



**UNIVERSIDAD TÉCNICA DE AMBATO**

**FACULTAD DE CIENCIA E INGENIERÍA EN ALIMENTOS Y  
BIOTECNOLOGÍA**

**CARRERA DE BIOQUÍMICA**

---

**Tema:** Determinación de la degradación del agua residual de los laboratorios ambientales de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología tratada mediante fotocátalisis ( $\text{TiO}_2/\text{UV}$ )

---

Trabajo de Titulación, Opción Proyecto de Investigación, previo a la obtención de título de Ingeniera Bioquímica, otorgado por la Universidad Técnica de Ambato, a través de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología.

**Autora:** Dámaris Alexandra Guamán Chamba

**Tutor:** Dr.-Ing. Rodny David Peñafiel Ayala

**Ambato - Ecuador**

**Febrero - 2024**

## **APROBACIÓN DEL TUTOR**

Dr-Ing. Rodny David Peñafiel Ayala

### **CERTIFICA:**

Que el presente Informe Final del Trabajo de Titulación ha sido prolijamente revisado. Por lo tanto, autorizo la presentación de este Informe Final del Trabajo de Titulación, opción de Proyecto de Investigación, el mismo que responde a las normas establecidas en el Reglamento de Titulación y Grados de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología.

Ambato, 19 de Diciembre del 2023

Dr-Ing. Rodny David Peñafiel Ayala

**C.I. 1712283520**

**TUTOR**

## **AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN**

Yo, Dámaris Alexandra Guamán Chamba, manifiesto que los resultados obtenidos en el presente Informe Final del Trabajo de Titulación, opción Proyecto de Investigación, previo a la obtención del título de Ingeniera Bioquímica, son absolutamente originales, auténticos y personales, a excepción de las citas bibliográficas.



Dámaris Alexandra Guamán Chamba

**C.I. 1805142104**

**AUTORA**

## **DERECHOS DE AUTOR**

Autorizo a la Universidad Técnica de Ambato, para que haga de este Informe Final del Trabajo de Titulación o parte de él, un documento disponible para su lectura, consulta y procesos de investigación, según las normas de la Institución.

Cedo los Derechos en línea patrimoniales de mi Informe Final del Trabajo de Titulación, con fines de difusión pública, además apruebo la reproducción de este, dentro de las regulaciones de la Universidad, siempre y cuando esta reproducción no suponga una ganancia económica y se realice respetando mis derechos de autor.



Dámaris Alexandra Guamán Chamba

C.I. 1805142104

**AUTOR**

## **APROBACIÓN DEL TRIBUNAL DE GRADO**

Los suscritos Docentes calificadores, aprueban el presente Informe Final del Trabajo de Titulación, opción Proyecto de Investigación, el mismo que ha sido elaborado de conformidad con las disposiciones emitidas por la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología de la Universidad Técnica de Ambato.

Para constancia firman:

---

**Presidente del Tribunal**

---

**Dr. Santiago Casado Rojo**

**1802706596**

---

**Dra. Mirari Yosune Arancibia Soria**

**1802142461**

Ambato, 06 de febrero de 2024

## **DEDICATORIA**

*“Hasta aquí nos ayudó Jehová”*

*~1 Samuel 7:12*

**SOLI DEO GLORIA**

## AGRADECIMIENTO

*Agradezco muy profundamente a mi familia, en especial a mi mami, por estar siempre a mi lado, ser mi apoyo y mi bendición, doy gracias a Dios por su vida.*

*A mis hermanos Wilson, Héctor e Isaías por el amor que me brindan y su apoyo en todo este trayecto.*

*A mi tutor, Dr.-Ing. Rodny Peñafiel, por el tiempo que dedico para enseñarme y por su paciencia, que es una de sus virtudes que lo caracteriza, gracias por siempre aclarar mis dudas.*

## ÍNDICE GENERAL DE CONTENIDOS

APROBACIÓN DEL TUTOR.....	ii
AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN .....	iii
DERECHOS DE AUTOR.....	iv
APROBACIÓN DEL TRIBUNAL DE GRADO .....	v
DEDICATORIA .....	vi
AGRADECIMIENTO.....	vii
RESUMEN EJECUTIVO .....	xii
ABSTRACT.....	xiii
CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO.....	1
1.1. Antecedentes investigativos .....	1
1.1.1. Introducción .....	1
1.1.2. Fotocatálisis como tratamiento de aguas residual .....	2
1.1.3. Proceso de oxidación fotocatalítica.....	3
1.1.4. Dióxido de titanio como fotocatalizador.....	5
1.1.5. Fotocatálisis con radiación UV .....	5
1.1.6. Influencia del pH en el proceso de fotocatálisis.....	8
1.1.7. Efecto de la adición de peróxido de hidrógeno (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ).....	9
1.1.8. Limitaciones e interferencias .....	9
1.2. Objetivos.....	10
1.2.1. Objetivo General .....	10
1.2.2. Objetivos Específicos.....	10
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA.....	11
2.1. Materiales .....	11
2.1.1. Materiales de laboratorio.....	11
2.2. Métodos.....	13
2.2.1. Diseño y construcción del reactor .....	13
2.2.2. Toma y conservación de la muestra .....	14
2.2.3. Métodos analíticos para caracterización de agua residual .....	14
2.2.3.1. Medición de pH y conductividad.....	15
2.2.3.2. Determinación de turbidez.....	15



2.2.3.3.	Determinación de sólidos suspendidos totales (SST) y sólidos disueltos totales (SDT).....	16
2.2.3.4.	Determinación de sólidos totales (ST).....	17
2.2.3.5.	Determinación por fotometría.....	17
2.2.3.6.	Determinación de DQO .....	20
2.2.3.7.	Demanda Bioquímica de Oxígeno.....	21
2.2.3.8.	Determinación de metales pesados.....	22
2.2.4.	Pretratamiento del efluente .....	22
2.2.5.	Método TCLP.....	23
2.2.6.	Variación de parámetros en el proceso de fotocatalisis .....	24
2.2.6.1.	Variación de la concentración.....	24
2.2.6.2.	Variación de pH.....	24
2.2.6.3.	Concentración de Peróxido de hidrógeno (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ).....	24
2.2.6.4.	Análisis del tiempo de reacción .....	25
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....		26
3.1.	Análisis y discusión de resultados.....	26
3.1.1.	Diseño y construcción del reactor fotocatalítico en suspensión.....	26
3.1.2.	Caracterización inicial del efluente.....	28
3.2.	Tratamiento por fotocatalisis.....	31
3.2.2.1.	Demanda Química de Oxígeno sin peróxido de hidrógeno (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) .....	31
3.2.2.2.	Análisis de regresión lineal.....	34
3.2.2.3.	Diseño factorial 3k.....	35
3.2.2.4.	Demanda Química de oxígeno con peróxido de hidrógeno (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) .....	36
3.2.2.5.	Análisis TCLP.....	39
3.2.2.6.	Caracterización final del efluente .....	41
3.2.2.7.	Análisis DBO <sub>5</sub> .....	43
3.2.	Verificación de la hipótesis .....	44
CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....		45
4.1.	Conclusiones .....	45
4.2.	Recomendaciones.....	46
	Bibliografía .....	47
ANEXOS.....		59

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Materiales de laboratorio empleados en el desarrollo del proyecto de titulación.....	11
<b>Tabla 2.</b> Reactivos utilizados en el desarrollo del proyecto de titulación .....	11
<b>Tabla 3.</b> Equipos utilizados en el desarrollo del trabajo de titulación.....	12
<b>Tabla 4.</b> Métodos estandarizados utilizados en la caracterización fisicoquímica ....	14
<b>Tabla 5.</b> Factor y volumen de muestra correspondiente con la medición de DQO..	21
<b>Tabla 6.</b> Especificaciones de metales pesados por GFAAS.....	22
<b>Tabla 7.</b> Tratamientos para la neutralización de lodos.....	23
<b>Tabla 8.</b> Diluciones aplicadas a la muestra. ....	24
<b>Tabla 9.</b> Caracterización fisicoquímica inicial y pretratamiento.....	28
<b>Tabla 10.</b> Análisis fotocatalítico a pH 4, 5.6 y 8.....	32
<b>Tabla 11.</b> Ecuación de la recta del análisis de pH.....	34
<b>Tabla 12.</b> Fotocatálisis a pH 5,6 con diferentes dosificaciones de peróxido de hidrógeno.....	37
<b>Tabla 13.</b> Regresión lineal el efecto de la adición de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	38
<b>Tabla 14.</b> Caracterización TCLP de lodos neutralizados aplicando tres tratamientos. ....	39
<b>Tabla 15.</b> Caracterización final del efluente tratado con fotocatalisis. ....	41
<b>Tabla 16.</b> Resultados de DBO <sub>5</sub> y la relación DBO <sub>5</sub> /DQO .....	43
<b>Tabla 17.</b> Remoción de la turbidez aplicando diferentes concentraciones de sulfato de aluminio (Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ) .....	61
<b>Tabla 18.</b> Eficiencia de eliminación de DQO en la dilución 1/20 a pH 5,6.....	65
<b>Tabla 19.</b> Eficiencia de eliminación a pH 4 en la dilución 1/40 con 70 mg/L de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> .....	66

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b>	Diagrama del mecanismo general del proceso de oxidación fotocatalítica	4
<b>Figura 2.</b>	Fotocatálisis con $\text{TiO}_2$ irradiado con luz UV	8
<b>Figura 3.</b>	Diseño de la estructura de la cámara de luz UV fijada	13
<b>Figura 4.</b>	Diseño del prototipo de la cámara de luz UV	26
<b>Figura 5.</b>	Luz UV fijada a la estructura de madera	27
<b>Figura 6.</b>	Efectos principales en el diseño	35
<b>Figura 7.</b>	Interacción entre factores	38
<b>Figura 8.</b>	Vistas frontal y lateral del diseño de la cámara de luz UV	59
<b>Figura 9.</b>	Remoción de la turbidez con $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	61
<b>Figura 10.</b>	Pretratamiento aplicado al efluente	62
<b>Figura 11.</b>	Análisis de regresión lineal a pH 4	62
<b>Figura 12.</b>	Análisis de regresión lineal a pH 5,6	63
<b>Figura 13.</b>	Análisis de regresión lineal a pH 8	63
<b>Figura 14.</b>	Análisis de regresión lineal añadiendo $\text{H}_2\text{O}_2$	64
<b>Figura 15.</b>	Interacción de factores	64
<b>Figura 16.</b>	Efectos principales al añadir $\text{H}_2\text{O}_2$	65
<b>Figura 17.</b>	Coagulación - floculación de la muestra	66
<b>Figura 18.</b>	Precipitación del dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ )	67
<b>Figura 19.</b>	Lodos neutralizados para análisis TCLP	67
<b>Figura 20.</b>	Curva de calibración DQO	68
<b>Figura 21.</b>	Límite establecido por TULSMA, Tabla 9 para TCLP	69
<b>Figura 22.</b>	Límite establecido por TULSMA, Tabla 10 para TCLP	71

## RESUMEN EJECUTIVO

Las aguas residuales generadas por los laboratorios de análisis ambiental de instituciones educativas pueden presentar compuestos contaminantes que son necesarios tratar. En este proyecto se investigó el proceso de oxidación avanzada utilizando dióxido de titanio en suspensión irradiado con luz UVC, para degradar contaminantes orgánicos presentes en aguas residuales de las determinaciones químicas del laboratorio de análisis ambiental de la Facultad de Ciencias e Ingeniería en Alimentos de la Universidad Técnica de Ambato.

Se estudio la variación del valor de pH de la solución, concentración de peróxido de hidrógeno, tiempo de reacción y nivel de contaminación de la muestra. La efectividad del tratamiento se evaluó mediante eficiencia de eliminación de DQO. El mejor tratamiento presentó un porcentaje de eliminación de DQO del 50 por ciento a un pH de 5,6, a una concentración de 70 miligramos por litro de peróxido de hidrógeno y 120 minutos de exposición, en la muestra pretratada por neutralización y diluida a una concentración de carga orgánica de 300 mg de DQO por litro.

Se observó una elevada remoción de otros contaminantes, como el hierro, zinc, manganeso y metales pesados; adicionalmente se logró una elevada remoción de sulfatos, fosfatos y nitratos. La relación  $DBO_5$  a DQO del efluente pretratado por neutralización fue de 0,40, mientras que esta relación fue de 0,11 para el agua residual tratada por fotocatalisis, lo que indica que después del tratamiento fotocatalítico se generan subproductos de oxidación menos biodegradables que los componentes orgánicos del efluente pretratado.

**Palabras clave:** gestión ambiental, calidad del agua, fotocatalisis, oxidación avanzada, radicales hidroxilo.

## ABSTRACT

The wastewater generated by the environmental analysis laboratories of educational institutions may present contaminating compounds that need to be treated. In this project, the advanced oxidation process was investigated using titanium dioxide in suspension irradiated with UVC light, to degrade organic contaminants present in wastewater from chemical determinations of the environmental analysis laboratory of the Faculty of Food Sciences and Engineering of the Technical University of Ambato.

The variation of the pH of the solution, hydrogen peroxide concentration, reaction time and level of contamination of the sample was studied. The effectiveness of the treatment was evaluated by COD removal efficiency. The best treatment presented a COD elimination percentage of 50,33 percent at a pH of 5,6, at a concentration of 70 milligrams per liter of hydrogen peroxide and 120 minutes of exposure, in the sample pretreated by neutralization and diluted to an organic loading concentration of 300 mg COD per liter.

A high removal of other contaminants was observed, such as iron, zinc, manganese and heavy metals; Additionally, a high removal of sulfates, phosphates and nitrates was achieved. The BOD<sub>5</sub> to COD ratio of the effluent pretreated by neutralization was 0,40, while this ratio was 0,11 for the wastewater treated by photocatalysis, which indicates that after the photocatalytic treatment, oxidation byproducts that are less biodegradable than the organic components of the pretreated effluent.

**Keywords:** environmental management, water quality, photocatalysis, advanced oxidation, hydroxyl radicals.

## **CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO**

### **1.1. Antecedentes investigativos**

#### **1.1.1. Introducción**

Aproximadamente, entre el 70% y el 80% de las aguas residuales en el mundo se vierten en los lagos y ríos, sin ningún tipo de tratamiento, lo que repercute negativamente en el medio ambiente y la salud pública (UNESCO, 2017). Con el rápido crecimiento de la industrialización, existe un aumento en la cantidad de contaminantes emergentes que requieren nuevos métodos de tratamiento, que garanticen agua segura, libre de contaminantes (Ahmad et al., 2016).

En los laboratorios de análisis ambiental de docencia e investigación de instituciones educativas, se realizan diferentes análisis fisicoquímicos, utilizando sustancias químicas y operaciones que genera residuos orgánicos e inorgánicos peligrosos, que son necesarios tratar (Mañunga et al., 2010). La mezcla de productos químicos en depósitos de agua pueden producir efectos nocivos, debido a la naturaleza de los contaminantes, que son altamente tóxicos, poco degradables y recalcitrantes; por lo que tienden a acumularse en el medio ambiente (Thambiliyagodage, 2022). Los tratamientos de aguas residuales convencionales, requiere superar varios problemas a la vez, por ejemplo; la decoloración, la presencia de tensoactivos, productos farmacéuticos y metales pesados (Collivignarelli et al., 2020).

Aunque la contaminación del agua declina cada día, existen grandes oportunidades de revertir esta tendencia; adoptando un enfoque integral de la gestión de aguas residuales, implementando esquemas de tratamiento (UNESCO, 2016). La gestión adecuada de las aguas residuales se ha convertido en una estrategia importante en la recuperación de nutrientes o energía, y aporta con el aumento de la producción de alimentos, en especial en los países en desarrollo donde representa el 7% de las aguas de regadío (OMS, 2022).

### 1.1.2. Fotocatálisis como tratamiento de aguas residual

Actualmente, existe una serie de técnicas físicas, químicas y biológicas para el tratamiento de aguas residuales **(Al-Mamun et al., 2019)**. Entre las técnicas químicas, la fotocatálisis heterogénea es considerada como una tecnología alternativa de oxidación avanzada, para el tratamiento químico de aguas residuales, que utiliza luz de baja energía, y semiconductores, generalmente dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ), que actúan como fotocatalizadores y conducen a la degradación de contaminantes orgánicos **(Sacco et al., 2019; Wang et al., 2015)**.

Los procesos de oxidación avanzada tradicionales, normalmente son aplicados cuando los procesos de biodegradación son insuficientes, utilizando combinaciones de ozono, peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) y luz UV, con el fin de generar radicales hidroxilo para la descomposición no selectiva de contaminantes orgánicos **(Bickley et al., 2005; Groele & Foster, 2019)**. La fotocatálisis con semiconductores, posee el potencial para mineralizar una extensa gama de contaminantes orgánicos recalcitrantes, y convertirlas en sustancias inofensivas **(Shan et al., 2010)**.

Las aplicaciones técnicas que van desde, luz UV, luz UV + peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), fotocatálisis asistida por dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) y foto-Fenton, que han demostrado tener eficiencia en la desinfección de patógenos en laboratorios, por lo que se están empleando en la mejora de las plantas de tratamiento de aguas residuales **(Thakur et al., 2021a)**. Además, la fotocatálisis también es sugerida en la producción de energía, generación de hidrógeno y reducción de dióxido de carbono **(Ahmad et al., 2021)**.

El tratamiento por fotocatálisis es muy estudiada para el tratamiento de aguas residuales de industrias textiles y colorantes industriales, debido a su capacidad de reducir el color y la carga orgánica en sistemas acuosos en condiciones ambientales, siendo una tecnología destructiva más emergente **(Konstantinou & Albanis, 2004)**. En la investigación realizada por **Adishkumar et al., 2015**, estudiaron la degradación de aguas residuales fenólicas provenientes de la industria de la pulpa y el papel, con fotocatálisis por radiación solar, obteniendo una reducción significativa de DQO (450-100 mg/L), después de 4 h de irradiación. Incluso, según **Wang et al., 2015** el proceso de fotocatálisis utilizando un semiconductor, como el dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) puede

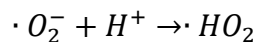
usarse para producir especies reactivas de oxígeno, lo que resulta en un ambiente perjudicial para microorganismos, incluidos protozoos, bacterias y virus.

### 1.1.3. Proceso de oxidación fotocatalítica

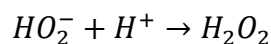
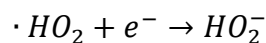
Por lo general, la fotocatalisis es una reacción catalítica que se realiza en condiciones ambientales, bajo la influencia de la luz, UV o visible, y el oxígeno atmosférico como oxidante directo de la reacción (Al-Mamun et al., 2019). La fotocatalisis con semiconductores, se puede dividir en dos medias reacciones: una reacción de reducción provocada por electrones y una reacción de oxidación, producida por huecos en la superficie del catalizador (Guo et al., 2019).

Los semiconductores actúan como sensibilizadores para la reacción de oxido-reducción, inducido por la luz, debido a su estructura electrónica ocupada por la banda de valencia (vB) y la banda de conducción (cB), generando radicales hidroxilo (OH·), que es un potente agente oxidante reactivo (Mohammed et al., 2023). Los radicales hidroxilo poseen un alto poder oxidante de 2,80 V, con la capacidad de descomponer la materia orgánica del agua contaminada en compuestos más pequeños, como CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O y N<sub>2</sub> (Ahmad et al., 2016; Jabri & Feroz, 2015).

Bajo la influencia de luz de energía adecuada, y una mayor energía de la banda prohibida del semiconductor, se produce la excitación del semiconductor, generando la separación de pares electrón-hueco ( $e^-/h^+$ ) en la banda de valencia de la superficie del catalizador; expulsando los electrones ( $e^-$ ) de la banda de valencia (vB) a la banda de conducción (cB), que son atrapados por O<sub>2</sub>, produciendo  $\cdot O_2^-$  y se transformará en  $\cdot HO_2$  (Khan et al., 2021):

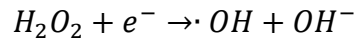


El  $\cdot HO_2$  sufre una reducción a  $HO_2^-$  y produce  $H_2O_2$

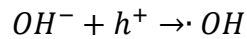
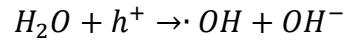




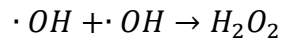
Finalmente, los radicales hidroxilo son producidos por el  $H_2O_2$ :



En la banda de valencia (vB), el hueco fotogenerado  $h^+$  se oxida por las moléculas de agua  $H_2O/OH^-$  de la superficie, para producir radicales libres de hidróxido ( $\cdot OH$ ):



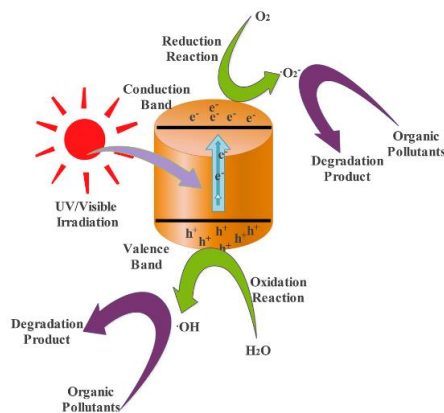
Según el potencial de banda del semiconductor, existe la posibilidad de que se formen otras especies reactivas, como el peróxido y radicales de peróxido:



Todas estas especies reactivas formadas en la reacción; los pares electrón-hueco ( $e^-/h^+$ ), los radicales  $H_2O_2$ ,  $OH^-$ ,  $\cdot OH$  son responsables de la degradación de contaminantes orgánicos (Ahmad et al., 2021; Wang et al., 2015).

### Figura 1.

*Diagrama del mecanismo general del proceso de oxidación fotocatalítica*



Fuente. (Ahmad et al., 2021).

#### **1.1.4. Dióxido de titanio como fotocatalizador**

Un fotocatalizador es una sustancia que, al ser expuesta a la luz, produce una reacción química sin que la sustancia se consuma (**Shan et al., 2010**). El fotocatalizador semiconductor ideal debe tener; estabilidad física y química, ser económico, no tóxico y poseer una excelente fotoactividad (**Banerjee et al., 2015**). Los catalizadores de nanopartículas como, óxidos de plata, dióxidos de titanio, óxido de aluminio y los óxidos de zinc, poseen una alta eficiencia en la eliminación de contaminantes del agua, pues los vuelve más reactivos y fáciles de descomponer (**Khan et al., 2021**).

El dióxido de titanio es uno de los catalizadores más utilizados debido a su alta fotoactividad, bajo costo y estabilidad química y térmica, además de sus propiedades oxidantes en la descomposición de contaminantes y compuestos orgánicos bajo iluminación UV (**Ahmad et al., 2016**). Como fotocatalizador en la remediación de contaminantes ambientales, fue informado por primera vez en 1977, donde se obtuvo una reducción de  $\text{CN}^-$  en agua, abriendo las puertas para posteriores investigaciones, debido a su capacidad de purificar el agua, mediante el uso de energía solar (**Pelaez et al., 2012**).

Está presente en la naturaleza en tres polimorfos: rutilo, anatasa y brookita, dentro de las cuales el rutilo es la forma más estable, mientras que las otras dos son metaestables (**Guo et al., 2019**). Posee una banda prohibida de 3,2 eV para anatasa, 3,0 y  $\sim 3,2$  eV para rutilo y brookita, respectivamente. La anatasa, en comparación con el rutilo, posee una mayor superficie resultando en sitios más activos, y posee una capacidad redox ligeramente mayor, debido al tamaño de su banda prohibida (**Pelaez et al., 2012**).

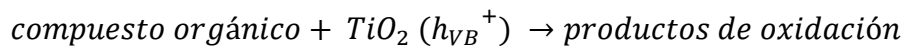
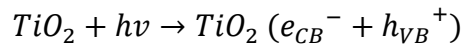
#### **1.1.5. Fotocatálisis con radiación UV**

La fotocatálisis, dentro de los procesos de oxidación avanzada, promovió mayor atención por su producción de especies reactivas no específicas, por la radiación UV (**Collivignarelli et al., 2020**). Dado que la fotocatálisis requiere oxígeno (u oxidantes) disueltos en el agua, un sistema fotocatalítico debe incluir dicho contacto agua/aire (**Al-Mamun et al., 2019**). Incluso, esta tecnología es utilizada contra los microorganismos patógenos relevantes en las prácticas en la desinfección del agua

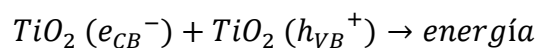
potable debido a que no produce subproductos de oxidación peligrosos (**Hijnen et al., 2006**).

Para un fotocatalizador, sus electrones están en la banda de valencia en condiciones de temperatura ambiente, la iluminación con radiación UV, lo activa formando un entorno redox (**Ahmad et al., 2016**). Se debe considerar la energía de banda prohibida del fotocatalizador, que si es inferior a 3 eV, los fotocatalizadores absorben la irradiación de luz visible, generando electrones y agujeros; sin embargo, si su valor es superior a 3 eV, el fotocatalizador irradiado con luz UV generará pares electrón-hueco (**Ahmad et al., 2021; Wang et al., 2015**).

Dentro del proceso se destacan dos etapas: la adsorción, que se produce en ausencia de luz, y la degradación que ocurre solo si el dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) se expone a la luz (**Khan et al., 2021**). Cuando el semiconductor  $\text{TiO}_2$  es irradiado con luz UV/visible, los fotones de luz UV supera su brecha de banda excitando el electrón  $e_{CB}^-$  que saltará de su banda de valencia a la banda de conducción, produciendo huecos fotogenerados ( $h_{VB}^+$ ) en la banda de valencia (**Al-Mamun et al., 2019**):

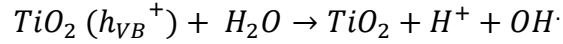
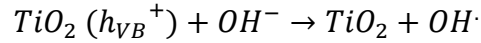


Donde  $e_{CB}^-$  indica la banda de conducción y  $h_{VB}^+$  indica la banda de valencia. El hueco de la banda de valencia  $h_{VB}^+$  es fuertemente oxidante, mientras que el electrón de la banda de conducción  $e_{CB}^-$  es fuertemente reductor (**Shan et al., 2010**). Estos portadores de carga, pueden migrar hacia la superficie del catalizador, para iniciar las reacciones redox con los contaminantes, o también pueden recombinarse disipando energía:

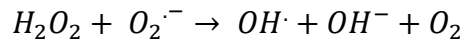
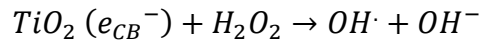
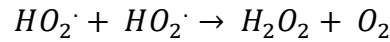
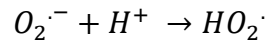
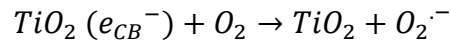


En los huecos fotogenerados se produce una reacción de oxidación del agua absorbida en la superficie o con los radicales  $\text{OH}^-$ , lo que resulta en la generación de un porcentaje

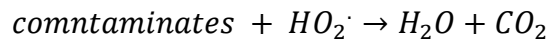
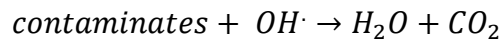
de radicales hidróxido que son los principales responsables de la degradación de los componentes orgánicos, y un ion hidrógeno  $H^+$  (**Ahmad et al., 2016**):



Los electrones de la banda de conducción ( $e_{CB}^-$ ), pueden migrar hacia la superficie del catalizador, donde los electrones fotoexcitados reducen el oxígeno atmosférico  $O_2$  adsorbido en las partículas de  $TiO_2$  y generan iones superóxido ( $O_2^{\cdot-}$ ), o radicales hidroperoxilo ( $HO_2\cdot$ ) (**Khan et al., 2021**):

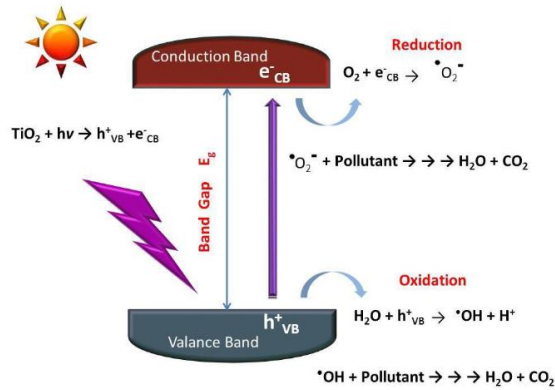


Las especies reactivas de oxígeno producidas, tiene la capacidad de convertir los contaminantes orgánicos de aguas tratadas como ácidos carboxílicos, derivados fenólicos o aromáticos y transformarlos en  $CO_2$ , sales minerales y agua (**Ahmad et al., 2016; Banerjee et al., 2015**):



**Figura 2.**

*Fotocatálisis con TiO<sub>2</sub> irradiado con luz UV*

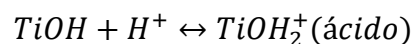


*Nota.* Fuente (Banerjee et al., 2015)

### 1.1.6. Influencia del pH en el proceso de fotocatálisis

El pH tiene una gran influencia en el proceso de fotocatálisis; desde la formación de los radicales hidroxilo, hasta el proceso de degradación de contaminantes, debido a su efecto en la generación de radicales hidroxilo producidos en la superficie del catalizador (Ahmad et al., 2016). La variación del pH en el medio de reacción, cambia la carga superficial del catalizador, y por ende, cambia los potenciales de las reacciones catalíticas, afectando de esta manera la velocidad de reacción (Rauf & Ashraf, 2009).

En un medio ácido, el dióxido de titanio permanecerá cargado positivamente, por tanto, tendrá mayor fuerza de atracción por los contaminantes cargados negativamente en la superficie activa, mientras que, en medio alcalino se cargará negativamente, que favorecerá la adsorción de contaminantes cargados positivamente (Gopinath et al., 2020):



Sin embargo, cuando el medio es irradiado con luz UV, el catalizador posee una alta potencia oxidante cuando el pH es más ácido, pero la velocidad de reacción tiende a disminuir (Reza et al., 2017). Además, se considera que a un pH ácido, los huecos

positivos son las principales especies de oxidación, mientras que a un pH neutro o alcalino, los radicales hidroxilo son las especies que predominan, debido a que son más fáciles de generar, al oxidar iones de hidróxido disponibles en la superficie del catalizador **(Konstantinou & Albanis, 2004)**.

#### **1.1.7. Efecto de la adición de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)**

En un proceso de oxidación como la fotocatalisis, la suma del peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) al medio, agregan un porcentaje adicional de radicales hidroxilo, que pueden reaccionar con el electrón en la banda de conducción ( $e_{CB}^-$ ) y evita su recombinación, o también pueden auto-descomponerse por iluminación **(Thakur et al., 2020)**. Al ser añadido en bajas concentraciones, ayuda en la degradación de compuestos, debido a que genera una mayor cantidad de radicales hidroxilo e inhibe la recombinación de pares electrón-hueco. Por el contrario, cuando se añade una alta concentración, el aceptor de electrones reacciona con los radicales y elimina los huecos fotogenerados, o a su vez puede modificar la superficie del catalizador, disminuyendo la eficiencia del proceso **(Reza et al., 2017)**.

#### **1.1.8. Limitaciones e interferencias**

A pesar de que el proceso de fotocatalisis con semiconductores produce una buena oxidación de los contaminantes orgánicos, existe ciertas limitaciones de su aplicación, entre las cuales; la rápida recombinación del electrón/hueco fotogenerado ( $e^-/h^+$ ) reduce la eficiencia del proceso, constituyendo una de los principales inconvenientes **(Daghrir et al., 2013)**. Existen ciertas estrategias que evitan esta recombinación, que incluyen; deposición de metales nobles, formación de heterouniones, sensibilización con colorantes y síntesis de vacantes de oxígeno, en la superficie del catalizador que es el proceso más recomendado **(Wang et al., 2015)**.

La presencia de diversos iones tanto catiónicos y aniónicos, como el cobre, zinc, cloruros, nitratos y sulfato, tienden a formar enlaces fuertes con el fotocatalizador, retardando el proceso de fotodegradación, siendo un gran obstáculo para el proceso de fotocatalisis **(Ahmad et al., 2021)**.

La mayor limitación es la recuperación del fotocatalizador en agregados suspendidos, dado la dificultad de separarlo del agua y reciclarlo, no obstante, estos problemas se

superan al inmovilizar el catalizador sobre sustratos de soporte sólidos, sin embargo, existe una menor eficiencia del proceso, debido a la reducción del área tensioactiva asociada con la inmovilización (Ata et al., 2017; Wang et al., 2011). El desarrollo de un sistema fotocatalítico a gran escala, aún necesita abordar problemas como; la configuración del diseño, el efecto de los parámetros de operación, la desactivación y recuperación del catalizador y la combinación de la fotocatalisis con otros procesos de análisis (Ahmad et al., 2016).

## **1.2. Objetivos**

### **1.2.1. Objetivo General**

- Determinar la degradación del agua residual de los laboratorios ambientales de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología tratada mediante fotocatalisis ( $\text{TiO}_2/\text{UV}$ ).

### **1.2.2. Objetivos Específicos**

- Desarrollar un reactor fotocatalítico a escala de laboratorio, utilizando dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) en suspensión, empleando luz UV.
- Medir la Demanda Química de Oxígeno (DQO), variando los parámetros de operación de pH (4, 5.6 y 8), dosificación de Peróxido de Hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) (10, 50 y 70 mg/L) y tiempo de reacción (20, 40 y 60 min) del reactor fotocatalítico, del agua residual de los laboratorios ambientales de la FCIAB
- Determinar la calidad del agua tratada mediante fotocatalisis con dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) empleando luz UV

## CAPÍTULO II. METODOLOGÍA

### 2.1. Materiales

#### 2.1.1. Materiales de laboratorio

A continuación, se detalla los materiales (Tabla 1), reactivos (Tabla 2) y equipos de laboratorio (Tabla 3) utilizados en la realización del trabajo de titulación desarrollado en los Laboratorios de Investigación de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología, de la Universidad Técnica de Ambato (UODIDE).

**Tabla 1.**

*Materiales de laboratorio empleados en el desarrollo del proyecto de titulación.*

<b>Material</b>	<b>Cantidad</b>
Botellas ámbar	20
Crisoles	6
Vasos de precipitación, 1000 ml	4
Vasos de precipitación, 50 ml	3
Balón aforado, 1000 ml	1
Balón aforado, 500 ml	1
Balón aforado, 250 ml	1
Balón aforado, 10 ml	1
Micropipeta, 100-1000 $\mu$ l	1
Micropipeta, 10-100 $\mu$ l	1
Filtros de microfibra de vidrio	20
Gradillas	2
Matraces Erlenmeyer	3
Imán agitador	1

**Tabla 2.**

*Reactivos utilizados en el desarrollo del proyecto de titulación.*

<b>Reactivo</b>	<b>Formula/código</b>	<b>Cantidad</b>
Dióxido de titanio	TiO <sub>2</sub>	1 g/L
Dicromato de potasio	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	10,22 g
Ácido sulfúrico concentrado	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1.070 ml
Nitrato de plata	AgNO <sub>3</sub>	9,936 g
Peróxido de hidrógeno	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10 ml



Hidrógenoftalato de potasio (KHP)	$C_8H_5KO_4$	900 mg
Ácido Nítrico	$HNO_3$	30 ml
Ácido acético glacial	$CH_3COOH$	10 ml
Kit amonio	HI93733A-0/HI93733B-0	7
Reactivo nitratos	HI93728-0	7
Kit cloruros	HI93753A-0/ HI93753B-0	7
Reactivo sulfatos	HI93751-0	7
Reactivo cromo VI	HI93723-0	7
Kit zinc	HI93731A-0/ HI93731B-0	7
Reactivo Hierro	HI93721-0	7
Reactivo Aluminio	HI93712A-0/ HI93712B-0/ HI93712C-0	7
Reactivo manganeso	HI9370A-0	7
Reactivo Cobre	HI93702-0	7
Reactivo Fosfato	HI93713-0	7
Hidróxido de calcio	$Ca(OH)_2$	15 g
Sulfato de aluminio	$Al_2(SO_4)_3$	500 mg
Hidróxido de sodio	NaOH	10 pastillas
Inhibidor de nitrificación	---	10 ml
Glucosa	$C_6H_{12}O_6$	430 mg
Cloruro de Amonio	$NH_4Cl$	80 mg
Fosfato monopotásico	$KH_2PO_4$	30 mg

**Tabla 3.**

*Equipos utilizados en el desarrollo del trabajo de titulación.*

<b>Equipo</b>	<b>Código</b>	<b>Cantidad</b>
Balanza Analítica	5458322	1
Estufa	8752603	1
Equipo de absorción atómica con horno de grafito	8749766	1
Horno microondas para digestión	V02E7U	1
pH-metro	3215258	1
Floculador 4 jarras	5093445	1
Plancha de calentamiento con agitador magnético	87526010	1
Mufla	V04E3U	1
Digestor Hanna	HI 839800	1
Fotómetro	HI 83399	1
OxiTop®-IDS para DBO <sub>5</sub>	26454559-DIVISO	1

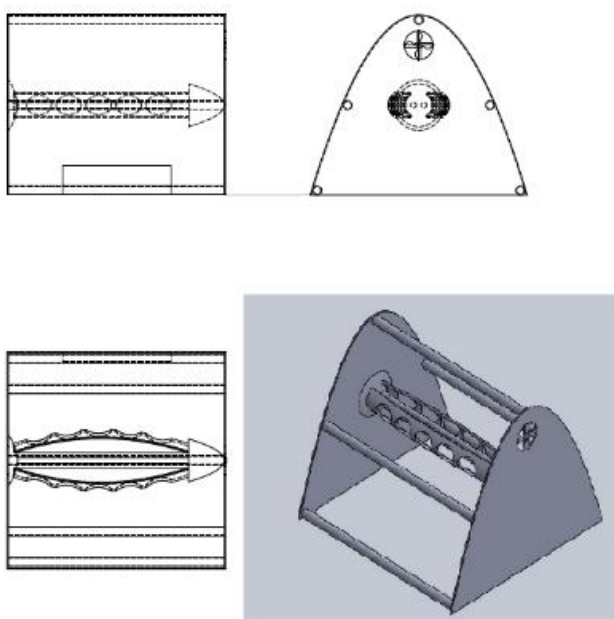
## 2.2. Métodos

### 2.2.1. Diseño y construcción del reactor

Se utilizó el programa de diseño AutoCAD para diseñar el reactor prototipo tipo BATCH, que consta de una estructura de madera que sirve de soporte para la lámpara de luz UV, con una cubierta de acero inoxidable, y un ventilador de escape en la pared lateral que mantiene una temperatura constante (**Figura 3**).

#### Figura 3.

*Diseño de la estructura de la cámara de luz UV fijada.*



*Fuente. La autora*

Para la construcción del fotoreactor se utilizó la metodología utilizada por **Norouzi et al., (2020)** adaptada a las condiciones de laboratorio, donde la lámpara de luz UV se fijó a una estructura de madera con dimensiones de 0.70 x 0.50 m, cubierta con una lámina de acero inoxidable y un ventilador de escape de 140 mm adaptado en la pared lateral. Dentro de la estructura, se colocó una plancha de agitación y un envase de plástico de capacidad de 300 a 500 ml con un agitador magnético, a una distancia de 10 cm de la luz UV.

### 2.2.2. Toma y conservación de la muestra

La toma de muestra se realizó de las aguas residuales de los laboratorios de análisis ambiental de la Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología, de la Universidad Técnica de Ambato, que son almacenados en un tanque de 55 galones de boca ancha, siguiendo el protocolo establecido por la normativa INEN NTE 2169: la muestra fue recolectada en botellas de vidrio ámbar con capacidad de 1000 ml, que fueron previamente enjuagadas con agua destilada. Las botellas fueron etiquetadas y conservadas en refrigeración, a una temperatura de 5°C para los análisis físico-químicos (INEN NTE, 2013b).

### 2.2.3. Métodos analíticos para caracterización de agua residual

En la Tabla 4 se detalla los métodos estandarizados en los que se basan la determinación de los diferentes parámetros analizados en la caracterización de muestra. Con el rango de precisión, detección y su banda para los métodos analizados por fotometría.

**Tabla 4.**

*Métodos estandarizados utilizados en la caracterización fisicoquímica.*

Parámetro	Método	Precisión (mg/L)*	Detección (mg/L)*	Banda de detección (nm)*
pH	<i>Standard Methods, 4500-H<sup>+</sup>. B pH Value, Electrometric Method</i>	-	-	-
Conductividad	<i>Standard Methods 2510 B. Conductivity. Laboratory Method,</i>	-	-	-
Turbidez	<i>Standard Methods, 2130 B, Método nefelométrico, y EPA 180.1.</i>	-	-	-
SDT, SST	<i>Standard Methods, 2540 B, D, Solids. Total solids, total suspended solids dried at 103-105°C</i>	-	-	-
Nitrato	<i>Standard Methods, 4500-E. NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. Cadmium Reduction Method</i>	± 0,5	0 a 30	525
Amonio	<i>Nessler Reactive</i>	± 0,5	0 a 100	420
Fosfato	<i>Standard Methods, 4500-P F. Automated Ascorbic Acid Reduction Method</i>	± 0,04	0 a 2,50	610

Cloruros	<i>Standard Methods, 4500-Cl<sup>-</sup> E. Thiocyanate mercury (III) method</i>	± 0,5	0 a 20	466
Sulfatos	<i>Standard Methods, 4500-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> E. Sulfate, Turbidimetric Method</i>	± 5	0 a 150	466
Zinc	<i>Standard Methods, 3500-Zn B. Zincon Method</i>	± 0,03	0 a 3	575
Cromo	<i>Standard Methods, 3500-Cr. B. Colorimetric Method. Difenilcarbohidrazida</i>	± 5**	0 a 1000**	525
Hierro	<i>EPA, Phenanthroline method 315B</i>	± 0,04	0 a 5	525
Aluminio	<i>Aluminon method</i>	± 0,04	0 a 1	525
Manganeso	<i>Peryodato</i>	± 0,2	0 a 20	525
DQO	<i>US EPA 410.4. The Determination of Chemical Oxygen, Standard Methods, 5220 D. Closed Reflux, Colorimetric Method Demand by SemiAutomated Colorimetry Standard Methods, 5210 D.</i>	± 5	0 a 150 1500, 15000	420 – 610
DBO <sub>5</sub>	<i>Respirometric Method</i>	-	-	-
Metales pesados	<i>Standard Methods, 3030 E, Nitric Acid Digestion</i>	-	-	-

*Nota.* \*Rango de Precisión y Detección del fotómetro multiparamétrico detallado en su manual. \*\*Cromo VI medido en µg/L.

### 2.2.3.1. Medición de pH y conductividad

El pH se determinó con el equipo pH-metro Accumet AB200. Para lo cual, se colocó aproximadamente 50 ml del efluente en un vaso de precipitación, y se sumergió el electrodo sin que llegue a tocar el fondo, y se esperó a que se estabilice. Finalmente, el electrodo se enjuagó con abundante agua destilada y se colocó en un buffer de referencia. Se utilizó la misma metodología para determinar la conductividad, medida en unidades de µS/cm o en mS/cm.

### 2.2.3.2. Determinación de turbidez

La turbidez se determinó con el turbidímetro portátil de la marca LaMotte, que posee una fuente de luz (tungsteno 2020t y 2020i IR LED 860 nm ± 10 nm) y un detector (fotodiodo 2020t y 2020i, 400-600 nm). Siguiendo la metodología detallada en el

manual; en una cubeta de vidrio se colocó 10 ml de agua destilada, que funcionó como blanco y luego, con la muestra se enjuagó la cubeta por tres veces y se colocó 10 ml de muestra, la turbidez se determinó en unidades de NTU (APHA et al., 2017; EPA, 1993).

### 2.2.3.3. Determinación de sólidos suspendidos totales (SST) y sólidos disueltos totales (SDT)

Los sólidos SDT y SST se determinaron por gravimetría por diferencia de pesos según la ecuación 1:

$$\text{SDT/SST } \left(\frac{\text{g}}{\text{L}}\right) = \frac{(P_2 - P_1) * 1000}{V}$$

(1)

Donde:

SDT/SST: sólidos disueltos totales o sólidos suspendidos totales (g/L)

P2: peso final del crisol/filtro

P1: peso inicial del crisol/filtro

V: volumen de muestra

Para determinar los sólidos suspendidos totales, primeramente, se pesó el filtro de microfibras de vidrio de 0,47 mm, luego, la muestra homogeneizada se filtró por vacío. El filtro se secó en la estufa a 105°C por 2 horas. Finalmente, el filtro se dejó enfriar a temperatura ambiente y se pesó. En los sólidos disueltos totales, se utilizaron crisoles de porcelana, que se dejaron en la estufa a 105°C por una hora y se dejaron enfriar a temperatura ambiente. Posteriormente, los crisoles se pesaron en la balanza analítica, se colocaron 50 ml de muestra y finalmente, el crisol se ubicó en la estufa a 105°C por 24 horas. Transcurrido ese tiempo, se determinó el peso de los crisoles secados (APHA et al., 2017).

#### 2.2.3.4. Determinación de sólidos totales (ST)

Los sólidos totales se determinaron según la ecuación 2, que es la suma de los sólidos suspendidos totales y sólidos disueltos totales, calculados anteriormente (APHA et al., 2017).

$$ST \left( \frac{g}{L} \right) = SST + SDT \quad (2)$$

Donde:

ST: sólidos totales

SST: sólidos totales en suspensión

SDT: sólidos disueltos totales

#### 2.2.3.5. Determinación por fotometría

##### Determinación de nitrógeno amoniacal (N-NH<sub>3</sub>)

El nitrógeno amoniacal se determinó con el método AMONIACO HR, siguiendo el manual del equipo; en una cubeta se colocó 1 ml de muestra sin reaccionar y 9 ml del reactivo HI93733B-0 que constituye el blanco de medición, luego se añadió 4 gotas de HI93733A-0 que produce un color amarillo por la reacción entre el amoniaco y los reactivos. Finalmente, el nitrógeno amoniacal obtenido esta expresado en mg/L de N-NH<sub>3</sub>. (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

##### Determinación de nitrato (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)

Para determinar la concentración de nitratos; se colocó 10 ml de muestra sin reaccionar en una cubeta, que constituye el blanco de medición, luego se añadió el reactivo HI93728-0 con agitación constante durante 15 segundos, finalmente, se dejó reaccionar por 5 minutos. El contenido de nitrato se obtuvo en mg/L de NO<sub>3</sub><sup>-</sup>. (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

### **Determinación de fosfato (P – PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>)**

El contenido de fosfato se determinó con el método FOSFATO LR: se colocó 10 ml de muestra sin reaccionar en una cubeta y se encendió, luego se añadió el reactivo HI93713-0 hasta disolver por 2 minutos y, finalmente se dejó reaccionar por 3 minutos y se leyó. Los resultados se obtuvieron en mg/L de PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

### **Determinación de cloruros (Cl<sup>-</sup>)**

La determinación de cloruros se realizó con el método CLORURO; en dos cubetas se colocó 10 ml de agua destilada, que constituye el blanco de medición, y 10 ml de muestra. Luego, se añadió 0,5 ml del reactivo HI93753A-0 y 0,5 ml de HI93753B-0, con agitación constante para que la mezcla sea completa. Finalmente, se dejó reaccionar por 2 minutos, y se determinó la concentración de cloruros expresados en mg/L de Cl<sup>-</sup>. (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

### **Determinación de sulfatos (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)**

El método para determinar la concentración de sulfatos se utilizó el método SULFATO, siguiendo el manual de instrucciones del equipo; primero se colocó 10 ml de muestra en una cubeta y se encendió, luego se añadió el reactivo HI93751-0, y se realizaron aproximadamente 30 inversiones durante 1 minuto y, finalmente se dejó reposar por 5 minutos y se determinó la cantidad de sulfatos en muestra, expresados en mg/L de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

### **Determinación de cromo VI (Cr<sup>+6</sup>)**

Siguiendo el manual del equipo, se utilizó el método Cromo VI HR; para lo cual, se colocó 10 ml de muestra sin reaccionar en una cubeta y se encendió, luego se añadió el reactivo HI93723-0 con agitación constante por 10 segundos y, finalmente se dejó reposar por 6 minutos para determinar la concentración expresada en µg/L de Cr<sup>+6</sup> (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

### **Determinación de zinc (Zn)**

Para la determinación de Zinc; se colocó 20 ml de muestra en un vaso de precipitación y se añadió el reactivo HI93731A-0 hasta diluir, luego se colocó 10 ml en una cubeta y se encendió, posteriormente, se añadió 0,5 ml del reactivo HI93731B-0 con agitación constante y, finalmente se dejó reaccionar por 3 minutos para determinar la concentración de zinc, expresada en mg/L de Zn. **(HANNA INSTRUMENTS, 2020)**.

#### **Determinación de hierro (Fe)**

El contenido de hierro, se determinó con el método Hierro HR; para ello, se colocó 10 ml de muestra en una cubeta y se encendió, luego se añadió el reactivo HI93721-0 hasta disolver y, finalmente se dejó reaccionar por 3 minutos, para determinar la concentración de hierro en mg/L de Fe **(HANNA INSTRUMENTS, 2020)**.

#### **Determinación de aluminio (Al)**

En la determinación de la concentración de aluminio; en un vaso de precipitación se colocó 50 ml de muestra y se añadió el reactivo HI93712A-0 y HI93712B-0 hasta disolver, la reacción produjo un color rojizo, luego se colocó 10 ml de muestra reaccionada en 2 cubetas. En la primera cubeta se añadió el reactivo HI93712C-0 hasta disolver y se dejó reaccionar por 15 minutos, constituyendo el blanco de medición. Finalmente, con la segunda cubeta se determina la concentración de aluminio en la muestra en mg/L de  $Al^{3+}$ . **(HANNA INSTRUMENTS, 2020)**.

#### **Determinación de manganeso (Mn)**

Para determinar el contenido de manganeso se colocó 10 ml de muestra en una cubeta y se encendió, luego se añadió el reactivo HI93709A-0, y el reactivo HI93709B-0 hasta disolver y, finalmente se dejó reposar por 2 minutos, para determinar el contenido de manganeso en muestra, expresado en mg/L de Mn. **(HANNA INSTRUMENTS, 2020)**.

#### **Determinación de cobre (Cu)**

Para determinar el contenido de cobre; se colocó 10 ml de muestra en una cubeta y se encendió, luego se añadió el reactivo HI93702-0 hasta disolver y, finalmente se dejó



reaccionar por 44 segundos y se leyó la concentración de cobre expresados en mg/L de Cu (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

#### 2.2.3.6. Determinación de DQO

En el análisis DQO, el equipo cuenta con 3 programas de medición LR, MR y HR, según el manual del equipo, en los viales de DQO de HANNA se realizó un blanco de medición con agua destilada y se colocó un volumen de muestra especificada para cada rango, 2 ml para LR y MR, y 0,2 ml para HR. Luego, los viales se colocaron en el digestor por 2 horas a 150°C. Finalizada la digestión se dejó enfriar por 20 min. Finalmente, en el fotómetro multiparamétrico, se eligió el programa de medición, se enceró con el blanco, y luego se determinó la concentración de DQO expresados en unidades de mg O<sub>2</sub>/L (HANNA INSTRUMENTS, 2020).

Como proceso alternativo, se utilizó el método colorimétrico detallado en APHA et al., (2017). Para lo cual se preparó: 1 litro de solución digestora con 500 ml de agua destilada y 10,22 g de dicromato de potasio (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>), y 167 ml de ácido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Aparte, en una botella ámbar limpia y seca, se añadió 0,9 litros de ácido sulfúrico concentrado y 9,934 g de sulfato de plata (Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Para el análisis de las muestras, se utilizó tubos de ensayo con tapa donde se añadió 1,5 ml de solución digestora, 3,5 ml de ácido sulfúrico concentrado y 2,5 ml de muestra. Luego, los tubos se colocaron en el digestor a 105°C por 2 horas y se dejaron enfriar. Finalmente, en el fotómetro multiparamétrico, a una longitud de onda de 610 nm se midió primero el blanco, para encerar y luego la muestra. El valor de absorbancia obtenido se reemplazó en la ecuación (3) que corresponde a la recta de calibración de DQO. Los resultados obtenidos estarán expresados en unidades de mg O<sub>2</sub>/L

$$y = 2428,7x + 12,177$$

(3)

Donde:

x: absorbancia a 610 nm

y: concentración de DQO en mg/L

### 2.2.3.7. Demanda Bioquímica de Oxígeno

Para la determinación de DBO<sub>5</sub> se utilizó el equipo de medición OxiTop®-IDS, que mide directamente el oxígeno agotado por microorganismos en un ambiente enriquecido con aire (APHA et al., 2017). Para lo cual, según el valor de DQO obtenido, se colocó el volumen de muestra en las botellas de vidrio ámbar, como lo detalla el manual (Tabla 5). Dentro de la botella, se colocó un imán agitador, 4 gotas de inhibidor de nitrificación, una cápsula de goma y 2 perlas de NaOH. Finalmente, la botella se tapó con el cabezal medidor, con agitación constante, a una temperatura de incubación de 20°C por 5 días (Xylem Analytics, 2019).

**Tabla 5.**

*Factor y volumen de muestra correspondiente con la medición de DQO.*

Volumen de muestra (ml)	Rango de medición DQO (mg/l)	Factor
432	0-40	1
365	0-80	2
250	0-200	5
164	0-400	10
97	0-800	20
43.5	0-2000	50
22.7	0-4000	100

### Inóculo enriquecido

Siguiendo el protocolo establecido por INEN NTE 1202, se activó un inóculo con los lodos del sedimentador secundario de la PTAR, con volumen de 1 L, al que se añadió 424 mg/L de glucosa, 28,06 mg/L de fosfato monopotásico y 75,8 mg/L de cloruro de amonio, a temperatura ambiente, con agitación constante durante 24 horas. Se determinó la DBO<sub>5</sub> de un blanco de agua destilada, la muestra pretratada diluida (1/40) y la muestra tratada por fotocátalisis, todos con 10% de inóculo enriquecido a un volumen de 250 ml (INEN NTE, 2013).

### 2.2.3.8. Determinación de metales pesados

#### Digestión preliminar de muestra

Para la digestión preliminar de las muestras, se utilizó el equipo Horno Microondas marca MILEST ONE SRL; para lo cual se colocó 5 ml de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) concentrado en 45 ml de muestra, y se ubicó en el horno microondas por 60 min, con el programa EPA 3015 A. Posteriormente, se extrajo el sobrenadante para aforarlo a 100 ml con agua destilada (45/100), luego, 1 ml se aforó a 100 ml (dilución 1/100).

#### Medición de cromo total, cadmio, níquel, arsénico y plomo por GFAAS

El equipo de medición de metales pesados por espectrofotometría de absorción atómica por horno de grafito, según el protocolo establecido en el manual *Analytical Cookbook PG INSTRUMENT*, que utiliza un tubo de grafito y una lámpara de cátodo hueco; para ello, con un muestreador automático, una alícuota de 20 µl es colocada en el tubo de grafito y pasa por tres etapas: secado, incineración y atomización, a altas temperaturas, donde los átomos se vaporizan y disociando, obteniendo la absorbancia. Dado el porcentaje de átomos en estado fundamental, se analiza los volúmenes y concentraciones pequeñas (PG INSTRUMENTS, 2016).

**Tabla 6.**

*Especificaciones de metales pesados por GFAAS.*

Metal	Longitud de onda (nm)	Límite de detección (pg/ml)	Sensibilidad (pg/ml)
Cromo Total	357.9	2.42	3.55
Cadmio	228.8	0.25	0.4
Plomo	283.3	3.88	5.18
Níquel	232.0	8.57	8.97
Arsénico	193.7	17.19	22.92

*Fuente.* (PG INSTRUMENTS, 2016).

#### 2.2.4. Pretratamiento del efluente

Según las características iniciales obtenidas del efluente, se aplicó un pretratamiento adaptada a la metodología aplicada por **De Oliveira Anício et al., (2021)**, para lo cual

se realizó una neutralización de la muestra con 15 g de hidróxido de calcio,  $\text{Ca(OH)}_2$ , hasta llegar a un pH entre 7-8, lo cual formó dos fases, y se separó el precipitado del sobrenadante. Posteriormente, se realizaron pruebas de coagulación-floculación para determinar la mejor dosis de sulfato de aluminio,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , en concentraciones de 50, 100, 150, 200, 220 y 250 mg/l, con el floculador de jarras a 100 rpm por 2 min y 15 rpm por 60 min, analizando la mayor remoción de la turbidez en cada concentración.

### 2.2.5. Método TCLP

Al precipitado obtenido de la neutralización con hidróxido de calcio,  $\text{Ca(OH)}_2$ , se estabilizaron por el método TCLP, basada en la metodología US EPA 1311. *Toxicity Characteristic Leaching Procedure*, adaptada al protocolo utilizado por **Lu et al., (2019)**; para lo cual, los lodos precipitados se estabilizaron por solidificación utilizando cemento Portland, donde se analizó diferentes relaciones de mezcla (Tabla 7) para obtener un material que sea resistente a la compresión, y rompimiento. Los tratamientos se colocaron en recipientes de plástico y se dejó reposar por 7 días (**US EPA, 1992**).

**Tabla 7.**

*Tratamientos para la neutralización de lodos.*

Tratamiento	Volumen lodo (ml)	Cemento (g)
1	40	60
2	50	50
3	60	40

*Nota.* Tratamientos para los lodos neutralizados con hidróxido de calcio,  $\text{Ca(OH)}_2$

Transcurrido los 7 días, los lodos solidificados se trituraron hasta llegar a un tamaño de menor a 9,5 mm y se pesó 10 g. Se preparó una solución extractora de agua destilada y 5,7 ml de ácido acético, y se mezcló con los 10 g de material sólido en una relación 20:1 líquido-sólido, y se dejó reposar por 7 días, produciendo un lixiviado. Finalmente, transcurrido los 7 días, el material se filtró al vacío para caracterizar el líquido obtenido (**Lu et al., 2019**).

## 2.2.6. Variación de parámetros en el proceso de fotocátalisis

### 2.2.6.1. Variación de la concentración

Dadas las características iniciales del efluente y, las características luego del pretratamiento, se realizaron diferentes diluciones de la muestra, que indica diferentes valores de DQO (Tabla 8), para saber el valor óptimo tentativo que mejor reacciona al tratamiento por fotocátalisis.

**Tabla 8.**

*Diluciones aplicadas a la muestra.*

Dilución	Concentración esperada (mg/L DQO)
1/200	70
1/100	150
3/200	200
1/40	350
1/20	620

### 2.2.6.2. Variación de pH

A las diferentes diluciones de muestra, se analizó la influencia de pH al variar su valor de 4, 5,6 y 8 con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5 M, para determinar el pH óptimo donde ocurra una mejor eficiencia de eliminación de DQO, utilizando el procedimiento descrito anteriormente, en *Standard Methods, 4500-H<sup>+</sup> B. pH Value, Electrometric Method*, con el pH-metro Accument AB200 (APHA et al., 2017).

### 2.2.6.3. Concentración de Peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)

En la evaluación de la influencia que tiene el peróxido de hidrógeno en el proceso fotocatalítico, se adaptó el protocolo establecido por **Thakur et al., (2021)**; se utilizó peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) al 50 % p/v y se varió su concentración de 10, 50 y 70 mg/ L. Estas concentraciones fueron aplicadas una vez que se encontró el valor óptimo de pH y dilución de la muestra, que obtuvo una mejor eficiencia de eliminación de DQO.

#### 2.2.6.4. Análisis del tiempo de reacción

Para todas las variaciones, tanto de dilución de muestra, pH y concentración de peróxido de hidrógeno, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, se analizaron el valor de DQO al tiempo 0, 20, 40, 60, 90 y 120 min, tomando alícuotas de aproximadamente 5 ml, y se esperó 30 min a que el dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) precipite, para filtrar la alícuota con un filtro de 0,45 µm. Como proceso alternativo, se utilizó la centrifuga a 7000 rpm por 5 min, que separó el catalizador como precipitado y se caracterizó el sobrenadante.

#### Fórmulas para determinar la eficiencia de eliminación de DQO

Para cada variación aplicada; dilución de muestra, pH y concentración de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) se analizó la velocidad de reacción, en términos de  $\frac{\Delta C}{\Delta t}$ , con la pendiente de cada recta de regresión lineal obtenida con los diferentes parámetros analizados, y su R<sup>2</sup>, que ayudo a determinar la mejor eficiencia de eliminación de DQO. Además, se analizó la eficiencia de eliminación de DQO, según la ecuación (6) para las diferentes variaciones de cada parámetro analizado (Asaithambi et al., 2020).

$$\text{Eficiencia de eliminación DQO (\%)} = \frac{[(DQO_o - DQO_f)]}{DQO_o} \times 100 \quad (6)$$

Donde

$DQO_o$ : es el DQO antes del tratamiento

$DQO_f$ : es el DQO después de los 120 min del tratamiento

## CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

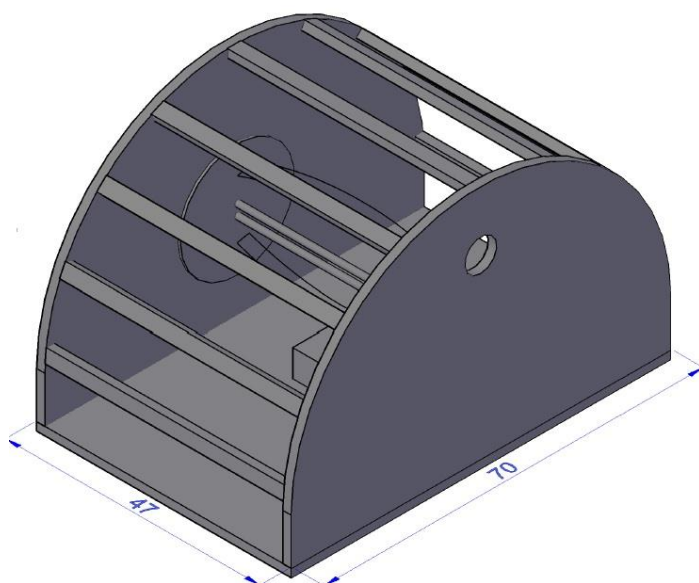
### 3.1. Análisis y discusión de resultados

#### 3.1.1. Diseño y construcción del reactor fotocatalítico en suspensión

A continuación, se presenta el diseño de la estructura de madera, según las dimensiones de la lámpara de luz UV, dentro de la cual se realizó las pruebas fotocatalíticas en suspensión.

#### Figura 4.

*Diseño del prototipo de la cámara de luz UV.*



*Fuente. La autora*

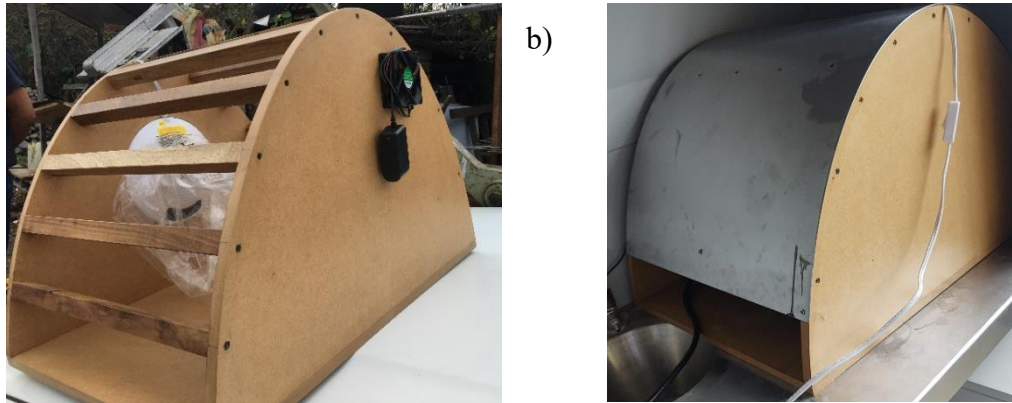
La construcción del fotoreactor tipo BATCH se basó según las dimensiones de la lámpara de tipo germicida UVC de 38W, con dimensiones 210 x 470 mm, con un tubo de cuarzo de 17 mm de diámetro, luz UV ( $\lambda=253,7$  nm) y generación de ozono UV ( $\lambda=185$  nm) (**Anexo A**). La cámara de luz UVC es de 47 x 45 x 70 cm, con un ventilador ubicado de en la pared lateral de la estructura a 35 cm de alto.

## Construcción de la cámara de luz UV

Según el diseño de la cámara de luz UV, establecido y aceptado, se construyó la estructura de madera, como se observa en la **Figura 5a**.

### Figura 5.

*Luz UV fijada a la estructura de madera.*



a)

*Nota.* a) Construcción de la cámara de luz UV en madera b) Estructura cubierta de acero inoxidable

La luz UV se fijó a una estructura de madera de 1,5 cm de espesor, con 10 vigas de soporte de 2,5 cm que rodea la estructura, con 10 cm de distancia entre ellas; cubierta de una lámina de acero inoxidable y un ventilador de escape de 140 mm, en la pared lateral que mantiene la temperatura constante. Dentro de la cámara de luz UV se ubicó una plancha de agitación a 300 rpm, un recipiente de plástico de 10 x 14 cm, con 300 ml de capacidad y un agitador magnético; a una distancia de 10 cm de la luz UV. Dentro de la misma se realizaron las pruebas en suspensión, cumpliendo con las características de un reactor tipo BATCH, donde se colocó la muestra en diferentes condiciones, y se agitó por 30 min en oscuridad y luego se expuso a la luz (**Norouzi et al., 2020**).



### 3.1.2. Caracterización inicial del efluente

En la Tabla 9 se observa la caracterización inicial del agua residual del laboratorio de análisis ambiental de la FCIAB, comparando los valores obtenidos con el Texto Unificado de Legislación Secundaria de Medio Ambiente (TULSMA), que regula los límites permitidos para descargar efluentes en el sistema de alcantarillado (**Anexo B**). Además, los valores del pretratamiento del efluente obtenido mediante la neutralización con hidróxido de calcio,  $\text{Ca(OH)}_2$  y coagulación-floculación con sulfato de aluminio,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ .

**Tabla 9.**

*Caracterización fisicoquímica inicial y pretratamiento.*

Parámetro	Unidad	Efluente	Pretratamiento	Límite máx. permisible *
pH	---	1,97±0,8	8,15	6-9
Conductividad	mS/cm	40,87±0,07	14,14±0,02	-
Turbidez	NTU	32,8±0,6	1,67±0,16	-
DBO <sub>5</sub>	mg/L	-	4800	250
DQO	mg/L	13200 ± 1	12269 ± 1	500
SDT	mg/L	38070± 0,2	11604 ± 0,2	-
SST	mg/L	12,0	3,33	220
ST	mg/L	38082	11608	1600
Nitrógeno amoniacal (N-NH <sub>3</sub> )	mg/L	252 ± 0,5	222 ± 0,5	-
Nitrato (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	mg/L	788 ± 0,8	70±0,8	-
Fosfato (P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> )	mg/L	14,67 ± 0,04	0,22 ± 0,04	-
Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	mg/L	530 ± 0,5	350 ± 0,5	-
Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	mg/L	95000	119±0,4	400
Cromo VI (Cr <sup>+6</sup> )	mg/L	0,021 ± 0,4	0,006±0,4	0,5
Zinc (Zn)	mg/L	1,9 ± 0,03	1,26 ± 0,03	10
Hierro (Fe)	mg/L	372 ± 0,04	4,51 ± 0,04	25
Aluminio (Al)	mg/L	0	0,03 ± 0,04	5
Manganeso (Mn)	mg/L	8 ± 0,2	3,76±0,04	10
Cobre (Cu)	mg/L	3,3 ± 0,02	1,8 ± 0,02	1
Cadmio (Cd)	mg/L	4,65	0,82	0,02
Níquel (Ni)	mg/L	9,57	6,87	2
Cromo Total (Cr)	mg/L	406	9,1	-

Plomo (Pb)	mg/L	0,56	0,24	0,5
Arsénico (As)	mg/L	0,45	ND	0,1

*Nota.* Los valores representan la media de tres réplicas  $\pm$  la desviación estándar.

\*Tabla 8. Descarga Alcantarillado. Normativa TULSMA.

Como se observa en la Tabla 9, la mayoría de los parámetros caracterizados del efluente original están por sobre el límite máximo permisible que establece la normativa TULSMA, con una alta cantidad de componentes inorgánicos, metales pesados y compuestos orgánicos, lo que hace que la muestra sea sumamente compleja de tratar. El grado de contaminación del agua residual se debe a los análisis que se realizan dentro de los laboratorios de análisis ambiental, donde se utiliza diferentes sustancias químicas y operaciones que genera residuos altamente recalcitrantes a la degradación (**Mañunga et al., 2010**).

Se debe considerar, que la eficiencia de degradación de contaminantes orgánicos en las reacciones de oxidación avanzada, dependen de la cantidad del catalizador, el pH, el nivel de contaminación de la muestra, los iones inorgánicos, como otras impurezas (**Duan et al., 2020**). Aunque los procesos de fotocatalisis son métodos utilizados en el tratamiento de aguas residuales y la degradación de contaminantes, las altas concentraciones de sales, el pH y la presencia de diversos metales pesados pueden ser tóxicos para el catalizador, por lo que es necesario optimizar las condiciones fotocatalíticas que mejorará su eficiencia (**Jia et al., 2011**).

La alta concentración de iones sulfato en la solución, 95000 mg/L pueden reaccionar con los radicales hidroxilo e inducir su agotamiento, causando una disminución del porcentaje de degradación, o a su vez, los radicales sulfato pueden reaccionar con las moléculas de agua y producir más iones sulfato (**Rauf & Ashraf, 2009**). De igual manera, la presencia de cloruros (Cl<sup>-</sup>) reducen significativamente la eficiencia de degradación, debido a la adsorción competitiva o, por la capacidad de los iones cloruro de eliminar los radicales hidroxilo (**Ahmad et al., 2021**). La presencia de los radicales sulfato y cloruros en una muestra retrasa significativamente el proceso fotocatalítico (**Hassan et al., 2016**). El DBO<sub>5</sub> depende de la actividad biológica de los microorganismos presentes, el valor del pH de 1,97 y el alto contenido de sales del

efluente, pueden inhibir el crecimiento de dichos microorganismos en bajas o nulas cantidades, por lo que no se determinó el valor de DBO<sub>5</sub> del efluente inicial. Su valor de 4800 mg/L del efluente pretratado indica que existe una alta concentración de materia orgánica por lo que sería necesario una mayor cantidad de oxígeno por los microorganismos para su descomposición **(Talwar et al., 2018)**.

Dado que el principal reactivo en las reacciones de oxidación avanzada son los radicales hidroxilo, una de sus principales limitaciones es su característica de no selectividad lo hace que sea fácilmente eliminado por los constituyentes de la matriz; además, posee una baja capacidad en la mineralización de contaminantes en altas concentraciones, por lo que fue necesario aplicar un pretratamiento a la muestra **(Groele & Foster, 2019)**.

Debido a las características iniciales del efluente, se aplicó el tratamiento de neutralización con hidróxido de calcio, Ca(OH)<sub>2</sub> que aumentó la alcalinidad del agua hasta un pH de 7-8, este es un procedimiento común y necesario como proceso previo para eliminar contaminantes orgánicos e inorgánicos, color y turbidez mediante coagulación y floculación **(Mulyadi et al., 2020)**. Al agregar hidróxido de calcio ocurre la adsorción de iones que neutraliza parcialmente las cargas de las partículas, reduciendo las fuerzas electrostáticas de repulsión, formando pequeños agregados débiles, que precipitan físicamente **(Mortadi et al., 2019)**. Estos agregados, también se crean debido los metales presentes en la muestra, que forman hidróxidos insolubles y la concentración de metales residuales, como sulfatos, hierro, cromo, cobre y zinc tienden a disminuir **(Jarnerud et al., 2021)**.

Los agregados formados, que denominaremos lodos neutralizados, fueron separados del sobrenadante para un posterior tratamiento. Mientras que el sobrenadante se trató con coagulación-floculación con sulfato de aluminio (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>), que es un coagulante metálico inorgánico, donde la turbidez de la suspensión disminuyó considerablemente, a 1,44 NTU con 220 mg/L de coagulante **(Anexo C)**, debido a la formación de complejos de hidróxido de aluminio cargado positivamente, que adsorbe coloides con carga negativa, formando flóculos que eliminan partículas pequeñas reduciendo la cantidad de impurezas que influyen en la muestra, donde se obtuvo una disminución del contenido de nitratos, fosfatos, y cloruros. **(Brandt et al., 2017)**. Se observó el

mismo esquema en la investigación realizada por **Mulyadi et al., (2020)** donde utilizó el proceso de coagulación con sulfato de aluminio, logrando eliminar el 97% del contenido de hierro, 100% de manganeso, reducir la turbidez y el color. Sin embargo, debido a la alta concentración de DQO en muestra, el coagulante no tuvo una influencia significativa (**Schmitt et al., 2021**).

Los metales pesados, como cobre, níquel, cromo total, y zinc, se eliminan por precipitación como hidróxidos, y la coagulación mejora la formación de agregados que se separan fácilmente por filtración (**Akbal & Camci, 2010**). Solamente el arsénico con una concentración inicial de 0,451 mg/L es eliminado hasta concentraciones no detectables en el pretratamiento, debido a la formación del precipitado de hidróxido de aluminio, que adsorbe el arsénico y se separa por filtración (**Bilici Baskan & Pala, 2010**).

### **3.2.2. Tratamiento por fotocátalisis**

#### **3.2.2.1. Demanda Química de Oxígeno sin peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)**

Se analizó el tratamiento por fotocátalisis con diferentes diluciones de la muestra pretratada en suspensión, con una concentración de 1 g/L de TiO<sub>2</sub>. Primero se agitó 30 min en oscuridad y 120 min se expuso a luz UVC, evaluando la eficiencia de eliminación de DQO, que es un indicador importante de la capacidad de los tratamiento de aguas residuales, analizando a pH de 4, 5,6 y 8, para observar su influencia en el proceso (**Abdelfattah & Ismail, 2023**).

**Tabla 10.***Análisis fotocatalítico a pH 4, 5,6 y 8.*

<b>pH 4</b>						
<b>DILUCIÓN</b>	1/200	1/100	3/200	1/40	1/20	
<b>DQO<sub>0</sub> (mg/L)</b>	75	167	204	357	621	
0	68	106	200	354	568	
20	65	82	174	352	556	
40	55	80	170	348	553	
60	48	68	181	291	495	
90	43	53	145	284	490	
120	36	19	128	279	553	
<b>Eficiencia de eliminación (%)</b>	<b>52</b>	<b>88</b>	<b>37</b>	<b>22</b>	<b>11</b>	
<b>pH 5,6</b>						
0	100	126	170	367	615	
20	83	97	172	309	692	
40	78	73	141	307	686	
60	61	66	148	282	658	
90	50	46	114	253	498	
120	44	68	92	221	513	
<b>Eficiencia de eliminación (%)</b>	<b>42</b>	<b>59</b>	<b>53</b>	<b>38</b>	<b>18</b>	
<b>pH 8</b>						
0	97	170	134	401	860	
20	85	175	134	378	814	
40	75	175	136	357	809	
60	92	107	114	321	857	
90	47	112	124	316	765	
120	41	100	102	279	821	
<b>Eficiencia de eliminación (%)</b>	<b>45</b>	<b>40</b>	<b>50</b>	<b>22</b>	<b>-</b>	

*Nota.* La eficiencia de eliminación se calculó según la ecuación (6).

La aplicación directa del tratamiento por fotocatalisis UV-TiO<sub>2</sub> al agua pretratada sería ineficiente, dado que los procesos de oxidación avanzada funcionan de manera óptima en bajas concentraciones de contaminantes, por lo que se aplicó diferentes diluciones (Tichonovas et al., 2018). Como se observa en la Tabla 10, el porcentaje de eliminación de DQO en todos los pH analizados, tiende a disminuir según aumenta la concentración de contaminante; esto, debido a que el porcentaje de radicales hidroxilo

producido por la fotocatalisis, no es suficiente para degradar el DQO cuando su concentración es mayor **(Asaithambi et al., 2020)**.

A pH 4 la eficiencia de eliminación de DQO posee un mayores porcentajes debido a la carga positiva del catalizador, haciendo que la abstracción de electrones sea más difícil, produciendo una mayor diferencia de potencial, y una mayor velocidad de reacción; lo que no ocurre a un pH básico, donde el electrón se extrae fácilmente de una superficie negativa **(Elleuch et al., 2020)**.

Se observa la disminución del valor de DQO al tiempo cero en todas las diluciones a pH 4, 1/200, 1/100, 3/200 y 1/40 a pH 5,6 y 1/200, 1/40 y 1/20 a pH 8, esta reducción ocurre debido a la adsorción por reacción oscura de sustancias orgánicas en la superficie del catalizador, donde se forman complejos superficiales o covalentes polares, que es más común en medios ácidos y alcalinos **(Hassan et al., 2016)**.

A pH 5,6 la eficiencia de eliminación de DQO presenta menores porcentajes, en comparación con pH 4, sin embargo, su análisis de regresión lineal (Tabla 11) muestra que un  $R^2$  más cercano a la unidad y mayor velocidad de reacción, dado que la eficiencia de eliminación es más constante cuando el pH es cercano a su pHPZC, que es donde la superficie del catalizador es neutra. En el caso del dióxido de titanio está comprendido entre 5,6 a 6,6, donde el catalizador tiene carga cero y las fuerzas de repulsión entre los contaminantes de carga positiva o negativa y el catalizador es mínima, mejorando la eficiencia de degradación **(Azadi et al., 2020; Wang et al., 2021)**. Además, cuando el pH se encuentra cerca de su punto neutral, el proceso de adsorción favorecida por las fuerzas de atracción entre las moléculas orgánicas y el catalizador, ocurre con mayor eficiencia **(Chemlal et al., 2013)**.

En el caso de la dilución 1/20, tanto a pH 4, 5,6 y 8, a 120 min de exposición se observa una disminución del porcentaje de eliminación de DQO debido al aumento de los contaminantes presentes en muestra, que se depositan gradualmente en las nanopartículas del catalizador con el tiempo, disminuyendo su eficiencia de eliminación, lo mismo ocurre a pH 5,6 dilución 1/100 **(Azadi et al., 2020)**. También, a pH 8 ocurre una menor eficiencia de degradación que se atribuye a la alcalinidad del medio, donde el catalizador está cargado negativamente y ocurre una repulsión

electrostática entre las moléculas con las misma carga (Jallouli et al., 2018). Además, el medio alcalino afecta la ruta de degradación y la cinética de los radicales hidroxilo. Por tanto, la disminución de los grupos hidroxilo en la superficie de óxido proveen menos sitios para el intercambio de ligandos y ocurre una menor adsorción. También, puede darse el desplazamiento Nernstiano de los bordes de la banda del semiconductor a valores más negativos (Hassan et al., 2016; Jia et al., 2011).

### 3.2.2.2. Análisis de regresión lineal

En la Tabla 11 se muestra las ecuaciones de la recta obtenida del análisis de regresión lineal; aplicando el Ln (concentración DQO) vs el tiempo, a los diferentes pH y diluciones analizadas, con su R<sup>2</sup>.

**Tabla 11.**

*Ecuación de la recta del análisis de pH.*

Dilución	pH 4		pH 5.6		pH 8	
	Ecuación de la recta	R <sup>2</sup>	Ecuación de la recta	R <sup>2</sup>	Ecuación de la recta	R <sup>2</sup>
1/200	$y = -0,0054x + 4,243$	0,9843	$y = -0,0069x + 4,5796$	0,9825	$y = -0,0072x + 4,641$	0,8071
1/100	$y = -0,0125x + 4,7911$	0,8496	$y = -0,0062x + 4,6639$	0,6292	$y = -0,0021x + 4,9315$	0,7037
3/200	$y = -0,0034x + 5,2923$	0,8666	$y = -0,0052x + 5,2034$	0,9197	$y = -0,0021x + 4,9315$	0,7037
1/40	$y = -0,0024x + 5,8886$	0,8391	$y = -0,0039x + 5,8697$	0,9684	$y = -0,0029x + 5,9885$	0,968
1/20	$y = -0,0006x + 6,3183$	0,1952	$y = -0,0025x + 6,5418$	0,5748	$y = -0,0004x + 6,7332$	0,1961

*Nota.* Las gráficas de dispersión en **Anexo D**

El análisis de regresión lineal muestra que el tratamiento fotocatalítico UV-TiO<sub>2</sub> presenta una pendiente de la recta negativa lo que implica, que a medida que aumenta el tiempo (variable independiente), la concentración de DQO tiende a disminuir (variable dependiente). Como se observa en la Tabla 11 los valores más bajos de la

velocidad de reacción, se encuentran en la dilución 1/20 a pH 4 y 8, por lo que se infiere que existen otros factores que influyen en la disminución de la concentración de DQO a esa dilución, haciendo que su velocidad de reacción sea relativamente menor. Entre las diluciones 1/40 y 1/20, que son las diluciones más representativas del grado de contaminación, a pH 5,6 el valor de la pendiente es de -0,0039 constituyéndose el más alto entre estas dos diluciones, con un  $R^2$  de 0,9684 que es cercano a la unidad. Es decir, el tratamiento posee una mayor velocidad de reacción y menor variabilidad (Abouzari et al., 2021). Por tanto, se elige la dilución 1/40 por ser una dilución más representativa, a pH 5,6 para evaluar la influencia de la adición de peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) en la eficiencia de la eliminación de DQO.

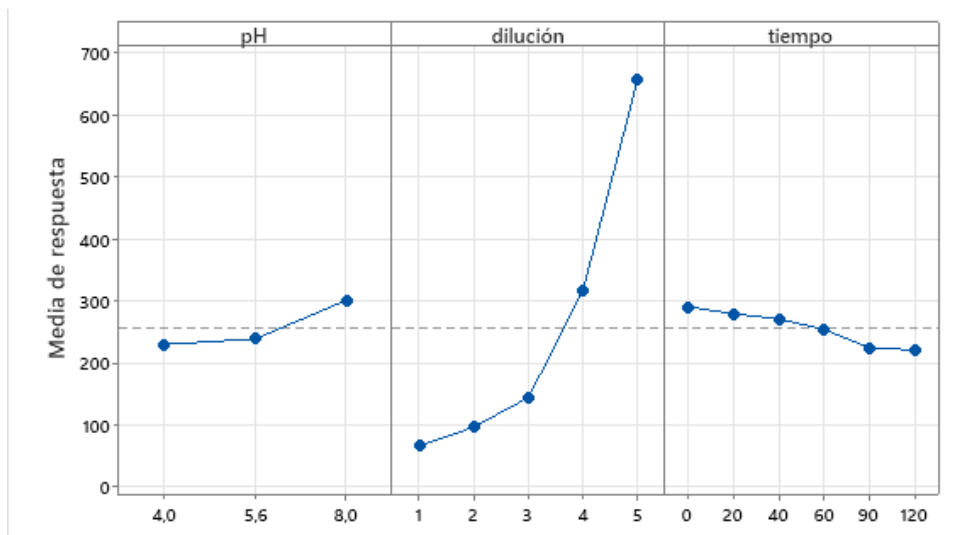
### 3.2.2.3. Diseño factorial 3k

Se analizó los efectos principales en la reacción, como es el pH a 4, 5,6 y 8, las diluciones aplicadas al pretratamiento, 1/200, 1/100, 3/200, 1/40 y 1/20, y los tiempos de reacción a 0, 20, 40, 60, 90 y 120 min.

### **Figura 6.**

*Efectos principales en el diseño*





Como se observa en la **Figura 6** de efectos principales analizados en el diseño factorial  $3^k$  para la degradación de DQO, el pH 5,6 constituye el que más se aproxima a la media de los valores obtenidos como respuesta mientras que a pH 8 los valores son muy superiores. Entre las primeras diluciones se obtienen valores mucho menores a la media, sin embargo, estas diluciones no tienen un valor representativo de contaminación, por ende, la dilución 1/40 es la que más se aproxima; la dilución 1/20 se aleja demasiado de la media de respuesta debido a que su nivel de contaminación es mayor, donde influyen otros factores que afectan la degradación de DQO. En cuanto al tiempo a los 90 y 120 min son donde se obtuvo los valores más bajos de DQO en cada dilución analizada, por ende, afirma nuestro análisis, donde el valor óptimo es a 5,6 en la dilución 1/40 a 120 min de reacción.

#### 3.2.2.4. Demanda Química de oxígeno con peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ )

Según el análisis de regresión lineal, y la eficiencia de degradación, se analizó la influencia de la adición de diferentes concentraciones de peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) en la reacción fotocatalítica, en la dilución 1/40 con una concentración inicial de 357 mg/L de DQO a pH 5,6 en los tiempos de reacción analizados anteriormente.

**Tabla 12.***Fotocatálisis con diferentes dosificaciones de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>).*

<b>Concentración H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>		10	50	70	100
<b>(mg/L)</b>					
<b>Tiempo</b>	0	352	32	340	297
	20	349	318	314	291
	40	347	29	281	286
	60	327	253	253	282
	90	259	257	20	236
	120	320	308	177	299
<b>Eficiencia de eliminación</b>					
<b>(%)</b>		10	14	50	16

Como se observa en la Tabla 12 la eficiencia de eliminación de DQO es menor cuando la concentración es de 10 mg/L, debido a que en bajas concentraciones de peróxido existe una insuficiente producción de radicales hidroxilo, por lo que su reacción se vuelve más lenta y su influencia es insignificante. Por el contrario, su incremento a 70 mg/L aumenta la eficiencia de degradación hasta el 50%, constituyéndose el porcentaje más alto, dando a entender que existe un incremento de formación de radicales hidroxilo, debido al efecto combinado de la fotodisociación del peróxido en presencia de luz UV y la superficie del catalizador (**Saha et al., 2018**). Sin embargo, al añadir 100 mg/L de peróxido su eficiencia vuelve a disminuir; debido a la recombinación de radicales hidroxilo o al efecto eliminador de radicales libres, dado que el aceptor de electrones reacciona con los radicales hidroxilo y actúa como eliminador de agujeros fotoproducidos; generando otros radicales como el HO<sub>2</sub><sup>•</sup> y O<sub>2</sub><sup>-•</sup> que son mucho menos reactivos (**Asaithambi et al., 2020; Reza et al., 2017**).

Por tanto, la dosis encontrada de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) es de 70 mg/L para que ocurra una eficiencia del 50% de degradación de DQO, lo que incrementa el 38% sin su adición en la reacción, afirmando que influye en el incremento de la eficiencia de eliminación de DQO. Se observa el mismo comportamiento en la investigación realizada por **Nogueira et al., (2018)** donde analizó aguas residuales de industrias donde reporta un incremento del 62,6% a 89,8% en la degradación de DQO al añadir

75 mM de peróxido de hidrogeno a la reacción UV-TiO<sub>2</sub> confirmando su influencia en la reacción.

**Tabla 13.**

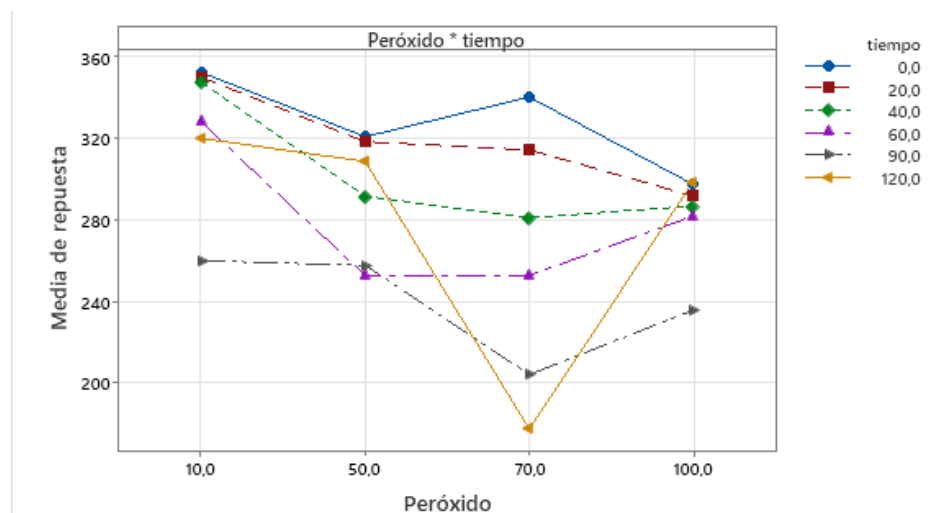
*Regresión lineal el efecto de la adición de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>).*

Concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Ecuación de la recta	R <sup>2</sup>
10 mg/L	$y = -0,0017x + 5,875$	0,4268
50 mg/L	$y = -0,001x + 5,7239$	0,1691
70 mg/L	$y = -0,0056x + 5,8507$	0,9944
100 mg/L	$y = -0,0007x + 5,676$	0,1178

Según el análisis de regresión lineal del efecto que produce el añadir peróxido en la reacción, se observa en la Tabla 13 que solamente al añadir 70 mg/L su R<sup>2</sup> se acerca a la unidad y su constante de velocidad de reacción es la más alta, en comparación con las demás concentraciones analizadas. Por tanto, se concluye que al añadir 70 mg/L de peróxido en la reacción, mejora se velocidad de degradación de DQO con el tiempo, debido a que ayuda en la formación de radicales hidroxilo, y previene la recombinación de electrones, mejorando la adsorción de dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>) por la luz (Nguyen et al., 2020).

**Figura 7.**

*Interacción entre factores.*



*Nota.* Efecto de interacciones con respecto a la media ajustada

Como se observa en la **Figura 7** de interacción de factores, donde se analiza el tiempo de reacción y la concentración de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). El menor valor de DQO se presenta a los 120 min de reacción con una concentración de 70 mg/L, lo que afirma nuestra conclusión sobre la eficiencia de degradación de DQO y la velocidad de reacción.

Cabe mencionar que la lampara de luz UV utilizada durante todo el proceso de fotocatalisis, producía una cierta cantidad de ozono, que es un componente inorgánico capaz de aumentar la cantidad de electrones atrapados, evitando así su recombinación. Además, las moléculas de ozono se adsorben en la superficie del catalizador produciendo radicales de oxígeno activos que reaccionan con el agua, formando radicales hidroxilo, mejorando la eficiencia del tratamiento (**Rueda-Marquez et al., 2020**). La combinación del peróxido de hidrógeno, y el ozono logran un efecto de oxidación sinérgico (**Duan et al., 2020**).

### 3.2.2.5. Análisis TCLP

Los agregados formados en la neutralización del efluente fueron analizados por el procedimiento de lixiviación característica de toxicidad (TCLP), adaptando a la metodología establecida por el EPA 1311, comprando los valores con los máximos permisibles en las Tablas 9 y 10 del Anexo 1 Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes, Libro VI del TULSMA (**Anexo H**).

**Tabla 14.**

*Caracterización TCLP de lodos neutralizados aplicando tres tratamientos.*

Parámetro	Unidad	1	2	3	Limite máx. permisible *
Nitrógeno amoniacal (N-NH <sub>3</sub> )	mg/L	0,5 ± 0,5	0,6 ± 0,5	0,8 ± 0,5	30
Nitrato (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	mg/L	0,2 ± 0,5	0,4 ± 0,5	0,6 ± 0,5	-
Fosfato (P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> )	mg/L	2 ± 0,04	2,4 ± 0,04	3 ± 0,04	-

Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	mg/L	1,5 ± 0,5	3 ± 0,5	4,5 ± 0,5	1000
Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	mg/L	1393 ± 4	1473 ± 4	1350 ± 4	1000
Cromo VI (Cr <sup>+6</sup> )	mg/L	0,002	0,005	0,004	0,5
Zinc (Zn)	mg/L	3,5 ± 0,03	2,3 ± 0,03	1,1 ± 0,03	5
Hierro (Fe)	mg/L	0,26 ± 0,04	0,15±0,03	0,11±0,03	10
Aluminio (Al)	mg/L	ND	ND	ND	5
Manganeso (Mn)	mg/L	4 ± 0,2	4 ± 0,2	4 ± 0,2	10
Cobre (Cu)	mg/L	0,3 ± 0,02	0,3 ± 0,02	0,3 ± 0,02	1
Cadmio (Cd)	mg/L	0,128	0,195	0,156	0,1
Níquel (Ni)	mg/L	ND	ND	ND	2
Cromo Total (Cr)	mg/L	0,44	0,405	0,512	-
Plomo (Pb)	mg/L	ND	ND	ND	0,2
Arsénico (As)	mg/L	ND	ND	ND	0,1

NOTA. ND, no detectado. \*Límite TULSMA basado en el método EPA 1311

Se aplicó el análisis TCLP a los agregados formados en el proceso de neutralización, que simula las condiciones de los lixiviados de relleno sanitario, debido a la inmovilización de los contaminantes y el ácido acético añadido; como se observa en la Tabla 14, la mayoría de los contaminantes analizados cumplen con la normativa, debido a los precipitados de hidróxidos y carbonatos metálicos formados, obteniendo un aumento de la resistencia mecánica de la matriz, dado las características del cemento, como su alta alcalinidad y su pH alcalino (Asaithambi et al., 2020). Sin embargo, la cantidad de sulfato supera el límite permisible establecido en la normativa, debido a la alta concentración de iones sulfatos en el efluente original, que reaccionan con el hidróxido de calcio, Ca(OH)<sub>2</sub> añadido, formando un precipitado insoluble que se separa de la solución mediante precipitación física (Lu et al., 2019). Por tanto, según los resultados obtenidos se establece que el tratamiento 1, que consta de 40% de lodos neutralizados y 60% del inmovilizador cemento, constituye el mejor tratamiento del análisis TCLP, debido a su menor contenido de contaminantes en comparación con los otros dos tratamientos.

### 3.2.2.6. Caracterización final del efluente

Se caracterizó el tratamiento donde se obtuvo un mayor porcentaje de eliminación de DQO una mayor constante de velocidad y un  $R^2$  más cercano a la unidad, que constituye la dilución 1/40 a pH 5,6, tratada con 1 g/L de  $TiO_2$  en suspensión, y 70 mg/L de peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) a 120 min de irradiación UV con agitación constante, donde se obtuvo el 50% de eliminación de DQO.

**Tabla 15.**

*Caracterización final del efluente tratado con fotocatalisis (dil 1:40)*

Parámetro	Unidad	Efluente	Límite máx. permisible *
pH	---	6,1	6-9
Conductividad	$\mu S/cm$	$868 \pm 0,6$	-
Turbidez	NTU	$3,58 \pm 0,4$	-
DBO	mg/L	20	
DQO	mg/L	$180 \pm 5$	500
Nitrógeno amoniacal (N-NH <sub>3</sub> )	mg/L	$17,3 \pm 0,5$	-
Nitrato (NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> )	mg/L	$0,1 \pm 0,5$	-
Fosfato (P-PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> )	mg/L	$0,163 \pm 0,04$	-
Cloruros (Cl <sup>-</sup> )	mg/L	$5,8 \pm 0,5$	-
Sulfatos (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> )	mg/L	$390 \pm 5$	400
Cromo VI (Cr <sup>+6</sup> )	mg/L	0,001	0,5
Zinc (Zn)	mg/L	$0,05 \pm 0,03$	10
Hierro (Fe)	mg/L	$0,28 \pm 0,04$	25
Aluminio (Al)	mg/L	0	5
Manganeso (Mn)	mg/L	$0,7 \pm 0,2$	10
Cobre (Cu)	mg/L	$0,09 \pm 0,2$	1
Cadmio (Cd)	mg/L	0,012	0,02
Níquel (Ni)	mg/L	0,029	2
Cromo Total (Cr)	mg/L	0,106	-
Plomo (Pb)	mg/L	0,062	0,5
Arsénico (As)	mg/L	ND	0,1

*Nota.* \*Límite establecido por la normativa TULSMA, Tabla 8 (**Anexo B**)

Según los parámetros detallados en la Tabla 15, no se logró la mineralización completa de los contaminantes orgánicos en el agua pretratada, sin embargo, la mayoría de los

parámetros detallados están por debajo del límite establecido por la normativa. El contenido de sulfatos de 390 mg/L constituye el valor más alto en el efluente, seguido del contenido de nitrógeno amoniacal 17,3 mg/L y fosfatos 0,163 mg/L, dando a entender que los iones entraron en competencia por los sitios activos en la superficie del catalizador **(Chemlal et al., 2013)**. Se observó el mismo mecanismo en la investigación realizada por **Vela et al., (2018)** donde analizó la degradación de pesticidas por fotocatalisis con dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>), luego de 240 min de reacción no alcanzo la mineralización completa de los contaminantes y reporto el aumento de la concentración de sulfatos y nitratos, concluyendo que existe una generación de algunos intermedios recalcitrantes producidos durante la reacción fotocatalítica.

Aunque la prueba en suspensión se realizó a pH 5,6, se observa un cambio en su valor a 6,1 debido a los efectos simultáneos entre el catalizador y el peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), donde los radicales generados participan en las reacciones de oxidación, y el cambio de pH ocurre por la liberación de iones hidrógeno; sin embargo, su valor no tiene un cambio drástico, por lo que se supone no influye en la eficiencia del método **(Saha et al., 2018)**.

Aunque el valor de DQO está dentro del rango establecido por la normativa; el alto contenido de nitrógeno amoniacal de 17,3 mg/L se explica por la variedad de contaminantes presentes en la muestra que produce una heterogeneidad en la naturaleza de la carga eléctrica de sus superficies exteriores, por ende, se puede suponer que las sustancias orgánicas entraron en competencia con el amoníaco para adsorberse en la superficie del catalizador, explicando su baja reducción. Concluyendo que el pH de la solución influye en la reducción del nitrógeno amoniacal, donde a un pH más alcalino mejoraría su eliminación **(Chemlal et al., 2013; Hassan et al., 2016)**.

En cuanto a metales pesados, se observa que todos los metales están por debajo del límite establecido por la normativa, dado que en el proceso fotocatalítico las especies iónicas de los metales pesados se convierten en su estado de valencia cero, resultando en especies solubles menos tóxicas, debido al mecanismo de reducción directa por electrones fotogenerados **(Elleuch et al., 2020)**. El pH en el que se realizó la reacción de fotocatalisis también influye en la eliminación de metales pesados, debido a que en

un pH menor a 6,8 los agujeros son las especies dominantes y se produce una mejor reducción de metales pesados (Gopinath et al., 2020).

### 3.2.2.7. Análisis DBO<sub>5</sub>

Para el análisis del DBO<sub>5</sub> se utilizó un inóculo de lodos activados de la PTAR. La siguiente tabla muestra los resultados de los análisis de Demanda Bioquímica de Oxígeno en el equipo OXITOP para el blanco (agua destilada e inóculo microbiano activado), muestra pretratada (agua residual pretratada, dilución 1:40 e inóculo microbiano activado) y muestra tratada por fotocatalisis (agua residual tratada dilución 1:40).

**Tabla 16.**

*Resultados de DBO<sub>5</sub> y la relación DBO<sub>5</sub>/DQO*

	DBO <sub>5</sub> (mg/L)	DBO <sub>5</sub> /DQO
<b>Blanco</b>	10	-
<b>Muestra pretratada, t =0</b>	120	0,40
<b>Muestra tratada, t =120 min</b>	20	0,11

A pesar de que existe una disminución del contenido orgánico en la muestra, se observa un aumento de la toxicidad del efluente tratado por fotocatalisis (Tabla 16) con un valor de DBO<sub>5</sub>/DQO de 0,11 lo que implica que los productos después del tratamiento fotocatalítico son menos biodegradables que el efluente pretratado DBO<sub>5</sub>/DQO de 0,40. Debido a que los procesos de oxidación avanzada pueden generar subproductos tóxicos, por la transformación de los contaminantes objetivo en el agua a partir de la materia orgánica efluente, que en algunos casos, forman subproductos que son aún más peligrosos que el contaminante original (Duan et al., 2020). Informaron resultados similares en la investigación realizada por Tichonovas et al., (2018) donde analizó aguas residuales de la industria de muebles, tratadas por oxidación avanzada, en el que reportó un aumento de la toxicidad del agua hasta el 86% luego de 60 min de reacción, afirmando que los subproductos de la descomposición por oxidación avanzada pueden ser más tóxicos que las sustancias iniciales, incluso en bajas concentraciones de iones.



La disminución del valor de DBO<sub>5</sub>/DQO también puede atribuirse al contenido de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) en la muestra tratada, que produce un incremento del tiempo de adaptación necesario para el desarrollo de grupos bacterianos más tolerantes **(Bezsenyi et al., 2021)**. Por tanto, el valor de DBO<sub>5</sub>/DQO de 0,4 de la muestra pretratada diluida 1:40 demuestra que es más fácilmente biodegradable, por lo que es más recomendable aplicar un tratamiento biológico antes de aplicar el tratamiento por fotocatalisis **(Adishkumar et al., 2015)**.

### **3.2. Verificación de la hipótesis**

Según los resultados obtenidos en la variación de los diferentes parámetros, se acepta la hipótesis alternativa, donde el tratamiento con dióxido de titanio (TiO<sub>2</sub>), radiación UVC en suspensión, y la adición de peróxido de hidrógeno (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), si degrada el agua residual de los laboratorios de análisis ambiental de la FCIAB, siempre y cuando su nivel de contaminación sea diluido 40 veces, que representa una cantidad significativa de contaminante.

## CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 4.1. Conclusiones

- Según la caracterización inicial del efluente todos los parámetros analizados estaban por sobre el límite establecido en la normativa, por lo que fue necesario aplicar un pretratamiento de neutralización y coagulación, que redujo considerablemente el contenido de sulfatos, fosforo, hierro, zinc, manganeso y metales pesados, debido a la formación de agregados débiles que precipitan físicamente y son separados por filtración.
- Según los resultados analizados, se encontró que a pH 5,6 existe una mayor eficiencia de eliminación de DQO, debido a que es el punto neutral del catalizador, donde las fuerzas de repulsión entre los contaminantes de carga positiva o negativa es mínima, mejorando la eficiencia de degradación. Además, el análisis de regresión lineal demostró un  $R^2$  más cercano a la unidad.
- La variación de las concentraciones de peróxido de hidrógeno demostró que, al añadirse en la reacción, su porcentaje de eliminación de DQO aumentó hasta el 50% a una concentración de 70 mg/L a pH 5,6, con un  $R^2$  de 0,9944 según el análisis de regresión lineal, que constituye el más cercano a la unidad, en comparación con las demás concentraciones añadidas.
- A pesar de que el porcentaje de eliminación de DQO constituye el 50%, la caracterización final del agua tratada demostró que no todos los contaminantes del agua tratada fueron degradados por el tratamiento, debido a la amplia variedad de contaminantes presentes, que produce una heterogeneidad en la naturaleza de la carga eléctrica de sus superficies exteriores, por ende, su nivel de reducción es menor.
- El valor de la relación  $DBO_5/DQO$  de 0,11 demuestra que el tratamiento por fotocatalisis posee contaminantes menos biodegradables que el efluente

pretratado diluido ( $DBO_5/DQO=0,40$ ) debido a la transformación de los contaminantes objetivo en el agua a partir de la materia orgánica efluente.

#### 4.2. Recomendaciones

- Se recomienda aplicar un tratamiento biológico al efluente pretratado diluido antes de aplicar el tratamiento por fotocátalisis, debido a que valor de  $DBO_5/DQO$  de 0,40 demuestra que es más factible a ser sometida en un tratamiento biológico.
- Se recomienda integrar el proceso de fotocátalisis, con otras técnicas, como procesos de proceso de separación por membrana, el uso de carbón activado como pretratamiento, debido a que puede haber un efecto sinérgico, aumentando el potencial en la descontaminación de agua residual. Incluso, se puede utilizar polímeros y biopolímeros como quitosano, quitina, celulosa y gelatina, acoplados con polímeros conductores que cumplen la función de fotocatalizadores para el tratamiento de aguas residuales.
- Existen investigaciones que afirman que el dopaje del catalizador con ciertos metales como el Ag, Zn, incluso con EDTA incrementan la velocidad de reacción y la eficiencia de eliminación de contaminantes, sin necesidad de hacer un pretratamiento, por ende, se recomienda su aplicación para futuras investigaciones.
- Para futuras investigaciones se recomienda analizar la variación de  $DBO_5/DQO$  con respecto al tiempo, con el fin de determinar en qué momento el avance de la oxidación genera subproductos de oxidación más biodegradables.

## Bibliografia

- Abdelfattah, I., & Ismail, A. A. (2023). Reduction of COD concentration and complete removal of phenol in industrial wastewater utilizing mesoporous TiO<sub>2</sub> nanoparticles under UVA illumination. *Optical Materials*, 145, 114410. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2023.114410>
- Abouzari, M., Pahlavani, P., Izaditame, F., & Bigdeli, B. (2021). Estimating the chemical oxygen demand of petrochemical wastewater treatment plants using linear and nonlinear statistical models – A case study. *Chemosphere*, 270, 129465. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.129465>
- Abu Shmeis, R. M. (2018). Water Chemistry and Microbiology. En *Comprehensive Analytical Chemistry* (Vol. 81, pp. 1–56). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/bs.coac.2018.02.001>
- Adishkumar, S., Kanmani, S., Rajesh Banu, J., & Tae Yeom, I. (2015). Evaluation of bench-scale solar photocatalytic reactors for degradation of phenolic wastewaters. *Desalination and Water Treatment*, 1–9. <https://doi.org/10.1080/19443994.2015.1083481>
- Ahmad, N., Anae, J., Khan, M. Z., Sabir, S., Yang, X. J., Thakur, V. K., Campo, P., & Coulon, F. (2021). Visible light-conducting polymer nanocomposites as efficient photocatalysts for the treatment of organic pollutants in wastewater. *Journal of Environmental Management*, 295, 113362. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2021.113362>

- Ahmad, R., Ahmad, Z., Khan, A. U., Mastoi, N. R., Aslam, M., & Kim, J. (2016). Photocatalytic systems as an advanced environmental remediation: Recent developments, limitations and new avenues for applications. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4(4), 4143–4164. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2016.09.009>
- Akbal, F., & Camcı, S. (2010). Comparison of Electrocoagulation and Chemical Coagulation for Heavy Metal Removal. *Chemical Engineering & Technology*, 33(10), 1655–1664. <https://doi.org/10.1002/ceat.201000091>
- Al-Mamun, M. R., Kader, S., Islam, M. S., & Khan, M. Z. H. (2019). Photocatalytic activity improvement and application of UV-TiO<sub>2</sub> photocatalysis in textile wastewater treatment: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(5), 103248. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103248>
- APHA, AWWA, & WEF. (2017). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (23a ed.). Rodger B. Baird, Eugene W. Rice, and Steven Posavec.
- Asaithambi, P., Govindarajan, R., Yesuf, M. B., & Alemayehu, E. (2020). Removal of color, COD and determination of power consumption from landfill leachate wastewater using an electrochemical advanced oxidation processes. *Separation and Purification Technology*, 233, 115935. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.115935>
- Ata, R., Sacco, O., Vaiano, V., Rizzo, L., Tore, G. Y., & Sannino, D. (2017). Visible light active N-doped TiO<sub>2</sub> immobilized on polystyrene as efficient system for wastewater treatment. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 348, 255–262. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2017.08.054>

- Azadi, S., Karimi-Jashni, A., Javadpour, S., & Amiri, H. (2020). Photocatalytic treatment of landfill leachate: A comparison between N-, P-, and N-P-type TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Environmental Technology & Innovation*, *19*, 100985. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2020.100985>
- Banerjee, S., Dionysiou, D. D., & Pillai, S. C. (2015). Self-cleaning applications of TiO<sub>2</sub> by photo-induced hydrophilicity and photocatalysis. *Applied Catalysis B: Environmental*, *176–177*, 396–428. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2015.03.058>
- Bezsenyi, A., Sági, G., Makó, M., Wojnárovits, L., & Takács, E. (2021). The effect of hydrogen peroxide on the biochemical oxygen demand (BOD) values measured during ionizing radiation treatment of wastewater. *Radiation Physics and Chemistry*, *189*, 109773. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2021.109773>
- Bickley, R. I., Slater, M. J., & Wang, W.-J. (2005). Engineering Development of a Photocatalytic Reactor for Waste Water Treatment. *Process Safety and Environmental Protection*, *83(3)*, 205–216. <https://doi.org/10.1205/psep.04028>
- Bilici Baskan, M., & Pala, A. (2010). A statistical experiment design approach for arsenic removal by coagulation process using aluminum sulfate. *Desalination*, *254(1–3)*, 42–48. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2009.12.016>
- Brandt, M. J., Johnson, K. M., Elphinston, A. J., & Ratnayaka, D. D. (2017). Storage, Clarification and Chemical Treatment. En *Twort's Water Supply* (pp. 323–366). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100025-0.00008-9>
- Chemlal, R., Abdi, N., Drouiche, N., Lounici, H., Pauss, A., & Mameri, N. (2013). Rehabilitation of Oued Smar landfill into a recreation park: Treatment of the

- contaminated waters. *Ecological Engineering*, 51, 244–248.  
<https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2012.12.019>
- Collivignarelli, M. C., Abbà, A., Carnevale Miino, M., Arab, H., Bestetti, M., & Franz, S. (2020). Decolorization and biodegradability of a real pharmaceutical wastewater treated by H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-assisted photoelectrocatalysis on TiO<sub>2</sub> meshes. *Journal of Hazardous Materials*, 387, 121668.  
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121668>
- Daghrir, R., Drogui, P., & Robert, D. (2013). Modified TiO<sub>2</sub> For Environmental Photocatalytic Applications: A Review. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52(10), 3581–3599. <https://doi.org/10.1021/ie303468t>
- De Oliveira Anício, S., Dos Santos Lopes, V., & De Oliveira, A. L. (2021). PSD and Fractal Dimension for flocculation with different parameters and ferric chloride, aluminium polychloride and aluminium sulfate as coagulants. *Journal of Water Process Engineering*, 43, 102180.  
<https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2021.102180>
- Duan, X., Yang, S., Waclawek, S., Fang, G., Xiao, R., & Dionysiou, D. D. (2020). Limitations and prospects of sulfate-radical based advanced oxidation processes. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(4), 103849.  
<https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.103849>
- Elleuch, L., Messaoud, M., Djebali, K., Attafi, M., Cherni, Y., Kasmi, M., Elaoud, A., Trabelsi, I., & Chatti, A. (2020). A new insight into highly contaminated landfill leachate treatment using Kefir grains pre-treatment combined with Ag-doped TiO<sub>2</sub> photocatalytic process. *Journal of Hazardous Materials*, 382, 121119. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121119>

- EPA. (1993). Method 180.1: Determination of Turbidity by Nephelometry. En *Methods for the Determination of Metals in Environmental Samples* (2a ed., pp. 378–387). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-8155-1398-8.50021-5>
- Gopinath, K. P., Madhav, N. V., Krishnan, A., Malolan, R., & Rangarajan, G. (2020). Present applications of titanium dioxide for the photocatalytic removal of pollutants from water: A review. *Journal of Environmental Management*, 270, 110906. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2020.110906>
- Groele, J., & Foster, J. (2019). Hydrogen Peroxide Interference in Chemical Oxygen Demand Assessments of Plasma Treated Waters. *Plasma*, 2(3), 294–302. <https://doi.org/10.3390/plasma2030021>
- Guo, Q., Zhou, C., Ma, Z., & Yang, X. (2019). Fundamentals of TiO<sub>2</sub> Photocatalysis: Concepts, Mechanisms, and Challenges. *Advanced Materials*, 31(50), 1901997. <https://doi.org/10.1002/adma.201901997>
- HANNA INSTRUMENTS. (2020). *Manual de instrucciones. HI 83399 Fotómetro multiparamétrico con DQO.* [https://cdn.hannacolombia.com/hannacdn/support/manual/2020/08/Manual\\_HI\\_83399.pdf](https://cdn.hannacolombia.com/hannacdn/support/manual/2020/08/Manual_HI_83399.pdf)
- Hassan, M., Zhao, Y., & Xie, B. (2016). Employing TiO<sub>2</sub> photocatalysis to deal with landfill leachate: Current status and development. *Chemical Engineering Journal*, 285, 264–275. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.09.093>
- Hijnen, W. A. M., Beerendonk, E. F., & Medema, G. J. (2006). Inactivation credit of UV radiation for viruses, bacteria and protozoan (oo)cysts in water: A review. *Water Research*, 40(1), 3–22. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2005.10.030>
- INEN NTE. (2013a). 12002. AGUA. DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO5). <https://www.trabajo.gob.ec/wp-content/uploads/2012/10/NTE->



INEN-1202-AGUAS.-DEMANDA-BIOQUÍMICA-DE-OXÍGENO-  
DBO5.pdf?x42051

INEN NTE. (2013b). *INEN NTE 2169. Agua. Calidad del agua, muestreo, manejo y conservación de muestras.* <https://www.trabajo.gob.ec/wp-content/uploads/2012/10/NTE-INEN-2169-AGUA.-CALIDAD-DEL-AGUA.-MUESTREO.-MANEJO-Y-CONSERVACIÓN-DE-MUESTRAS.pdf?x42051>

Jabri, H. A., & Feroz, S. (2015). The Effect of Combining TiO<sub>2</sub> and ZnO in the Pretreatment of Seawater Reverse Osmosis Process. *International Journal of Environmental Science and Development*, 6(4), 348–351. <https://doi.org/10.7763/IJESD.2015.V6.616>

Jallouli, N., Pastrana-Martínez, L. M., Ribeiro, A. R., Moreira, N. F. F., Faria, J. L., Hentati, O., Silva, A. M. T., & Ksibi, M. (2018). Heterogeneous photocatalytic degradation of ibuprofen in ultrapure water, municipal and pharmaceutical industry wastewaters using a TiO<sub>2</sub>/UV-LED system. *Chemical Engineering Journal*, 334, 976–984. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.10.045>

Jarnerud, T., Karasev, A. V., & Jönsson, P. G. (2021). Neutralization of Acidic Wastewater from a Steel Plant by Using CaO-Containing Waste Materials from Pulp and Paper Industries. *Materials*, 14(10), 2653. <https://doi.org/10.3390/ma14102653>

Jia, C., Wang, Y., Zhang, C., & Qin, Q. (2011). UV-TiO<sub>2</sub> Photocatalytic Degradation of Landfill Leachate. *Water, Air, & Soil Pollution*, 217(1–4), 375–385. <https://doi.org/10.1007/s11270-010-0594-7>

Khan, S., Naushad, Mu., Al-Gheethi, A., & Iqbal, J. (2021). Engineered nanoparticles for removal of pollutants from wastewater: Current status and future prospects

- of nanotechnology for remediation strategies. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(5), 106160.  
<https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.106160>
- Konstantinou, I. K., & Albanis, T. A. (2004). TiO<sub>2</sub>-assisted photocatalytic degradation of azo dyes in aqueous solution: Kinetic and mechanistic investigations. *Applied Catalysis B: Environmental*, 49(1), 1–14.  
<https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2003.11.010>
- Lu, C.-C., Hsu, M. H., & Lin, Y.-P. (2019). Evaluation of heavy metal leachability of incinerating recycled aggregate and solidification/stabilization products for construction reuse using TCLP, multi-final pH and EDTA-mediated TCLP leaching tests. *Journal of Hazardous Materials*, 368, 336–344.  
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.01.066>
- Mañunga, T., Gutiérrez, H. M., Rodríguez Victoria, J. A., & Villarreal Díaz, A. (2010). Treatment of COD analysis liquid wastes generated in environmental laboratories. *Ingeniería e Investigación*, 30(2), 87–95.  
<https://doi.org/10.15446/ing.investig.v30n2.15738>
- Mohammed, N., Palaniandy, P., Shaik, F., Mewada, H., & Balakrishnan, D. (2023). Comparative studies of RSM Box-Behnken and ANN-Anfis fuzzy statistical analysis for seawater biodegradability using TiO<sub>2</sub> photocatalyst. *Chemosphere*, 314, 137665.  
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.137665>
- Mortadi, A., Chahid, E. G., Nasrellah, H., Cherkaoui, O., & El Moznine, R. (2019). Dielectric and electric properties as a tool to investigate the coagulation mechanism during sludge treatment. *Environmental Technology*, 40(1), 72–85.  
<https://doi.org/10.1080/09593330.2017.1378927>

- Mortadi, A., Elmelouky, A., Chahid, E. G., Essajai, R., Naserllah, H., Chahbi, M., Ghyati, N., Zaim, S., Cherkaoui, O., & El Moznine, R. (2020). Effects of calcium oxide on the surface properties of industrial sludge by analyzing rheological and electrical properties. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(3), 103764. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.103764>
- Mulyadi, D., Haryati, S., & Said, M. (2020). The Effect of Calcium Oxide and Aluminum Sulfate on Iron, Manganese and Color Removal at Peat Water Treatment. *Indonesian Journal of Fundamental and Applied Chemistry*, 5(2), 42–48. <https://doi.org/10.24845/ijfac.v5.i2.42>
- Nguyen, T. P., Tran, Q. B., Ly, Q. V., Thanh Hai, L., Le, D. T., Tran, M. B., Ho, T. T. T., Nguyen, X. C., Shokouhimehr, M., Vo, D.-V. N., Lam, S. S., Do, H.-T., Kim, S. Y., Van Tung, T., & Van Le, Q. (2020). Enhanced visible photocatalytic degradation of diclofenac over N-doped TiO<sub>2</sub> assisted with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: A kinetic and pathway study. *Arabian Journal of Chemistry*, 13(11), 8361–8371. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.05.023>
- Nogueira, V., Lopes, I., Rocha-Santos, T. A. P., Gonçalves, F., & Pereira, R. (2018). Treatment of real industrial wastewaters through nano-TiO<sub>2</sub> and nano-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> photocatalysis: Case study of mining and kraft pulp mill effluents. *Environmental Technology*, 39(12), 1586–1596. <https://doi.org/10.1080/09593330.2017.1334093>
- Norouzi, M., Fazeli, A., & Tavakoli, O. (2020). Phenol contaminated water treatment by photocatalytic degradation on electrospun Ag/TiO<sub>2</sub> nanofibers: Optimization by the response surface method. *Journal of Water Process Engineering*, 37, 101489. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101489>

- OMS. (2022). *Agua para consumo humano*. <https://www.who.int/es/news-room/fact-sheets/detail/drinking-water>
- Pelaez, M., Nolan, N. T., Pillai, S. C., Seery, M. K., Falaras, P., Kontos, A. G., Dunlop, P. S. M., Hamilton, J. W. J., Byrne, J. A., O'Shea, K., Entezari, M. H., & Dionysiou, D. D. (2012). A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. *Applied Catalysis B: Environmental*, 125, 331–349. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2012.05.036>
- PG Instruments. (2016). *Analytical Cookbook, AA500 Atomic Absorption Spectrometer*.
- Rauf, M. A., & Ashraf, S. S. (2009). Fundamental principles and application of heterogeneous photocatalytic degradation of dyes in solution. *Chemical Engineering Journal*, 151(1–3), 10–18. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.02.026>
- Reza, K. M., Kurny, A., & Gulshan, F. (2017). Parameters affecting the photocatalytic degradation of dyes using TiO<sub>2</sub>: A review. *Applied Water Science*, 7(4), 1569–1578. <https://doi.org/10.1007/s13201-015-0367-y>
- Rueda-Marquez, J. J., Levchuk, I., Fernández Ibañez, P., & Sillanpää, M. (2020). A critical review on application of photocatalysis for toxicity reduction of real wastewaters. *Journal of Cleaner Production*, 258, 120694. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120694>
- Sacco, O., Sannino, D., & Vaiano, V. (2019). Packed Bed Photoreactor for the Removal of Water Pollutants Using Visible Light Emitting Diodes. *Applied Sciences*, 9(3), 472. <https://doi.org/10.3390/app9030472>
- Saha, D., Desipio, M. M., Hoinkis, T. J., Smeltz, E. J., Thorpe, R., Hensley, D. K., Fischer-Drowos, S. G., & Chen, J. (2018). Influence of hydrogen peroxide in

- enhancing photocatalytic activity of carbon nitride under visible light: An insight into reaction intermediates. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(4), 4927–4936. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.07.030>
- Schmitt, F. O., Rodrigues, R. T., & Oliveira, C. (2021). Efficacy of two natural tannins-based polymers in contrast to aluminum sulfate for drinking water production. *Cleaner Engineering and Technology*, 3, 100099. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100099>
- Shan, A. Y., Ghazi, T. I. Mohd., & Rashid, S. A. (2010). Immobilisation of titanium dioxide onto supporting materials in heterogeneous photocatalysis: A review. *Applied Catalysis A: General*, 389(1–2), 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2010.08.053>
- Talwar, S., Sangal, V. K., & Verma, A. (2018). Feasibility of using combined TiO<sub>2</sub> photocatalysis and RBC process for the treatment of real pharmaceutical wastewater. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 353, 263–270. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2017.11.013>
- Thakur, I., Örmeci, B., & Verma, A. (2020). Inactivation of E. coli in water employing Fe-TiO<sub>2</sub> composite incorporating in-situ dual process of photocatalysis and photo-Fenton in fixed-mode. *Journal of Water Process Engineering*, 33, 101085. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.101085>
- Thakur, I., Verma, A., & Örmeci, B. (2021a). Mathematical modeling of E. coli inactivation in water using Fe-TiO<sub>2</sub> composite in a fixed bed reactor. *Separation and Purification Technology*, 260, 118242. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.118242>
- Thakur, I., Verma, A., & Örmeci, B. (2021b). Visibly active Fe-TiO<sub>2</sub> composite: A stable and efficient catalyst for the catalytic disinfection of water using a once-

- through reactor. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(6), 106322. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.106322>
- Thambiliyagodage, C. (2022). Efficient photocatalysis of carbon coupled TiO<sub>2</sub> to degrade pollutants in wastewater – A review. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 18, 100737. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2022.100737>
- Tichonovas, M., Krugly, E., Grybauskas, A., Jankūnaitė, D., Račys, V., & Martuzevičius, D. (2018). Advanced oxidation-based treatment of furniture industry wastewater. *Environmental Technology*, 39(17), 2215–2222. <https://doi.org/10.1080/09593330.2017.1352037>
- TULSMA. (2015). *Anexo I, Libro VI del TULSMA: Normas generales de criterios de calidad para los usos de las aguas superficiales, marítimas y de estuarios*.
- UNESCO. (2017, marzo 22). *¿Son las aguas residuales el nuevo ‘oro negro’?* | UNESCO. <https://www.unesco.org/es/articles/son-las-aguas-residuales-el-nuevo-oro-negro>
- United Nations Educational, Scientific and Cultural Organization. (2016). *Informe de las Naciones Unidas Sobre el Desarrollo de los Recursos Hídricos en el Mundo 2016: Agua y Empleo*. UN. <https://doi.org/10.18356/e9ff6a85-es>
- US EPA. (1992). *METHOD 1311. Toxicity Characteristic Leaching Procedure*. <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/1311.pdf>
- Vela, N., Calín, M., Yáñez-Gascón, M. J., Garrido, I., Pérez-Lucas, G., Fenoll, J., & Navarro, S. (2018). Photocatalytic oxidation of six pesticides listed as endocrine disruptor chemicals from wastewater using two different TiO<sub>2</sub> samples at pilot plant scale under sunlight irradiation. *Journal of*

*Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 353, 271–278.

<https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2017.11.040>

Wang, C., Sun, X., Shan, H., Zhang, H., & Xi, B. (2021). Degradation of Landfill Leachate Using UV-TiO<sub>2</sub> Photocatalysis Combination with Aged Waste Reactors. *Processes*, 9(6), 946. <https://doi.org/10.3390/pr9060946>

Wang, C., Wang, M., Xie, K., Wu, Q., Sun, L., Lin, Z., & Lin, C. (2011). Room temperature one-step synthesis of microarrays of N-doped flower-like anatase TiO<sub>2</sub> composed of well-defined multilayer nanoflakes by Ti anodization. *Nanotechnology*, 22(30), 305607. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/22/30/305607>

Wang, W., Huang, G., YU, J., & Wong, P. (2015). Advances in photocatalytic disinfection of bacteria: Development of photocatalysts and mechanisms. *Journal of environmental sciences (China)*, 34, 232-247. <https://doi.org/10.1016/j.jes.2015.05.003>

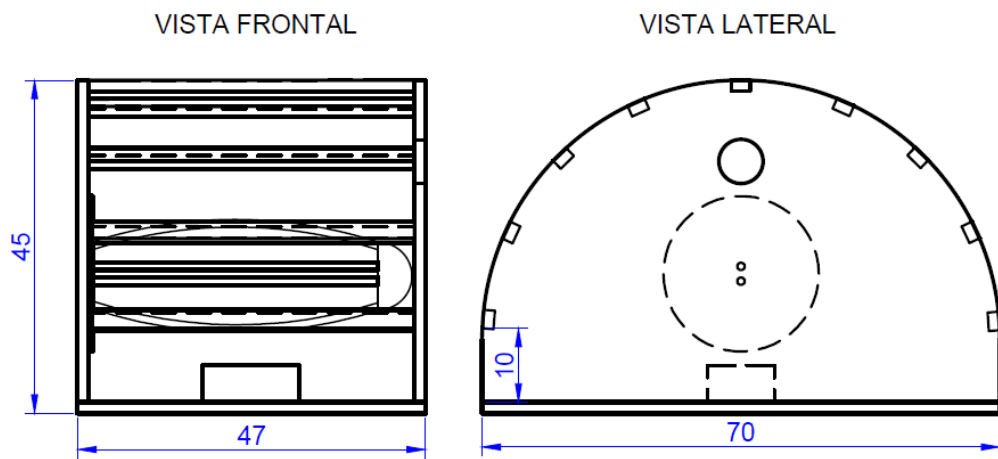
Xylem Analytics. (2019). *INSTRUCCIONES DE OPERACIÓN. OxiTop®-IDS*. [https://www.xylemanalytics.com/en/File%20Library/Resource%20Library/WTW/01%20Manuals/ba77045s01\\_36x0\\_Multi\\_OxiTop\\_DBO\\_WTW.pdf](https://www.xylemanalytics.com/en/File%20Library/Resource%20Library/WTW/01%20Manuals/ba77045s01_36x0_Multi_OxiTop_DBO_WTW.pdf)

## ANEXOS

### ANEXO A. Diseño de la cámara de luz UV

#### Figura 8.

*Vistas frontal y lateral del diseño de la cámara de luz UV*





Anexo B. Limite establecido por la normativa TULSMA Libro VI, Tabla 8

TABLA 8. LÍMITES DE DESCARGA AL SISTEMA DE ALCANTARILLADO PÚBLICO

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Aceites y grasas	Sust. solubles en hexano	mg/l	70,0
Explosivos o inflamables	Sustancias	mg/l	Cero
Alkil mercurio		mg/l	<b>No detectable</b>
Aluminio	Al	mg/l	5,0
Arsénico total	As	mg/l	0,1
Cadmio	Cd	mg/l	0,02
Cianuro total	CN <sup>-</sup>	mg/l	1,0
Cinc	Zn	mg/l	10,0
Cloro Activo	Cl	mg/l	0,5
Cloroformo	Extracto carbón cloroformo	mg/l	0,1
Cobalto total	Co	mg/l	0,5
Cobre	Cu	mg/l	1,0
Compuestos fenólicos	Expresado como fenol	mg/l	0,2
Compuestos organoclorados	Organoclorados totales	mg/l	0,05
Cromo Hexavalente	Cr <sup>VI</sup>	mg/l	0,5
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días)	DBO <sub>5</sub>	mg/l	250,0
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	500,0
Dicloroetileno	Dicloroetileno	mg/l	1,0
Fósforo Total	P	mg/l	15,0
Hidrocarburos Totales de Petróleo	TPH	mg/l	20,0
Hierro total	Fe	mg/l	25,0
Manganeso total	Mn	mg/l	10,0
Mercurio (total)	Hg	mg/l	0,01
Níquel	Ni	mg/l	2,0
Nitrógeno Total Kjeldahl	N	mg/l	60,0
Organofosforados	Especies Totales	mg/l	0,1
Plata	Ag	mg/l	0,5
Plomo	Pb	mg/l	0,5
Potencial de hidrógeno	pH		6-9
Selenio	Se	mg/l	0,5
Sólidos Sedimentables	SD	ml/l	20,0
Sólidos Suspendidos Totales	SST	mg/l	220,0
Sólidos totales	ST	mg/l	1 600,0
Sulfatos	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	mg/l	400,0
Sulfuros	S	mg/l	1,0
Temperatura	°C		< 40,0
Tensoactivos	Sustancias Activas al azul de metileno	mg/l	2,0
Tetracloruro de carbono	Tetracloruro de carbono	mg/l	1,0
Tricloroetileno	Tricloroetileno	mg/l	1,0

Fuente. (TULSMA, 2015).

**ANEXO C.** Pretratamiento aplicado a las muestras de agua residual de los laboratorios de análisis ambiental de la FCIAB.

**Tabla 17.**

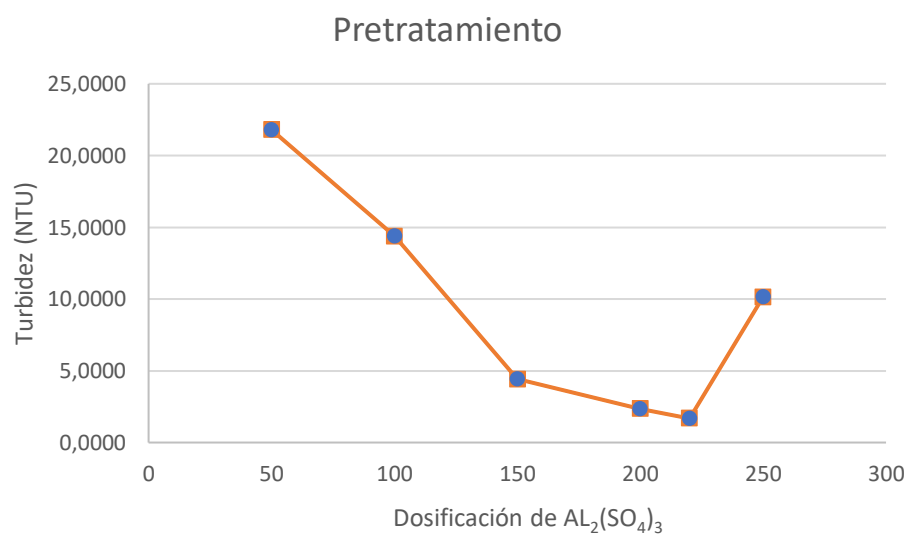
*Remoción de la turbidez aplicando diferentes concentraciones de sulfato de aluminio ( $Al_2(SO_4)_3$ )*

Dosificación (mg/L)	Turbidez (NTU)
50	21,79 ± 0,07
100	14,37 ± 0,08
150	9,85 ± 0,06
200	3,56 ± 0,04
220	1,67 ± 0,16
250	10,14 ± 0,24

*Nota.* Se muestra la media de tres replicas ± la desviación estándar

**Figura 9.**

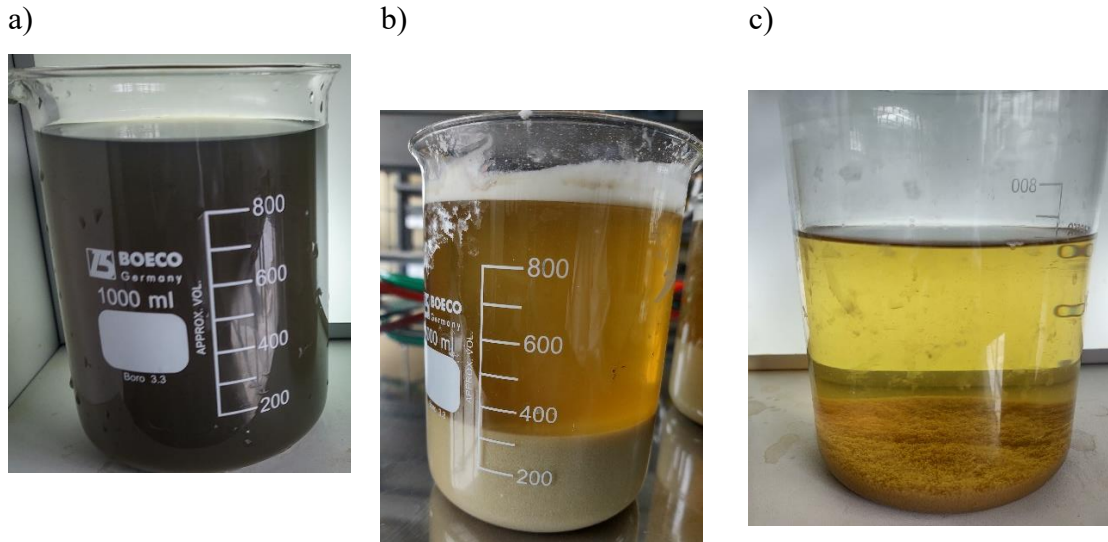
*Remoción de la turbidez con  $Al_2(SO_4)_3$*



*Nota.* La mejor remoción se encontró con 220 mg/L de  $Al_2(SO_4)_3$

**Figura 10.**

*Pretratamiento aplicado al efluente*

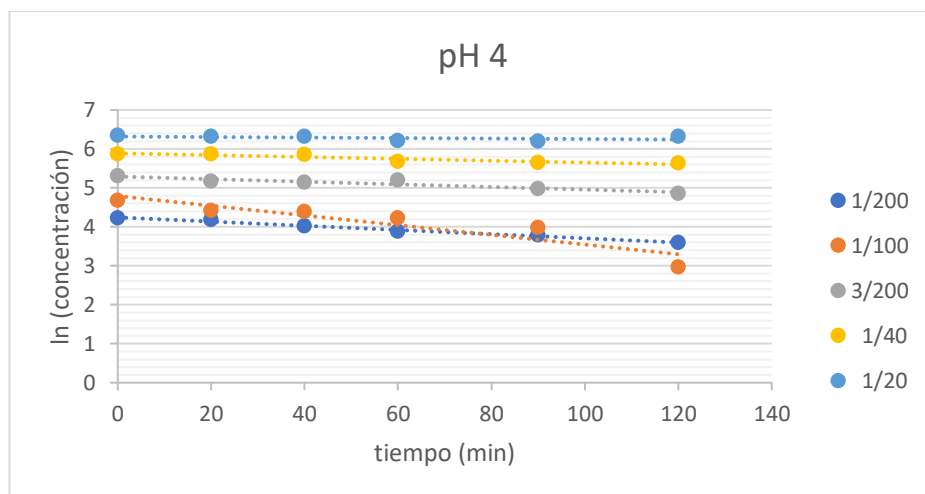


*Nota.* a) Efluente original b) Neutralización con óxido de cal c) Coagulación-floculación con sulfato de aluminio  $Al_2(SO_4)_3$

**ANEXO D.** Análisis de regresión lineal de las diferentes diluciones analizadas a los diferentes pH, y la adición de  $H_2O_2$

**Figura 11.**

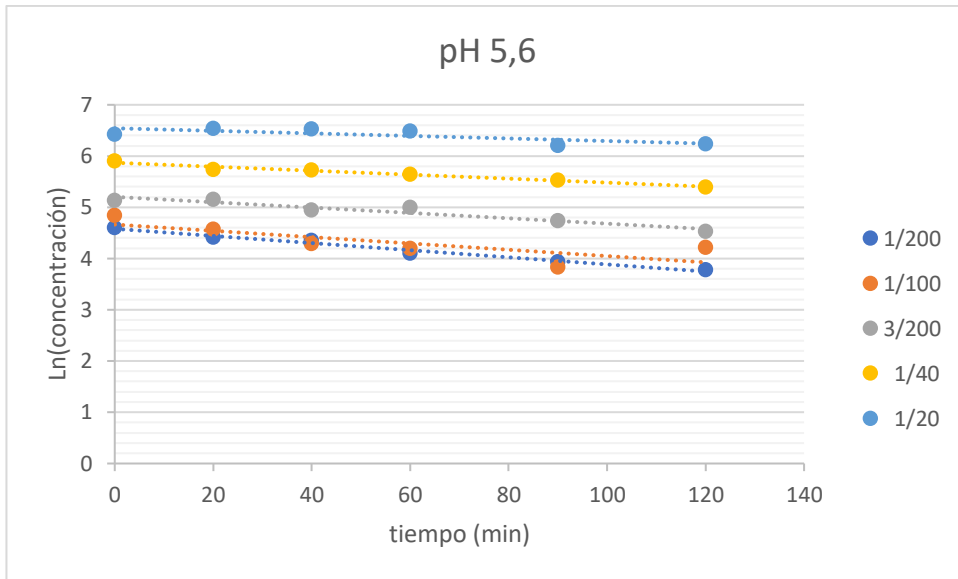
*Análisis de regresión lineal a pH 4*



*Nota.* Se observa la regresión lineal aplicando el ln de la concentración de DQO vs tiempo

**Figura 12.**

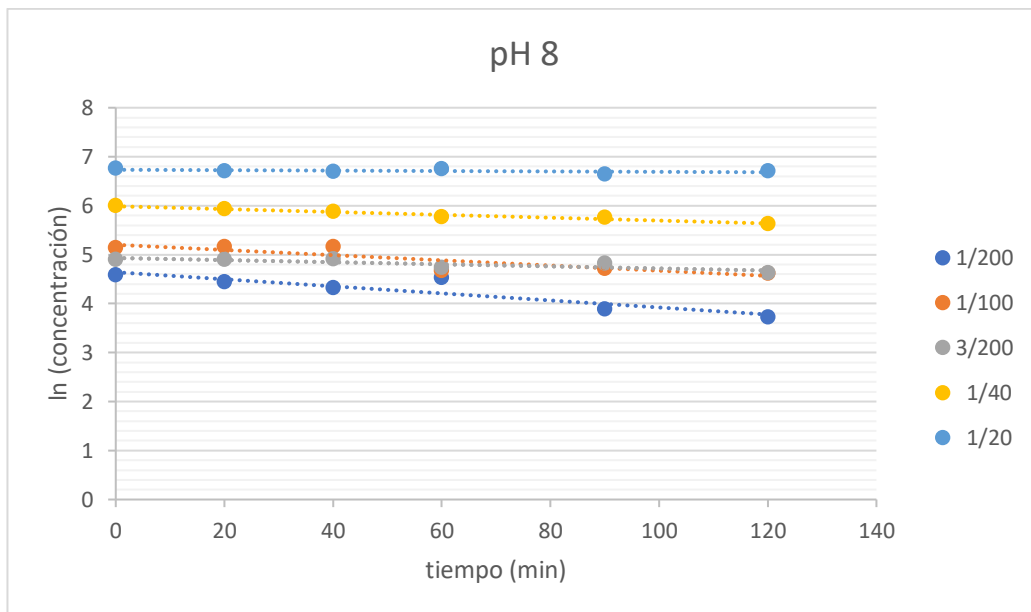
*Análisis de regresión lineal a pH 5,6*



*Nota.* Se observa la regresión lineal aplicando el ln de la concentración de DQO vs tiempo g

**Figura 13.**

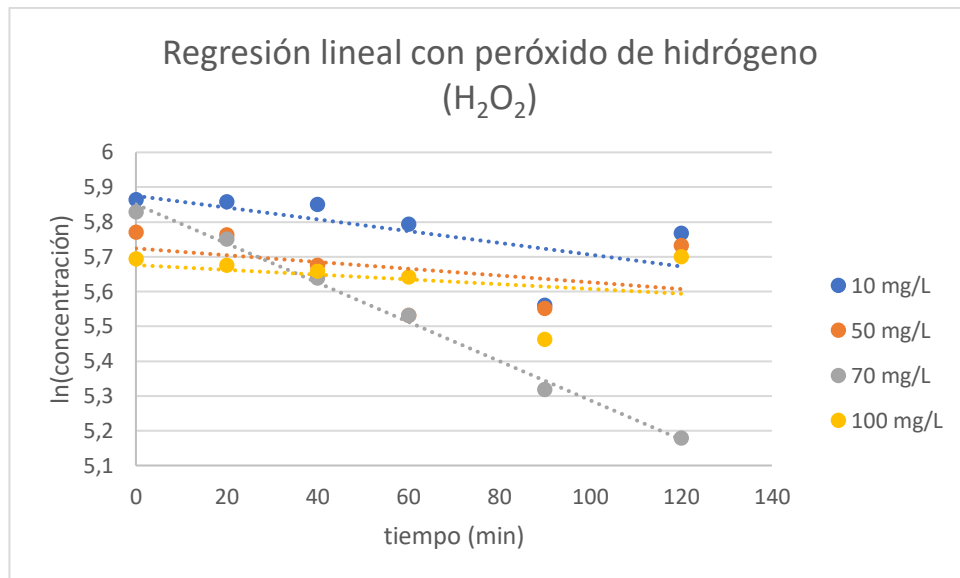
*Análisis de regresión lineal a pH 8*



*Nota.* Se observa la regresión lineal aplicando el ln de la concentración de DQO vs tiempo

**Figura 14.**

*Análisis de regresión lineal añadiendo peróxido de hidrógeno*

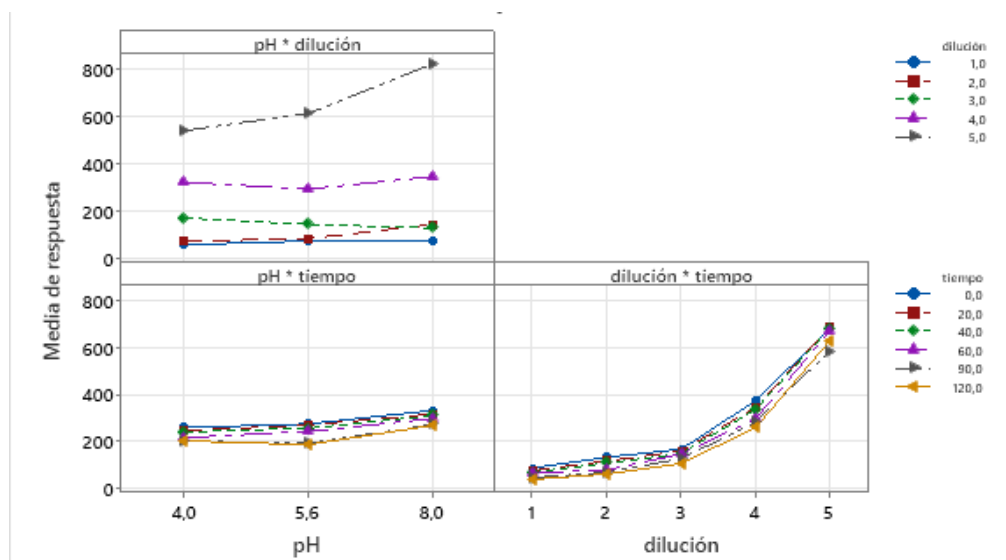


*Nota.* Tratamiento aplicado a la dilución 1/40 a pH 5,6

## ANEXO E. Análisis factorial

**Figura 15.**

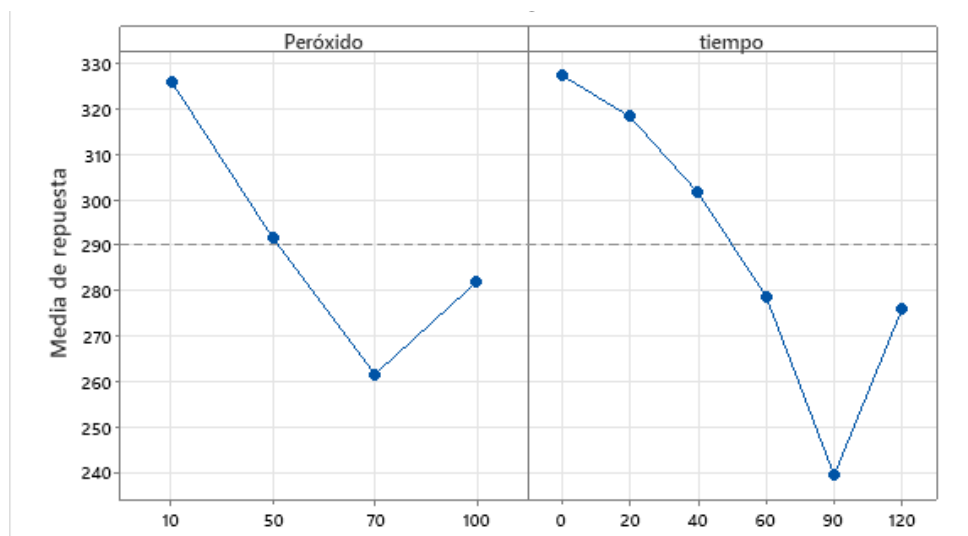
*Interacción de factores*



*Nota.* Interacción para medias ajustadas, se analiza el tiempo, pH y diluciones

**Figura 16.**

*Efectos principales al añadir H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>*



*Nota.* Se observa los efectos individuales con respecto a la medias ajustadas de respuesta

**ANEXO F.** Análisis adicionales sobre el efecto de peróxido de hidrógeno H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

**Tabla 18.**

*Eficiencia de eliminación de DQO en la dilución 1/20 a pH 5,6*

Tiempo (min)	Concentración de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (mg/L)			
	10	50	70	100
0	619,345	884,073	886,502	935,076
20	614,487	830,642	863,834	920,504
40	595,058	809,593	854,928	850,071
60	590,201	682,491	573,199	813,641
90	546,484	667,919	522,197	677,634
120	544,055	408,048	490,624	692,206
<b>Eficiencia de eliminación (%)</b>	12,499	34,373	21,092	-11,327

*Nota.* se observa una menor eficiencia a una mayor dilución a mayor concentración de contaminante

**Tabla 19.**

*Eficiencia de eliminación a pH 4 en la dilución 1/40 con 70 mg/L de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>*

<b>Tiempo (min)</b>	<b>DQO (mg/L)</b>
0	407,238
20	399,952
40	395,905
60	388,618
90	383,761
120	378,904
<b>Eficiencia de eliminación (%)</b>	<b>-6,122</b>

*Nota.* los datos mostrados confirman que el pH óptimo de análisis es 5,6

#### **ANEXO G. Procedimientos en el laboratorio**

**Figura 17.**

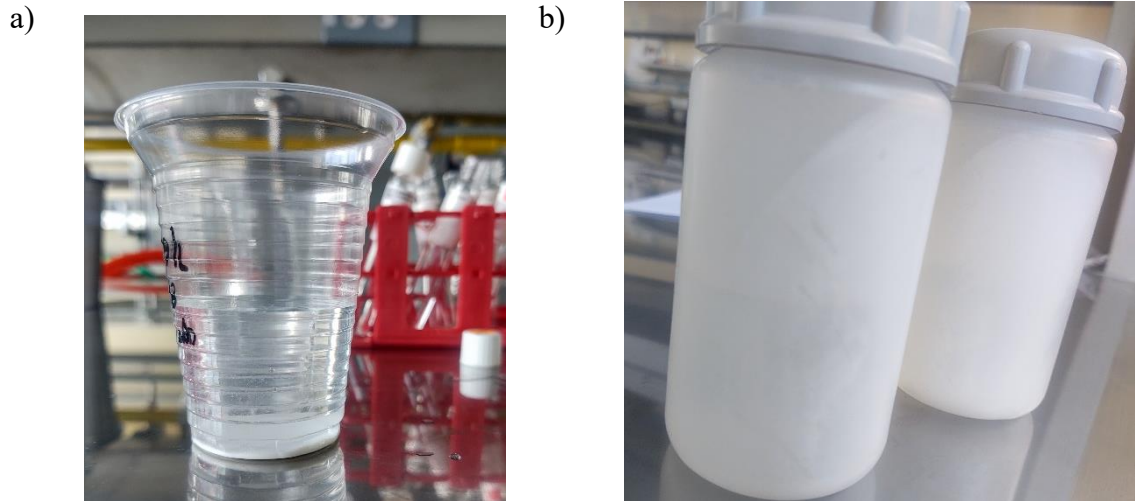
*Coagulación - floculación de la muestra*



*Nota.* Se observa el pretratamiento de la muestra con sulfato de aluminio en el floculador

**Figura 18.**

*Precipitación del dióxido de titanio ( $TiO_2$ )*



*Nota.* a) Precipitación del catalizador luego del tratamiento con UV. b) Muestra tratada sometida a centrifugación de 7000 rpm

**Figura 19.**

*Lodos neutralizados para análisis TCLP*

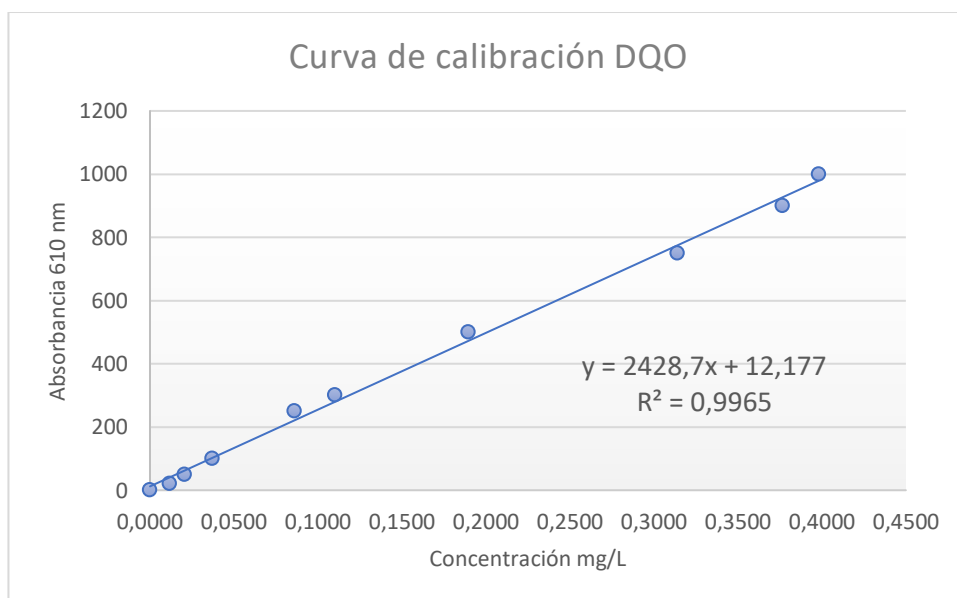




*Nota.* Lodos inmovilizados para análisis TCLP

**Figura 20.**

*Curva de calibración DQO*



**ANEXO H.** Límites establecidos por la normativa TULSMA para el análisis TCLP, adaptando a la metodología establecida por el EPA 1311, comprando con las Tablas 9 y 10 del Anexo 1 Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes, Libro VI.

**Figura 21.**

*Límite establecido por TULSMA, Tabla 9 para TCLP*

**TABLA 9. LÍMITES DE DESCARGA A UN CUERPO DE AGUA DULCE**

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Aceites y Grasas.	Sust. solubles en hexano	mg/l	30,0
Alkil mercurio		mg/l	No detectable
Aluminio	Al	mg/l	5,0
Arsénico total	As	mg/l	0,1
Bario	Ba	mg/l	2,0
Boro Total	B	mg/l	2,0
Cadmio	Cd	mg/l	0,01
Cianuro total	CN	mg/l	0,1
Cinc	Zn	mg/l	5,0
Cloro Activo	Cl	mg/l	0,5
Cloroformo	Ext. carbón cloroformo ECC	mg/l	0,1
Cloruros	Cl	mg/l	1 000
Cobre	Cu	mg/l	1,0
Cobalto	Co	mg/l	0,5
Coliformes Fecales	NMP	NMP/100 ml	2000
Color real <sup>1</sup>	Color real	unidades de color	Inapreciable en dilución: 1/20
Compuestos fenólicos	Fenol	mg/l	0,2
Cromo hexavalente	Cr <sup>6+</sup>	mg/l	0,5
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días)	DBO <sub>5</sub>	mg/l	100
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	200
Estaño	Sn	mg/l	5,0
Fluoruros	F	mg/l	5,0
Fósforo Total	P	mg/l	10,0
Hierro total	Fe	mg/l	10,0
Hidrocarburos Totales de Petróleo	TPH	mg/l	20,0
Mangane so total	Mn	mg/l	2,0
Materia flotante	Visibles		Ausencia
Mercurio total	Hg	mg/l	0,005
Níquel	Ni	mg/l	2,0
Nitrógeno amoniacal	N	mg/l	30,0
Nitrógeno Total Kjeldahl	N	mg/l	50,0
Compuestos Organoclorados	Organoclorados totales	mg/l	0,05
Compuestos Organofosforados	Organofosforados totales	mg/l	0,1
Plata	Ag	mg/l	0,1
Plomo	Pb	mg/l	0,2
Potencial de hidrógeno	pH		6-9
Selenio	Se	mg/l	0,1
Sólidos Suspendidos Totales	SST	mg/l	130
Sólidos totales	ST	mg/l	1 600
Sulfatos	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	mg/l	1000
Sulfuros	S <sub>2</sub> <sup>2-</sup>	mg/l	0,5
Temperatura	°C		Condición natural ± 3
Tensoactivos	Sustancias Activas al azul de metileno	mg/l	0,5
Tetracloruro de carbono	Tetracloruro de carbono	mg/l	1,0

<sup>1</sup> La apreciación del color se estima sobre 10 cm de muestra diluida

*Fuente. (TULSMA, 2015).*

**Figura 22.**

*Límite establecido por TULSMA, Tabla 10 para TCLP*

TABLA 10. LÍMITES DE DESCARGA A UN CUERPO DE AGUA MARINA				
Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible	
			(A) DESCARGA EN ZONA DE ROMPIENTE	(B) DESCARGA MEDIANTE EMISARIO SUBMARINO
Aceites y Greses	Sust. solubles en hexano	mg/l	30,0	30,0
Arsénico total	As	mg/l	0,5	0,5
Aluminio	Al	mg/l	5,0	5,0
Cianuro total	CN	mg/l	0,2	0,2
Cinc	Zn	mg/l	10,0	10,0
Cobre	Cu	mg/l	1,0	1,0
Cobalto	Co	mg/l	0,5	0,5
Coliformes Fecales	NMP	NMP/100 ml	2000	2000
Color	Color verdadero	unidades de color	* Inapreciable en dilución: 1/20	* Inapreciable en dilución: 1/20
Cromo hexavalente	Cr+6	mg/l	0,5	0,5
Compuestos fenólicos	Fenol	mg/l	0,2	0,2
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días)	DBO5	mg/l	200,0	400
Demanda Química de Oxígeno	DQO	mg/l	400,0	600
Hidrocarburos Totales de Petróleo.	TPH	mg/l	20,0	20,0
Materia flotante	Visibles		Ausencia	Ausencia
Mercurio total	Hg	mg/l	0,01	0,01
Nitrógeno Total Kjeldahl	N	mg/l	40,0	40,0
Potencial de hidrógeno	pH		6-9	6-9
Sólidos Suspendidos Totales	SST	mg/l	250,0	250,0
Sulfuros	S	mg/l	0,5	0,5
Compuestos organoclorados	Organoclorados totales	µg/l	50,0	50,0
Compuestos Organofosforados	Organofosforados totales	µg/l	100,0	100,0
Cetomasos	Especies totales	mg/l	0,25	0,25
Temperatura	oC		< 35	< 35
Tensoactivos	Sustancias Activas al azul de metileno	mg/l	0,5	0,5

\* La apreciación del color se es tina sobre 10 cm de diluida.

*Fuente. (TULSMA, 2015).*