio de cultivo junto con las condiciones se han elegido de forma que todo inóculo que contenga una sola célula viable producirá crecimiento visible (Madigan *et al.*, 2015). Es un método estadísticamente ineficiente, por lo que es necesario sembrar varios tubos con cada dilución. Sin embargo, resulta útil para el recuento de microorganismos en suspensiones con baja concentración o que producen algún producto detectable en el medio, que permita diferenciarlo de otros microorganismos presentes en la muestra (Manual De Microbiología Aplicada, 2013).

Se entiende por UFC (unidades formadoras de colonias) a la unidad de medida empleada en la cuantificación de microorganismos. El propósito del conteo de colonias radica en que una célula viable puede dar lugar a una colonia a través de la reproducción. Otro método para detectar coliformes totales es mediante el conteo en placa utilizando Agar Bilis Rojo Violeta (ABRV). El método permite determinar el número de microorganismos coliformes, los microorganismos se desarrollan en un periodo de 24 horas a 25°C, al producir gas y ácidos orgánicos, el color del indicador de pH vira y las sales biliares precipitan (NOM-113-SSA1-1994).

Anexo C. Conteo de microorganismos mediante Placas Petrifilm™

Las Placas Petrifilm® son uno de los métodos de conteo rápidos disponibles comercialmente. Estos métodos rápidos ofrecen la posibilidad de eliminar algunos de los pasos de un análisis convencional, otorgando facilidad, uniformidad en los procesos y resultados rápidos confiables y seguros. Las Placas Petrifilm proporcionan resultados de manera rápida, son adecuados para el análisis de rutina, son precisos y exactos, son técnicamente viables e internacionalmente aceptados (Olvera, 2016).

Las Placas Petrifilm para el recuento de coliformes (Coliform Count, CC) cuentan con un diseño que consiste en una película plástica que contiene nutrientes de Bilis RojoVioleta, (VRB), un agente gelificante soluble en agua fría, y el indicador tetrazolium, que facilita el recuento de las colonias (3M, 2005). Los coliformes crecen como colonias de bastoncillos Gram-negativos que producen ácido y gas durante la fermentación metabólica de la lactosa. Las colonias de coliformes que crecen en la Placa Petrifilm CC producen un ácido que causa el oscurecimiento del gel por el indicador de pH. El gas atrapado alrededor de las colonias rojas de coliformes confirma su presencia.

La ISO define los coliformes por su capacidad de crecer en medios específicos y selectivos. El método ISO 4832, que enumera los coliformes por la técnica del recuento de colonias, define los coliformes por el tamaño de las colonias y la producción de ácido en el Agar VRB con lactosa (VRBL). En las placas Petrifilm CC, estos coliformes productores de ácido se muestran como colonias rojas con o sin gas. El método ISO 4831, que enumera los coliformes por el método del Número Más Probable (NMP), define los coliformes por su capacidad de crecer y producir gas a partir de la lactosa en un caldo selectivo. En las placas Petrifilm CC, estos coliformes se muestran como colonias rojas asociadas a gas.

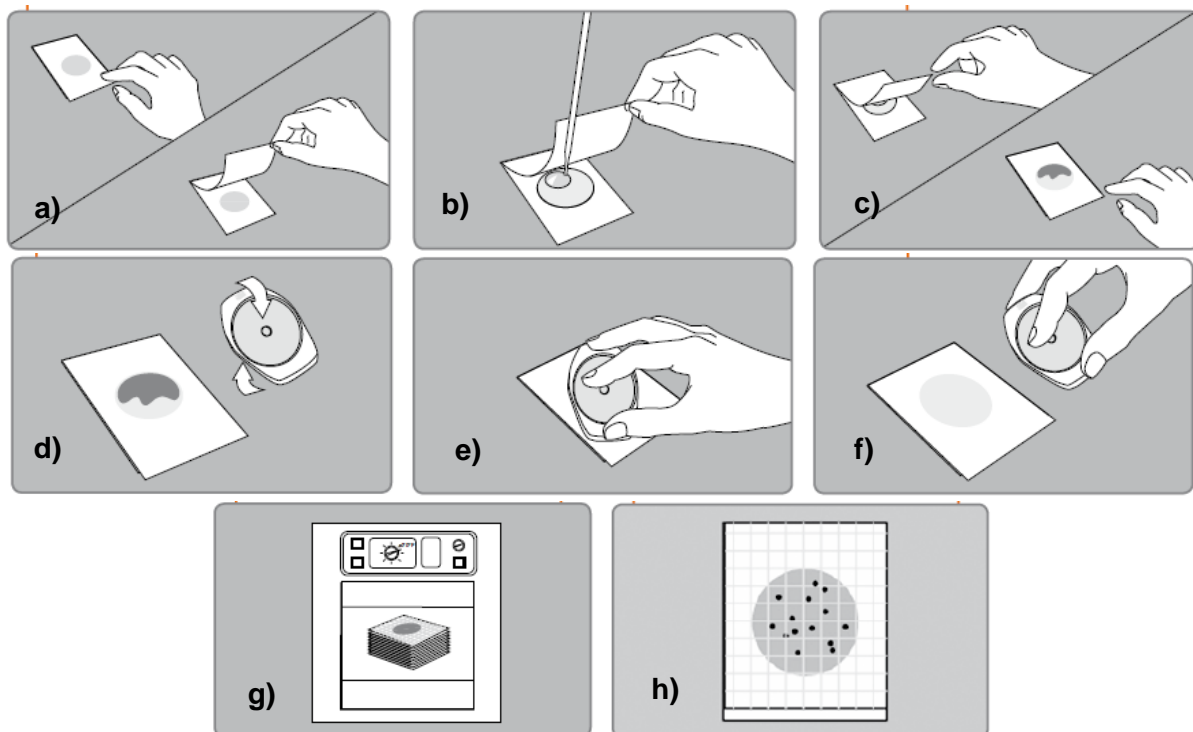


Figura 22. Pasos de siembra, incubación e interpretación de Placas Petrifilm™ (3M, 2006).

La Figura 22 indica la forma en la que se realiza la inoculación de las placas Petrifilm (3M, 2006):

- a) Se coloca la placa petrifilm en una superficie plana y nivelada y se levanta la película superior;
- b) Con la pipeta volumétrica se coloca 1 mL de la muestra en el centro de la película inferior;
- c) Con cuidado, evitando la formación de burbujas, la película superior es bajada (sin dejar caer);
- d) Con el lado liso del dispersor mirando hacia abajo, se coloca el dispersor sobre la superficie del inóculo;
- e) El dispersor es presionado suavemente para distribuir el inóculo sobre el área circular, evitando girar y/o mover antes de que solidifique el gel;
- f) El dispersor es retirado del petrifilm;
- g) Las placas son colocadas dentro de la incubadora con la cara arriba en grupos no mayores a 20 piezas;
- h) Las placas pueden ser contadas en un contador estándar u otro tipo de lupa con luz.

Eliminación de residuos:

Después de su utilización, al igual que cualquier otro sistema de control microbiológico, las placas Petrifilm, pueden contener bacterias viables que pueden ser un riesgo biológico potencial. Introducir las placas en una bolsa de plástico para su inactivación en autoclave.