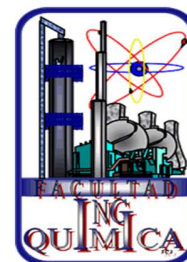




BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA



TESIS

**Evaluación del sistema TiO_2 -Au para el tratamiento de aguas residuales
provenientes de la industria textil para su descarga o reúso**

PRESENTA:
I.Q. Anahi Rivera Zepeda

PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRO EN INGENIERÍA QUÍMICA

ASESOR DE TESIS:
Dr. Daniel Cruz González

CO-ASESOR DE TESIS:
MC. Adán Luna Flores

Noviembre 2015

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Hipótesis	6
1.2 Objetivos	7
1.2.1 Objetivo general	7
1.2.2 Objetivos específicos	7

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Generalidades del agua	8
2.2 Contaminación del agua	9
2.3 Producción y consumo de colorantes	10
2.4 Métodos de tratamiento de aguas residuales	11
2.4.1 Tradicionales	11
2.4.2 Avanzados	14
2.4.2.1 Fotocatálisis	14
2.4.2.2 Materiales para fotocatálisis	16
2.5 Síntesis de los catalizadores	17
2.6 Normas Oficiales Mexicanas para desecho y reúso de aguas residuales	17
2.6.1 NOM-001-SEMARNAT-1996	17
2.6.2 NOM-002-SEMARNAT-1996	19
2.6.3 NOM-003-SEMARNAT-1997	20

3. METODOLOGÍA

3.1 Síntesis del sistema $\text{TiO}_2\text{-Au}$ por el método modificado de combustión	21
3.2 Caracterización del fotocatalizador	21
3.2.1 Difracción de rayos X (DRX)	22
3.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)	22
3.3 Tratamiento preliminar	22
3.4 Prueba preliminar de degradación	22
3.5 Degradación fotocatalítica de contaminantes presentes en una muestra de agua residual proveniente de la industria textil	23
3.6 Análisis de los contaminantes básicos establecidos en las normas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 Y NOM-003-SEMARNAT-1997 presentes en la muestra de agua residual sin tratamiento y después del tratamiento de degradación	24
3.7 Evaluación del cumplimiento de la muestra de agua residual tratada con los límites máximos permisibles establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y NOM-003-SEMARNAT-1997	26

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Caracterización del TiO ₂ -Au por difracción de rayos X (DRX)	27
4.2 Caracterización del TiO ₂ -Au por el método de microscopía electrónica de barrido (MEB)	28
4.3 Degradación fotocatalítica de una solución de azul de metileno a 10 ppm	28
4.4 Degradación fotocatalítica de una muestra de agua residual textil	29
4.5 Análisis de los contaminantes básicos	31
4.5.1 NOM-001-SEMARNAT-1996	31
4.5.2 NOM-002-SEMARNAT-1996	34
4.5.3 NOM-003-SEMARNAT-1997	35
CONCLUSIONES	38
REFERENCIAS	40

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

El agua es la sustancia esencial para la supervivencia de todas las formas de vida conocidas. Esta abarca más del 70 % de la superficie de la tierra, del cual sólo el 3 % es agua dulce. Al principio del tercer milenio de nuestra era, la población mundial se triplicó, mientras las extracciones de agua se sextuplicaron [Toledo, 2006]. Algunas estimaciones mencionan que el 70 % del agua dulce se emplea en actividades agrícolas. Por su parte, la industria representa un consumo mundial del 20 %, entre aplicaciones de refrigeración, transporte y como disolvente. Finalmente, el consumo doméstico emplea el 10 % restante.

Hoy en día los conglomerados humanos y particularmente los centros industriales consumen enormes volúmenes de este recurso, que luego de ser usados se transforman en agua residual la cual debe ser tratada y reintegrada a su ciclo en la naturaleza. Las aguas residuales se definen como aquellas de composición variada proveniente de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, de servicios, agrícola, pecuaria, doméstica y en general de cualquier otro uso, así como la mezcla de ellas [NOM-001-SEMARNAT-1996].

La industria textil es una de las industrias con mayor consumo de agua durante la producción de vestimentas, por ejemplo, para producir unos pantalones vaqueros se requieren de alrededor de 10,850 litros de agua, después del proceso de producción estas aguas contienen un gran número de contaminantes de diferente naturaleza, entre los que se encuentran parafinas cloradas, clorofenoles, clorobencenos, perfluorados, ftalatos, alquifenoles, colorantes azoicos, entre otros. Estos compuestos se diseñan para ser altamente resistentes, incluso a la degradación microbiana, por lo que son difíciles de eliminar en las plantas de tratamiento convencionales. En el proceso de teñido se generan una gran cantidad de efluentes con colorantes ya que alrededor del 30% de estos compuestos se pierden debido a las ineficiencias del proceso de teñido y son descargados a los efluentes. El uso de una amplia variedad de colorantes químicos da origen, en periodos cortos de tiempo, a efluentes extremadamente variados en su composición, que requieren de un tratamiento de agua muy complejo. Los efluentes de la industria textil se caracterizan por fluctuaciones extremas en

parámetros, tales como: la demanda química de oxígeno (DQO), la demanda bioquímica de oxígeno (DBO), pH, color y salinidad [Cortazar Martínez, A. et al., 2014].

La contaminación del agua es un problema progresivo por lo que la demanda de la sociedad por remediar esta situación es cada vez mayor. En la práctica, la aplicación de los métodos de tratamiento debe tener en cuenta fundamentalmente la naturaleza y las propiedades fisicoquímicas de las aguas o efluentes a tratar. Las aguas contaminadas debido a la actividad humana pueden, en general, ser procesadas eficientemente por plantas de tratamiento biológico, por adsorción con carbón activado u otros adsorbentes, o por tratamientos químicos convencionales (oxidación térmica, cloración, ozonización, permanganato de potasio, etc.). Sin embargo, en algunos casos estos procedimientos resultan inadecuados para alcanzar el grado de pureza requerido por las normas oficiales [Domenech et. al., 2001].

Otra desventaja de los métodos tradicionales para el tratamiento de aguas contaminadas está asociada con su carácter no destructivo por lo cual su acción se limita a transferir los contaminantes de una fase a otra, motivando al desarrollo de tecnologías más eficientes para la eliminación de contaminantes.

Las alternativas actualmente exploradas son los llamados Procesos Avanzados de Oxidación (PAOs). Los PAOs son tecnologías que utilizan la elevada capacidad oxidante del radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$) y se clasifican de acuerdo a la forma en la que los generan, los sistemas más estudiados utilizan combinaciones de ozono, peróxido de hidrógeno, radiación ultravioleta y fotocátalisis heterogénea [Lacey et. al., 2008].

La fotocátalisis heterogénea es una de las aplicaciones fotoquímicas que ha despertado el interés entre la comunidad científica desde hace algunas décadas. Por un lado, la fotocátalisis heterogénea, a diferencia de la mayoría no es selectiva y puede emplearse para tratar mezclas complejas de contaminantes. Por otro lado, la posibilidad del uso de radiación solar como fuente primaria de energía, le otorga un importante y significativo valor medioambiental, constituyendo un ejemplo de tecnología sostenible [Blanco Gálvez et. al., 1996].

Los semiconductores más estudiados para dicha aplicación son: ZnO, ZrO₂, CeO₂, Bi(VO₄)₂ y TiO₂ principalmente. De entre todos, el que presenta mayores ventajas a nivel laboratorio,

planta piloto e industrial es el dióxido de titanio, TiO_2 , en fase anatasa o anatasa-rutilo. Este óxido semiconductor es estable ante la radiación UV y luz visible, insoluble en agua e inocuo para la salud humana, salvo en tamaño nanoscópico [Morales Mejía et. al., 2010].

Actualmente existen dos factores principales que limitan las aplicaciones de procesos fotocatalíticos empleando luz solar. El primer factor es que los fotocatalizadores semiconductores y en particular el TiO_2 , puede absorber sólo una parte menor de la energía solar (absorbe UV alrededor de 380 nm). El segundo factor es que los pares electrón-hueco generados por la radiación (que son los responsables de las reacciones de óxido-reducción para la degradación de compuestos orgánicos) se recombinan muy rápidamente, liberando energía en forma de calor improductivo o fotones.

Se ha reportado que el depósito de metales nobles, tales como platino, oro, plata y paladio en la superficie de los óxidos semiconductores aumenta su actividad fotocatalítica. En particular, las nanopartículas de oro sobre la superficie del TiO_2 aumentan la velocidad del fotoproceso reductivo (producción de H_2O_2 por transferencias de electrones al oxígeno) mediante la captura de los electrones generados por radiación [Dozzi et. Al., 2009].

Por lo anterior, en el presente trabajo se llevará a cabo un estudio de fotocatalisis heterogénea utilizando el sistema TiO_2 -Au para proponer una alternativa al tratamiento de aguas residuales textiles para su descarga o reúso.

1.1 HIPÓTESIS

El TiO_2 dopado con nanopartículas de oro por el método modificado de combustión será un buen fotocatalizador para la remoción de contaminantes establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y NOM-003-SEMARNAT-1997.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar el sistema $\text{TiO}_2\text{-Au}$ en el tratamiento de una muestra de agua residual proveniente de la industria textil mediante la remoción de contaminantes establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 Y NOM-003-SEMARNAT-1997. Posteriormente evaluar el cumplimiento de la muestra de agua residual para su descarga en bienes nacionales y municipales, así como para su reuso.

1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Sintetizar TiO_2 dopado con nanopartículas de Au por el método modificado de combustión.
2. Caracterizar los polvos obtenidos por el método de combustión de TiO_2 dopado con nanopartículas de Au mediante difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (SEM).
3. Analizar la muestra de agua residual textil sin tratamiento mediante las determinaciones de: demanda bioquímica de oxígeno, sólidos suspendidos totales, sólidos sedimentables, grasas y aceites, materia flotante, coliformes fecales, huevos de helminto, nitrógeno total, fósforo total, pH, metales pesados y cianuros.
4. Llevar a cabo pruebas de degradación de contaminantes de una muestra de desecho de industria textil usando luz solar y el sistema $\text{TiO}_2\text{-Au}$.
5. Analizar la muestra de agua residual textil tratada con $\text{TiO}_2\text{-Au}$ y luz solar mediante las determinaciones de: demanda bioquímica de oxígeno, sólidos suspendidos totales, sólidos sedimentables, grasas y aceites, materia flotante, coliformes fecales, huevos de helminto, nitrógeno total, fósforo total, pH, metales pesados y cianuros.
6. Evaluar el cumplimiento de la muestra de agua residual textil tratada mediante la comparación de los contaminantes resultantes y los límites máximos permisibles establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y NOM-003-SEMARNAT-1997.

CAPÍTULO 2. MARCO TEÓRICO

2.1 GENERALIDADES DEL AGUA

El agua es un líquido incoloro, inodoro e insípido, es el disolvente universal, se solidifica por el frío y se evapora por el calor. Resulta de la combinación de dos átomos de hidrógeno y uno de oxígeno. En ella se desarrolla la vida y, además, es el componente mayoritario, más frecuente y esencial de todos los seres vivos que habitamos nuestro planeta.

El agua se puede encontrar en tres estados: sólido, líquido y gaseoso. Su estado físico depende de la presión y la temperatura a la que se encuentra.

En la superficie terrestre del planeta tierra abunda el agua, pero sólo una mínima parte es apta para el uso y consumo de los seres vivos terrestres, esto es, aunque más de las tres cuartas partes de la superficie terrestre están cubiertas de agua, sólo es dulce una cantidad inferior al 3%, y de esta, más de sus tres cuartas partes se encuentran heladas en los polos y glaciares. De la restante, el 99% se localiza bajo tierra (aguas subterráneas) y sólo un 1% en la superficie (escorrentía superficial). Por tanto sólo una centésima parte del total del agua del planeta está disponible para la vida terrestre.

En la naturaleza el agua se mueve sin cesar de un lado a otro, de un sistema a otro. A este movimiento lo llamamos ciclo natural de agua. Éste permite su renovación y facilita su autodepuración. El agua realiza un continuo movimiento entre la atmósfera, la tierra, la lluvia, la nieve, el granizo y otros fenómenos son el resultado de este movimiento.

El agua que está en la tierra, ríos, mares y lagos se calienta por la acción del sol. Se evapora y pasa a ser agua en estado gaseoso que forma parte de la atmósfera. Cuando el aire húmedo se enfría, el agua gaseosa se condensa sobre pequeñas partículas de materia que se llaman núcleos de condensación. Así nacen las nubes, formadas por millones de pequeñas gotas. Las pequeñas gotas que forman las nubes se van uniendo entre sí. Cuando son tan pesadas que el aire no puede sostenerlas, caen por la acción de la fuerza gravitatoria, produciéndose así la precipitación, en forma de lluvia, nieve o granizo, según la temperatura que tenga la atmósfera

en ese momento. De esta manera regresa el agua a la tierra y se repite el ciclo [López Martínez et. al., 2006].

2.2 CONTAMINACIÓN DEL AGUA

La humanidad ha modificado el ciclo natural del agua, desviando su curso natural para hacerla llegar a casas, industrias, escuelas, comercios y campos de agricultura, la utilizamos, la ensuciamos y, antes de verterla en los cursos de agua naturales, debe ser tratada en una depuradora para no contaminar el medio ambiente. Por desgracia muchas veces se vierte el agua residual en ríos o mares sin haber sido tratada [López Martínez et. al., 2006].

De las fuentes de agua residual el más preocupante es la que genera la industria debido principalmente a la presencia de contaminantes químicos en sus efluentes. El sector textil es uno de los principales generadores de contaminantes que se vierten al agua. Esta industria utiliza una gran variedad de sustancias químicas que contaminan el agua de proceso, generando agua residual donde los contaminantes son extremadamente diversos y varían de acuerdo con el tipo de fibra, hilo o tela, y proceso o productos químicos usados [Piña Mondragón, 2007].

La principal fuente de contaminación en los efluentes textiles está constituida por la presencia de colorantes azo que son difíciles de degradar en sistemas de tratamiento convencional. La presencia de colorantes en el agua residual de la industria textil se debe principalmente a que durante el proceso de acabado de telas e hilos, particularmente durante el teñido, el colorante no es fijado completamente y queda un residuo de colorante no fijado el cual varía del 12 al 30% dependiendo del tipo de colorante y del proceso usado para su fijación, algunos datos de porcentaje de fijación y porcentaje de residuo en el efluente textil, de acuerdo al tipo de colorante y tipo de fibra se pueden observar en la tabla 1. Este colorante residual es el que, incorporado a las aguas superficiales, da un aspecto no estético que demerita la transparencia del agua [Piña Mondragón, 2007].

Tabla 1 Grado de fijación estimado para diferentes combinaciones de fibra-colorante y pérdida al efluente textil [O'Neill et. al., 1999]

Colorante aplicado	Fibra	Grado de fijación	% de residuo en efluente textil
Ácido	Poliamida	89-95	5-20
Básico	Acrílico	95-100	0-5
Directo	Celulosa	70-95	5-30
Disperso	Poliéster	90-100	0-10
Complejo metálico (mordente)	Lana	90-98	2-10
Reactivo	Celulosa	50-90	10-50
De azufre	Celulosa	60-90	10-40
De Tina	Celulosa	80-95	5-20

Los colorantes azo son los más empleados en la industria textil. Se caracterizan por su grupo funcional cromóforo que está representado por $-N=N-$. En esta clase destacan tres familias: monoazo, diazo y triazo; cada una de ellas existe con diferentes propiedades. Así encontramos los colorantes azo: ácidos, básicos, reactivos, directos, dispersos y pigmentos, siendo los colorantes monoazo dispersos los que mayor consumo tienen debido a que se usan para teñir fibras e hilos de poliéster, acetato, nylon y acrílico [Piña Mondragón, 2007].

2.3 PRODUCCIÓN Y CONSUMO DE COLORANTES EN MÉXICO

Algunas empresas que fabrican colorantes en México se muestran en la tabla 2. La producción anual total para el año 1997 fue de 9,490 toneladas y el consumo para el mismo año alcanzó las 20,406 toneladas. La diferencia es cubierta por las importaciones, por lo que se importa más de lo que se produce. La tabla 3 muestra el consumo de varias clases de colorantes producidos en México, en donde se puede observar que los colorantes dispersos son los que tienen mayor consumo [Piña Mondragón, 2007].

Tabla 2 Empresas fabricantes de colorantes en México [ANIQ, 1998]

Empresas	Tipo de colorantes
Basf Mexicana, S.A de C. V.	Disperso
Bayer de México, S.A de C. V.	Ácido, básico, directo, disperso y otros colorantes
Ciba Especialidades, S.A de C. V.	Ácido, básico, directo y disperso
Clariant de México, S.A de C. V.	Otros colorantes
Pyosa , S.A de C. V.	Directo, disperso y para alimentos
Warner Jenkenson, S.A de C. V.	Para alimentos

Tabla 3 Consumo de varias clases de colorantes producidos en México en 1997 [ANIQ, 1998]

Toneladas	Colorantes ácidos	Colorantes básicos	Colorantes directos	Colorantes dispersos	Colorantes para alimentos	Otros colorantes
Producción	250	2448	306	2137	1100	3205
Importación	1822	1137	1171	2363	161	6480
Exportación	155	1160	15	999	270	27
Consumo	1917	2425	1462	3501	991	9658

2.4 MÉTODOS DE TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES

2.4.1 TRADICIONALES

Coagulación

La coagulación es un proceso de tratamiento químico que consiste en la adición de una sustancia química al agua, referidos como coagulante (por ejemplo, alumbre) para neutralizar las fuerzas naturales que mantienen separados o desestabilizados a la materia coloidal y disuelta entre los cuales se encuentran virus y bacterias [Guilcapi et. al., 2013].

Floculación

El objetivo de floculación es agregar las partículas más pequeñas desestabilizadas del proceso de coagulación por medio de un mezclado suave (generalmente entre 20 y 45 minutos). Las partículas más grandes conocidos como floculantes o " flóculos " pueden ser fácilmente removido a través de la posterior sedimentación por gravedad [Guilcapi et. al., 2013].

Sedimentación

La sedimentación es un proceso físico que apunta principalmente a la preparación del agua para la filtración eficaz minimizando los sólidos remanentes de la coagulación y floculación. En este proceso, los flóculos formados se asientan bajo la influencia de la gravedad. Los flóculos asentadas se eliminan en forma de lodo y sólo las pocas partículas inestables se someten a filtración [Guilcapi et. al., 2013].

Filtración

El proceso de filtración granular tiene como objetivo la eliminación de partículas y otras impurezas (partículas suspendidas como arcillas y limos finos y materia orgánica como quistes, bacterias y plancton) como el agua pasa a través de un medio filtrante sumergido, generalmente arena. El medio filtrante puede estar hecho de diferentes materiales colocados en capas separadas. Las partículas son atrapadas en todo el lecho y después lavadas a través del retrolavado del filtro [Guilcapi et. al., 2013].

Desinfección

Este proceso tiene como objetivo la eliminación de microorganismos patógenos mediante la adición de productos químicos tales como cloro o a través de ozonización. Además, tiene la capacidad de eliminar color y varias sustancias químicas naturales que causan problemas de sabor y olor [Guilcapi et. al., 2013].

Oxidación usando ozono

La oxidación puede ocurrir a través de la utilización de agentes oxidantes convencionales (oxidación química), tales como peróxido de hidrógeno, dióxido de cloruro, permanganato,

ozono, cloro, oxígeno, y ácido hipocloroso o por el uso de oxidantes fuertes como el radical libre hidroxilo. La oxidación química se aplica cuando los compuestos orgánicos son tóxicos, inhibidores para los microorganismos o no biodegradables. La oxidación también se puede llevar a cabo por el ozono, que es un oxidante reconocido y desinfectante. El ozono puede ser utilizado en diferentes partes del sistema de tratamiento, como durante la preoxidación, la oxidación intermedia o la etapa de desinfección [Guilcapi et. al., 2013].

Procesos con membranas

Los procesos de membrana son una técnica moderna que emplea las diferencias en la permeabilidad para separar distintos contaminantes del agua. En el tratamiento del agua, las membranas se clasifican en dos procesos fisicoquímicos: filtración con membrana y ósmosis inversa. Los tipos de membrana en la filtración son microfiltración, ultrafiltración y nanofiltración simple, mientras que las membranas de ósmosis inversa se dividen en nanofiltración rigurosa y ósmosis inversa [Guilcapi et. al., 2013].

Tratamiento por electrólisis

En este tratamiento se utilizan electrodos que generan especies altamente oxidantes que disminuyen, vía oxidación, los contaminantes hasta CO_2 , agua y óxidos de los elementos, por este proceso se obtienen eficiencias de eliminación superiores al 96% [Piña Mondragón 2007].

Tratamiento biológico

Los procesos de tratamiento biológico toman ventaja de bacterias que tienen la capacidad de utilizar diversos constituyentes de aguas residuales para proporcionar la energía para el metabolismo microbiano y para la síntesis celular. Esta actividad metabólica puede eliminar los contaminantes que son tan variados como materias primas, productos y subproductos generada por la industria química de proceso [Schultz, T.E., 2005].

Adsorción con carbón activado

La adsorción es una operación de transferencia de masa en el que sustancias presentes en una fase líquida son adsorbidas o acumuladas sobre una fase sólida y por lo tanto eliminadas del líquido. En el tratamiento de agua potable, se utilizan procesos de adsorción para la eliminación de productos químicos orgánicos sintéticos, compuestos causantes de sabor y

olor, precursores de los productos de desinfección, colorantes orgánicos y constituyentes inorgánicos, tales como el arsénico y algunos metales pesados. La adsorción es una operación unitaria que usa carbón activado en polvo o carbón activado granulado para eliminar contaminantes orgánicos disueltos del agua [Guilcapi et. al., 2013].

2.4.2 AVANZADOS

Los procesos avanzados de oxidación (PAOs) son tecnologías que utilizan la elevada capacidad oxidante del radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$) y se clasifican de acuerdo a la forma en la que los generan. Los sistemas más estudiados utilizan combinaciones de ozono, peróxido de hidrógeno, radiación ultravioleta y fotocátalisis heterogénea [Lacey et. al., 2008].

2.4.2.1 FOTOCATÁLISIS

La fotocátalisis es un campo científico prometedor, cuyos aspectos tecnológicos incluyen el tratamiento de contaminantes en soluciones acuosas, en fase gaseosa o incluso en superficies sólidas. Se basa en la absorción directa o indirecta de la energía radiante (visible o UV).

La fotocátalisis se puede dividir en fotocátalisis homogénea y fotocátalisis heterogénea. La fotocátalisis homogénea abarca un grupo de procesos en los cuales el catalizador y las sustancias se encuentran en el mismo estado de agregación, ya sea líquido o gaseoso. La catálisis suele ser muy selectiva en la formación del producto deseado y el aumento de la velocidad de reacción es directamente proporcional a la concentración del catalizador. El proceso catalítico se lleva a cabo a través de la formación de compuestos intermedios químicamente inestables y de composición estequiométrica [S. Héctor, 2006].

En el proceso de la fotocátalisis heterogénea las sustancias reaccionantes y el catalizador (óxido semiconductor) se encuentran en distinto estado de agregación. Las sustancias heterogéneas son aquéllas en las cuales el catalizador es un sólido y las sustancias reaccionantes un líquido o un gas. Este proceso se caracteriza por la formación en la superficie del catalizador de compuestos químicos intermedios de composición no estequiométrica unidos a la superficie con distintas energías de enlace [Gelacio, 1985].

En la región interfacial entre el sólido excitado y la solución tienen lugar las reacciones de destrucción o de remoción de los contaminantes, sin que el catalizador sufra cambios químicos. La excitación del óxido semiconductor puede tener lugar de dos formas:

1. Por excitación directa del óxido semiconductor, de manera que este es el que absorbe los fotones usados en el proceso.
2. Por excitación inicial de las moléculas adsorbidas en la superficie del catalizador, las que a su vez son capaces de inyectar cargas (electrones) en el óxido semiconductor.

El esquema general para la destrucción fotocatalítica de compuestos orgánicos implica la excitación del fotocatalizador mediante irradiación con fotones y la formación de pares electrón-hueco. Los electrones son atrapados por H_2O u OH^- adsorbidos en la superficie, formando radicales hidroxilos. Para la mayoría de los materiales orgánicos, la destrucción se produce a través de un mecanismo de oxidación donde los radicales hidroxilos atacan al compuesto orgánico mineralizándolo a CO_2 y H_2O [NOM-002-SEMARNAT-1996].

La figura 1 esquematiza los procesos químicos que ocurren en una partícula de semiconductor, cuando ésta es excitada con luz suficientemente energética. El proceso de fotocatalisis comienza con la absorción de un fotón de energía adecuada para un material semiconductor, en el cual un electrón de la banda de valencia (bv) es promovido a la banda de conducción (bc), generándose en consecuencia una vacancia electrónica o "hueco" en la banda de valencia, la energía necesaria para el salto de banda del electrón es de 3.2 eV para el TiO_2 [NOM-003-SEMARNAT-1997]. Los pares electrón-hueco cuya vida media está en el rango de los nanosegundos deben de migrar en este lapso a la superficie y reaccionar con las especies adsorbidas. Los pares electrón-hueco que no alcanzan a separarse y a reaccionar con especies en la superficie se recombinan y la energía se disipa. Esta recombinación puede tener lugar tanto en la superficie como en el seno de la partícula.

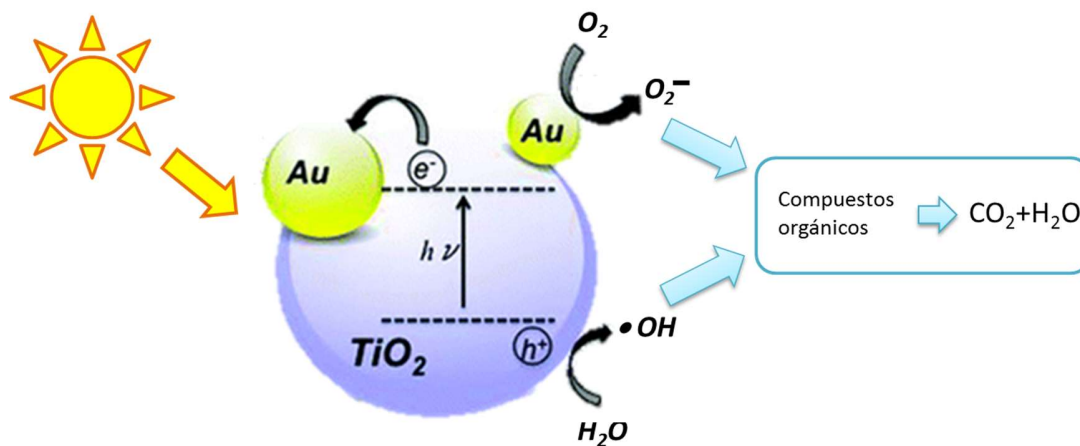


Figura 1. Mecanismo de degradación que ocurre en la superficie de una partícula de semiconductor.

2.4.2.2 MATERIALES PARA FOTOCATÁLISIS

Los semiconductores más estudiados para aplicación como fotocatalizadores son: ZnO, ZrO₂, CeO₂, Bi(VO₄)₂ y TiO₂ principalmente [Morales Mejía et. al., 2010]. El TiO₂ presenta una elevada estabilidad química que lo hace apto para trabajar en un amplio rango de pH, al mismo tiempo que es capaz de producir transiciones electrónicas por absorción de luz en el ultravioleta cercano [L. Brown, 2004]. El TiO₂ es el material fotocatalítico más estudiado con sobresalientes propiedades físicas, químicas, electrónicas y ópticas [Gomathi Devi et. al., 2011].

Actualmente existen dos factores principales que limitan las aplicaciones de procesos fotocatalíticos. En primer lugar, los fotocatalizadores semiconductores y en particular el TiO₂, puede absorber sólo una parte menor de la energía solar, ya que su banda prohibida está por encima de 3 eV. El segundo factor es que los pares electrón-hueco se recombinan muy rápidamente, liberando energía en forma de calor improductivo o fotones.

La disipación de energía altamente no deseada puede ser reducida en presencia de metales nobles en la superficie del semiconductor. Se ha reportado que la deposición de metales nobles, tales como platino, oro, plata y paladio en óxidos semiconductores aumenta su actividad fotocatalítica debido a que funcionan como centros de trampas de carga reduciendo los procesos de recombinación de pares electrón-hueco. En particular, las nanopartículas de oro sobre la superficie del TiO₂ aumentan la velocidad del fotoproceso reductivo (producción

de H₂O₂ por transferencias de electrones al oxígeno) mediante la captura de los electrones de la banda de conducción [Dozzi et. Al., 2009].

2.5 SÍNTESIS DE LOS CATALIZADORES

Debido a que la reacción catalizada se lleva a cabo en la superficie (adsorción), se suelen emplear métodos especiales para preparar los catalizadores de modo que tengan áreas superficiales muy grandes [L. Brown, 2004].

Algunos métodos de síntesis encontrados en la literatura son: reacción en estado sólido, sol-gel, co-precipitación, combustión modificada, entre otros. Todas estas técnicas tienen sus ventajas y desventajas, debido a la diferencia del principio químico utilizado con cada tecnología. Algunas ventajas de los primeros cuatro métodos de síntesis mencionados anteriormente son que pueden controlar mejor el área superficial, el tamaño de las partículas y el grado de aglomeración, sin embargo, algunas de sus desventajas son que requieren tiempos largos de reacción y equipo especializado para llevar a cabo la síntesis. La síntesis por combustión modificada ha emergido como una técnica fácil y económicamente viable para la preparación de cerámicas avanzadas, fotocatalizadores y nanomateriales. Las ventajas de la síntesis por combustión son: tiempos cortos de reacción, uso de equipo, material de laboratorio y reactivos fáciles de conseguir, además este método ha sido probado en la producción de óxidos con áreas de superficie grande y evita la sinterización de los materiales [Morales Mejía et. al., 2010].

2.6 NORMAS OFICIALES MEXICANAS PARA DESECHO Y REÚSO DE AGUAS RESIDUALES

En México, existen tres normas que la ley contempla para regular la descarga de aguas residuales en aras de la protección a la salud humana y al medio ambiente.

2.6.1 NOM-001-SEMARNAT-1996

Esta Norma Oficial Mexicana establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, con el objeto de proteger su calidad y posibilitar sus usos, y es de observancia obligatoria para los responsables de dichas descargas. Esta Norma Oficial Mexicana no se aplica a las descargas de aguas provenientes de drenajes separados de aguas pluviales.

Los parámetros y sus respectivos límites máximos permisibles considerados en la norma NOM-001-SEMARNAT-1996 se observan en la Tabla 4.

Tabla 4. Límites máximos permisibles para contaminantes básicos, metales pesados y cianuros

Parámetros (mg/L excepto cuando se especifique)	Promedio Mensual	Promedio Diario
Temperatura °C	40	40
Grasas y Aceites	15	25
Materia Flotante	ausente	Ausente
Sólidos Sedimentables	1	2
Sólidos Suspendedos Totales	75	125
Demanda Bioquímica de Oxígeno⁵	75	150
Nitrógeno Total	40	60
Fósforo Total	20	30
pH	5-10	5-10
Coliformes Fecales	1000/100mL	2000/100mL
Huevos de Helminto	1/1L	5/1L
Arsénico	0.1	0.2
Cadmio	0.1	0.2
Cianuros	1	2
Cobre	4	6
Cromo	0.5	1
Mercurio	0.00	0.001
Níquel	2	4
Plomo	0.2	0.4
Zinc	10	20

2.6.2 NOM-002-SEMARNAT-1996

Esta Norma Oficial Mexicana establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal con el fin de prevenir y controlar la contaminación de las aguas y bienes nacionales, así como proteger la infraestructura de dichos sistemas, y es de observancia obligatoria para los responsables de dichas descargas. Esta norma no se aplica a la descarga de las aguas residuales domésticas, pluviales, ni a las generadas por la industria, que sean distintas a las aguas residuales de proceso y conducidas por drenaje separado.

La Tabla 5 muestra los límites máximos permisibles de los parámetros considerados en la norma NOM-002-SEMARNAT-1996.

Tabla 5. Límites Máximos Permisibles

Parámetros (mg/L excepto cuando se especifique otra)	Promedio Mensual	Promedio Diario	Instantáneo
Grasas y Aceites	50	75	100
Sólidos Sedimentables mL/L	5	7.5	10
Arsénico Total	0.5	0.75	1
Cadmio Total	0.5	0.75	1
Cianuro Total	1	1.5	2
Cobre Total	10	15	20
Cromo hexavalente	0.5	0.75	1
Mercurio Total	0.01	0.015	0.02
Níquel Total	4	6	8
Plomo Total	1	1.5	2
Zinc Total	6	9	12

2.6.3 NOM-003-SEMARNAT-1997

Esta Norma Oficial Mexicana establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público, con el objeto de proteger el medio ambiente y la salud de la población, y es de observancia obligatoria para las entidades públicas responsables de su tratamiento y reúso.

Los límites máximos permisibles de contaminantes en aguas residuales tratadas son los establecidos en la Tabla 6.

Tipo de reúso	Promedio Mensual				
	Coliformes Fecales NMP/100mL	Huevos de Helminto (h/L)	Grasas y Aceites (mg/L)	DBO ₅ mg/L	Sólidos Suspendedos Totales mg/L
Servicios al público con contacto directo	240	01	15	20	20
Servicios al público con contacto indirecto u ocasional	1000	05	15	30	30

El agua residual tratada reusada en servicios al público no deberá contener concentraciones de metales pesados y cianuros mayores a los límites máximos permisibles establecidos en la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-1996 que se muestran en la Tabla 4.

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

3.1 SÍNTESIS DEL FOTOCATALIZADOR $\text{TiO}_2\text{-Au}$ POR EL MÉTODO MODIFICADO DE COMBUSTIÓN

La síntesis del fotocatalizador $\text{TiO}_2\text{-Au}$ se realizó utilizando Dióxido de Titanio (TiO_2) grado analítico marca J.T. Baker, Urea ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$) marca J.T. Baker e Hidróxido de Oro [$\text{Au}(\text{OH})_3$] marca Sigma Aldrich, se pesaron en una balanza analítica OHAUS 0.4437 g de TiO_2 , 0.9999 g de Urea y 0.0070 g de $\text{Au}(\text{OH})_3$, los reactivos una vez pesados se depositaron en un vaso de precipitado de 100mL, se le agregaron 5mL de agua tridestilada para homogeneizar la mezcla, la solución se calentó en una parrilla eléctrica (Thermolyne Cimarec), a una temperatura de 60°C para evaporar la mayor cantidad de agua. El sólido resultante se calcinó en una mufla (Felisa), previamente calentada a una temperatura de 800°C durante 5 minutos y como resultado de dicho proceso se obtuvo el catalizador $\text{TiO}_2\text{-Au}$. En la figura 2 se muestra el diagrama de flujo seguido para la síntesis del catalizador.

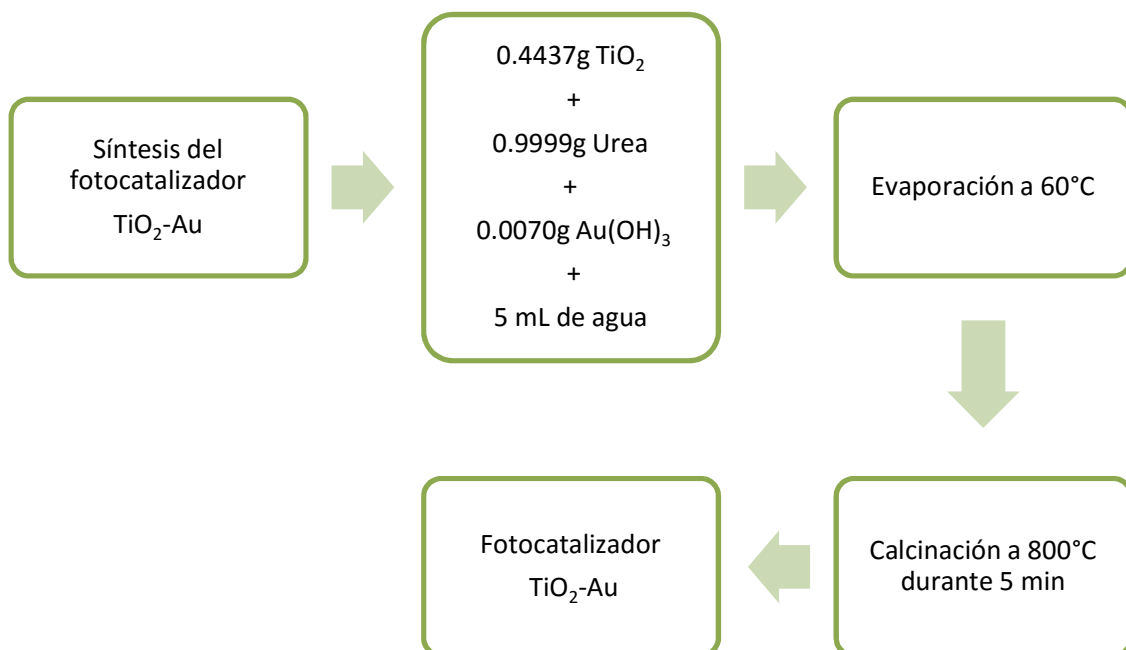


Figura 2. Diagrama de síntesis del fotocatalizador $\text{TiO}_2\text{-Au}$.

3.2 CARACTERIZACIÓN DEL FOTOCATALIZADOR

Los polvos obtenidos se caracterizaron por las técnicas Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

3.2.1 Difracción de Rayos X (DRX)

La técnica de DRX fue utilizada con el objeto de identificar, tanto la estructura cristalina como las fases presentes en el catalizador obtenido. Para este análisis se empleó un difractómetro D8 DISCOVER, usando radiación Cu (40 mA, 40kV) en un rango de medición de 20–70° en 2 θ con una velocidad de barrido de 0.06 seg.

3.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

La técnica MEB fue utilizada para determinar el tamaño de partícula y morfología de los polvos obtenidos (TiO₂-Au). Para este análisis se utilizó un microscopio JEOL JSM-6610LV.

3.3 TRATAMIENTO PRELIMINAR

Se dio un tratamiento preliminar mediante el filtrado de la muestra residual textil con una malla plástica con apertura de 1 mm con el fin de eliminar fibras de tela que contenía el agua residual.

3.4 PRUEBA PRELIMINAR DE DEGRADACIÓN

Se realizó una prueba preliminar de degradación con 35 mL de una solución del colorante azul de metileno grado analítico a 10 ppm y 0.1738 g del fotocatalizador TiO₂-Au, el proceso se llevó a cabo durante 4 horas de irradiación tomando alícuotas cada hora, cuya absorbancia se midió en el espectrofotómetro GENESYS 10S UV-VIS, el fotorreactor estaba equipado con una lámpara de luz blanca cuyo espectro es igual al de la luz solar, el cual se utilizó en las pruebas de degradación con la muestra de agua residual proveniente de la industria textil.

3.5 DEGRADACIÓN FOTOCATALÍTICA DE CONTAMINANTES PRESENTES EN UNA MUESTRA DE AGUA RESIDUAL PROVENIENTE DE LA INDUSTRIA TEXTIL

Se llevaron a cabo pruebas de degradación fotocatalítica heterogénea con 0.375g del fotocatalizador $\text{TiO}_2\text{-Au}$ y 75 mL del desecho industrial textil proveniente del proceso de teñido, usando un fotorreactor donde se oxigenó con una bomba de aire y se irradió con una lámpara de luz blanca, la degradación se llevó a cabo durante 8 horas de irradiación tomando alícuotas a 1 h, 2 h, 3 h, 4 h y 8 h, las lecturas de las absorbancias fueron tomadas y medidas en el espectrofotómetro GENESYS 10S UV-VIS. La figura 3 muestra el diagrama de flujo del procedimiento para la degradación fotocatalítica.

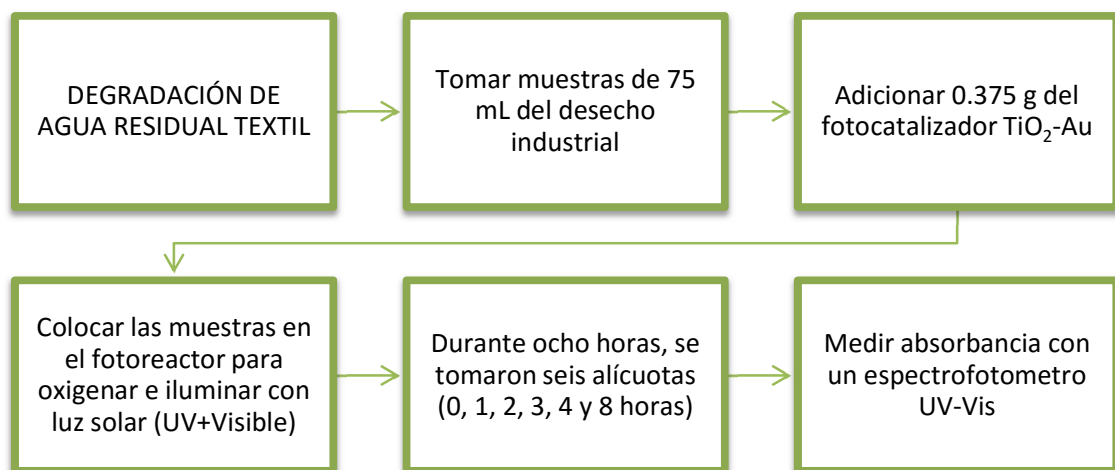


Figura 3. Degradación fotocatalítica de una muestra de agua residual textil.

3.6 ANÁLISIS DE LOS CONTAMINANTES BÁSICOS, METALES PESADOS Y CIANUROS ESTABLECIDOS EN LAS NORMAS NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 Y NOM-003-SEMARNAT-1997 PRESENTES EN LA MUESTRA DE AGUA RESIDUAL SIN TRATAMIENTO Y DESPUÉS DEL TRATAMIENTO DE DEGRADACIÓN.

Se llevaron a cabo las determinaciones de los contaminantes básicos, metales pesados y cianuros con los métodos establecidos en las siguientes normas mexicanas, estos análisis fueron realizados tanto en la muestra sin tratamiento de degradación y en la muestra ya tratada:

Demanda bioquímica de oxígeno₅

Es una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua, la cual se determinó conforme a la Norma Mexicana NMX-AA-028 Aguas - Determinación de demanda bioquímica de oxígeno- Método de incubación por diluciones.

Sólidos suspendidos totales

Son sólidos constituidos por sólidos sedimentables, sólidos en suspensión y sólidos coloidales, que se determinaron de acuerdo a la Norma Mexicana NMX-AA-034 Aguas - Determinación de sólidos en agua - Método gravimétrico.

Sólidos sedimentables

Son las partículas sólidas que se depositan en el fondo de un recipiente debido a la operación de sedimentación, los cuales se determinaron aplicando la Norma Mexicana NMX-AA-004 Aguas - Determinación de sólidos sedimentables en aguas residuales - Método del cono Imhoff.

Grasas y aceites

Son los compuestos orgánicos constituidos principalmente por ácidos grasos de origen animal y vegetal, así como de hidrocarburos del petróleo, se determinaron aplicando la Norma

Mexicana NMX-AA-005 Aguas - Determinación de grasas y aceites - Método de extracción Soxhlet.

Materia flotante

Esta determinación se basó en la Norma Mexicana NMX-AA-006 Aguas - Determinación de materia flotante - Método visual con malla específica.

pH

La medición de pH se realizó conforme la Norma Mexicana NMX-AA-008 Aguas - Determinación de pH –Método potenciométrico.

Metales pesados (As, Cd, Cu, Cr, Hg, Ni, Pb y Zn)

Se llevó a cabo la determinación de 8 metales pesados conforme a las siguientes Normas Mexicanas:

NMX-AA-046 Aguas - Determinación de arsénico en agua- Método espectrofotométrico.

NMX-AA-051 Aguas - Determinación de metales – Método espectrofotométrico de absorción atómica.

NMX-AA-057 Aguas - Determinación de plomo - Método de la ditizona.

NMX-AA-060 Aguas - Determinación de cadmio - Método de la ditizona.

NMX-AA-064 Aguas - Determinación de mercurio - Método de la ditizona.

NMX-AA-066 Aguas - Determinación de cobre - Método de la neocuproína.

NMX-AA-078 Aguas - Determinación de zinc – Métodos colorimétricos de la ditizona I, la ditizona II y espectrofotometría de absorción atómica.

NMX-AA-044 Aguas - Análisis de agua-Determinación de Cromo Hexavalente-Método colorimétrico.

NMX-AA-076 Aguas – Determinación de níquel.

Cianuros

Cianuros se refiere a todos los grupos CN en compuestos cianurados que pueden ser determinados como ion cianuro. Los cianuros son compuestos potencialmente tóxicos ya que

un cambio de pH en el medio puede liberar Ácido Cianhídrico, compuesto generalmente asociado con la máxima toxicidad de estos compuestos es por ello que es de suma importancia su monitoreo. Los cuales se determinaron aplicando la Norma Mexicana NMX-AA-058 Aguas - Determinación de cianuros – Método colorimétrico y titulométrico [NOM-001-SEMARNAT-1996].

Coliformes fecales

Norma Mexicana NMX-AA-042 Aguas - Determinación del número más probable de coliformes totales y fecales - Método de tubos múltiples de fermentación.

Nitrógeno total

La determinación de nitrógeno total se realizó conforme a la Norma Mexicana NMX-AA-026 Aguas - Determinación de nitrógeno total - Método Kjeldahl.

Fósforo total

La determinación de fósforo total se realizó conforme a la Norma Mexicana NMX-AA-029 Aguas - Determinación de fósforo total - Métodos espectrofotométricos.

3.7 EVALUACIÓN DEL CUMPLIMIENTO DE LA MUESTRA DE AGUA RESIDUAL TRATADA CON LOS LÍMITES MÁXIMOS PERMISIBLES ESTABLECIDOS EN LAS NORMAS OFICIALES MEXICANAS NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 Y NOM-003-SEMARNAT-1997

Se realizó la comparación gráfica del valor medido en cada contaminante básico de la muestra inicial como de la muestra degradada y ambas fueron comparadas con los límites máximos permisibles establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y NOM-003-SEMARNAT-1997.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 CARACTERIZACIÓN DEL TiO₂-Au POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

En la figura 4 se observan el difractograma obtenido del TiO₂-Au sintetizado por el método modificado de combustión (Figura 4a). El espectro revela picos de difracción bien definidos demostrando que la muestra es cristalina. Por DRX se identificaron los picos característicos relacionados con el TiO₂ en fase anatasa de acuerdo a la tarjeta patrón JCPDS 03-065-5714. Presenta además 3 picos entre 38.269°-64.678° que son característicos del Au (JCPDS 00-004-0784). Las posiciones de los picos del TiO₂ no cambiaron por la incorporación de Au en el TiO₂, lo que sugiere que el depósito de las nanopartículas de oro fue de tipo superficial.

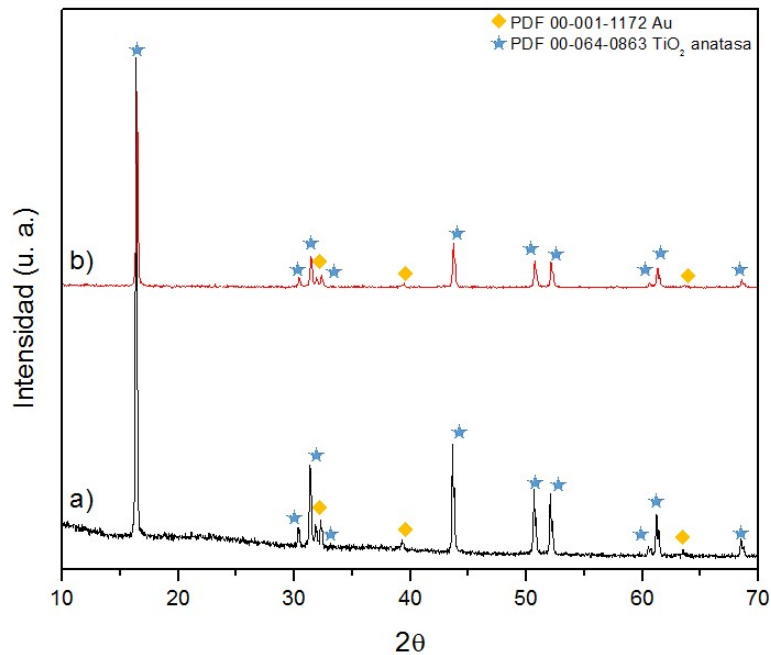


Figura 4. Difractograma de la muestra TiO₂-Au, a) Muestra antes del proceso de degradación, b) Muestra después del proceso de degradación.

Puede observarse (Figura 4b) que la muestra de TiO₂-Au no presenta cambios de fase ni de composición después del proceso de degradación, lo que sugiere que la muestra puede ser empleada para varios ciclos de degradación del agua residual.

4.2 CARACTERIZACIÓN DEL TiO₂-Au POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

En la figura 5, se muestran las micrografías obtenidas por MEB para el fotocatalizador TiO₂-Au sintetizado por el método de combustión. Donde se observan las nanopartículas de oro, depositadas en el TiO₂, las cuales presentan una morfología esférica (puntos luminosos) y un tamaño de partícula promedio entre 25-60 nm. El tamaño de partícula es de gran importancia ya que a menor tamaño su área superficial aumenta, lo que representa una mayor actividad fotocatalítica.

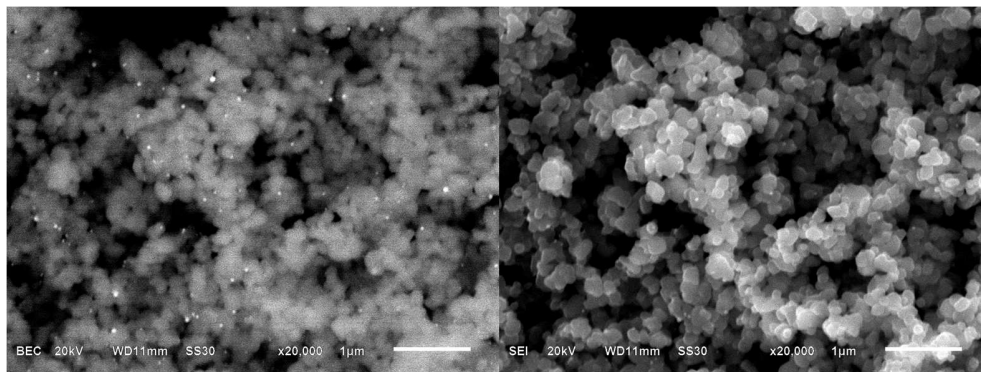


Figura 5. Micrografías de la muestra TiO₂-Au.

4.3 DEGRADACIÓN FOTOCATALÍTICA DE UNA SOLUCIÓN DE AZUL DE METILENO A 10 PPM

En la figura 6 se observa el espectro de la degradación a 4 horas de una muestra de azul de metileno grado analítico a 10 ppm. Estos análisis UV muestran una importante disminución en la absorbancia a cada hora de la prueba preliminar de degradación, lo cual muestra la efectividad de la lámpara de luz blanca utilizada en el fotorreactor. En la tabla 7 se muestran los porcentajes de degradación a cada hora de la prueba preliminar de degradación, en la cual se alcanza a degradar el 96.05% a las cuatro horas de irradiación.

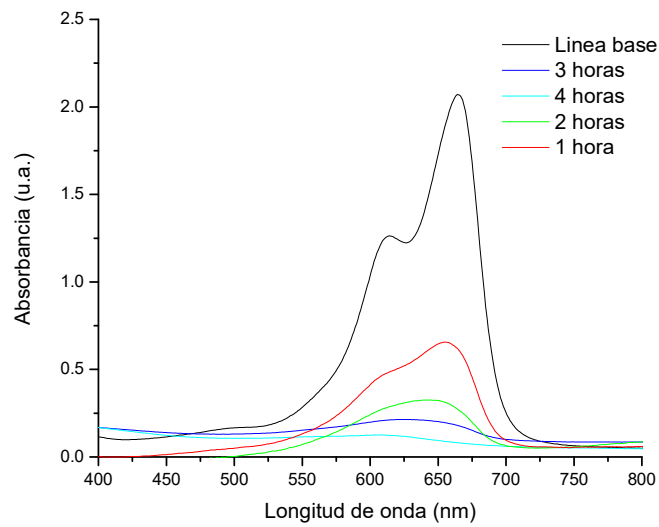


Figura 6. Espectros de absorción de la degradación de una solución de azul de metileno a 10 ppm.

Tabla 7. Porcentajes de degradación de Azul de metileno a 10 ppm

Tiempo (hr)	Porcentaje (%)
0	0
1	69.97
2	86.71
3	91.28
4	96.05

4.4 DEGRADACIÓN FOTOCATALÍTICA DE UNA MUESTRA DE AGUA RESIDUAL TEXTIL

En la figura 7 se muestra el cambio de color de la muestra de agua residual textil después de ocho horas de tratamiento con el fotocatalizador $\text{TiO}_2\text{-Au}$, oxigenada e irradiada. Este cambio de coloración puede deberse a la degradación de los contaminantes orgánicos presentes en la muestra original.



Figura 7. Cambio de coloración en la muestra de agua residual textil.

En la figura 8 se observa el espectro de la muestra residual textil original y de cada una de las alícuotas tomadas durante la degradación fotocatalítica. Estos análisis UV muestran un pequeño aumento en las curvas de absorbancia después de ocho horas de irradiación, indicando la posible descomposición de los contaminantes orgánicos y la formación de compuestos intermediarios.

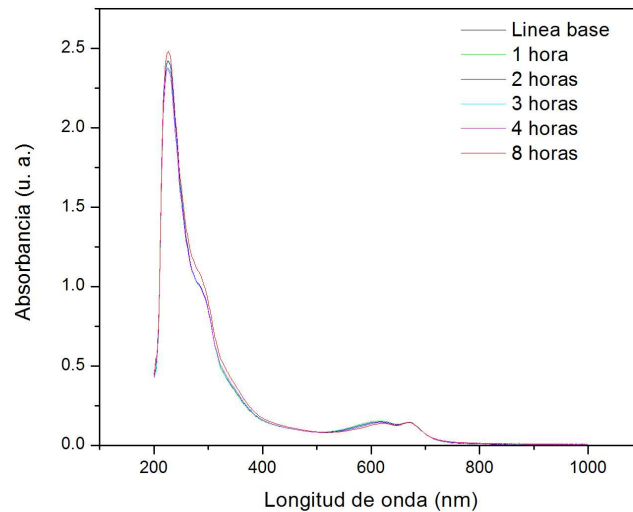


Figura 8. Espectros de absorción de la degradación de una muestra de agua residual textil.

4.5 ANÁLISIS DE LOS CONTAMINANTES BÁSICOS

4.5.1 NOM-001-SEMARNAT-1996

En las figuras 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15 y 16 se muestran la comparación de las mediciones en la muestra residual textil tanto antes como después del tratamiento de degradación de: demanda bioquímica de oxígeno₅, coliformes fecales, fósforo total, grasas y aceites, nitrógeno total, sólidos sedimentables, sólidos suspendidos totales y pH respectivamente, en las cuales se observa una disminución importante de cada parámetro, excepto en el pH el cual aumenta su valor básico. En las figuras antes mencionadas también se observa la comparación con los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-1996, de lo cual destaca la comparación de la demanda bioquímica de oxígeno₅ (Figura 8) ya que su valor inicial fue de 389 mg/L, el cual era superior al límite máximo permisible cuyo valor es de 150 mg/L, después del tratamiento de degradación con el fotocatalizador TiO₂-Au se obtiene un valor de 5.18 mg/L, con el cual se respeta el límite máximo permisible. En cuanto a coliformes fecales, fósforo total, nitrógeno total, sólidos sedimentables y sólidos suspendidos totales, aunque su valor inicial ya se encontraba dentro de los límites máximos permisibles su disminución es de igual importancia. Por otro lado, grasas y aceites también presenta una importante disminución, aunque está no fue suficiente para respetar el límite máximo permisible.

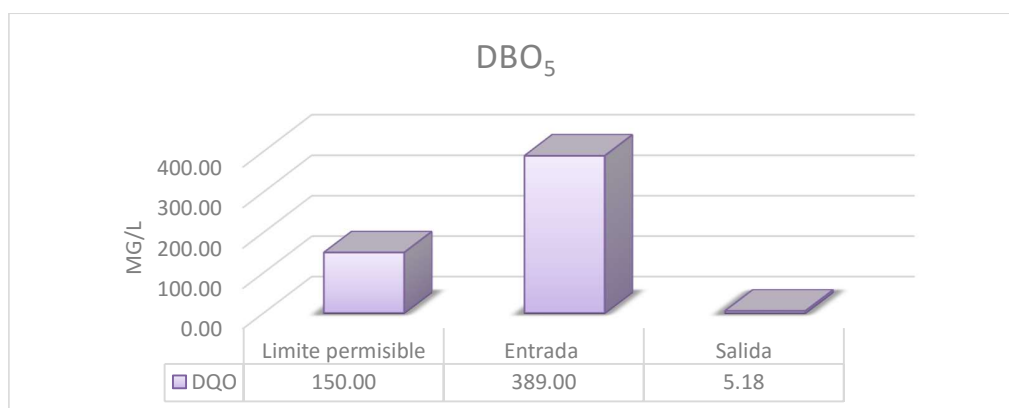


Figura 9. Comparación de la demanda bioquímica de oxígeno antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

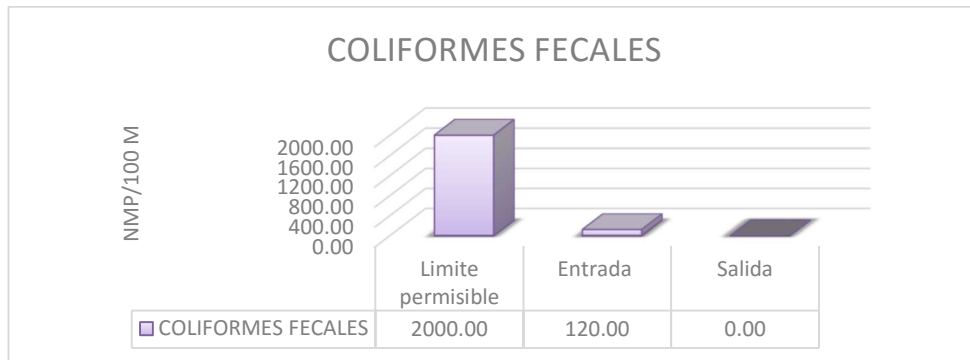


Figura 10. Comparación de coliformes fecales antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

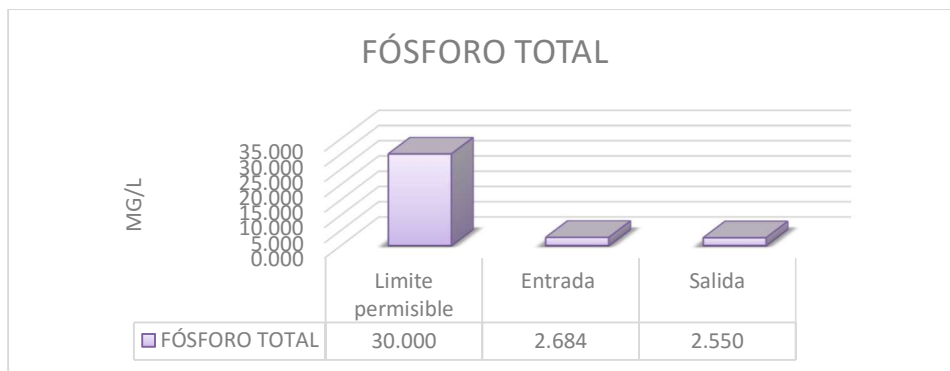


Figura 11. Comparación de fósforo total antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

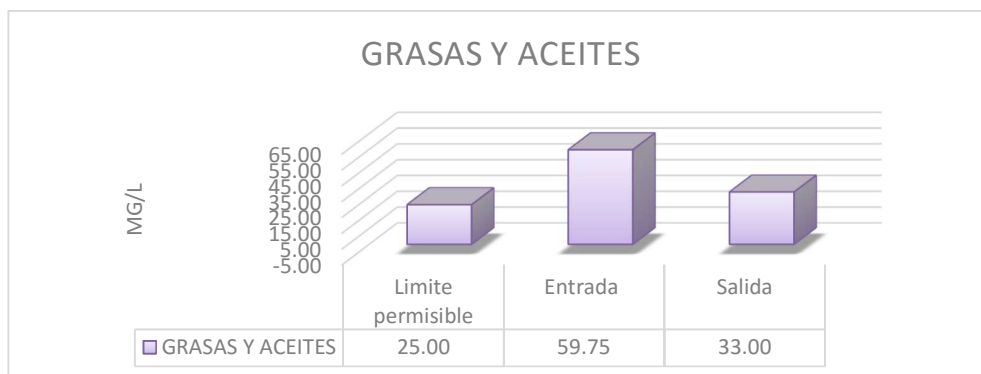


Figura 12. Comparación de grasas y aceites antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

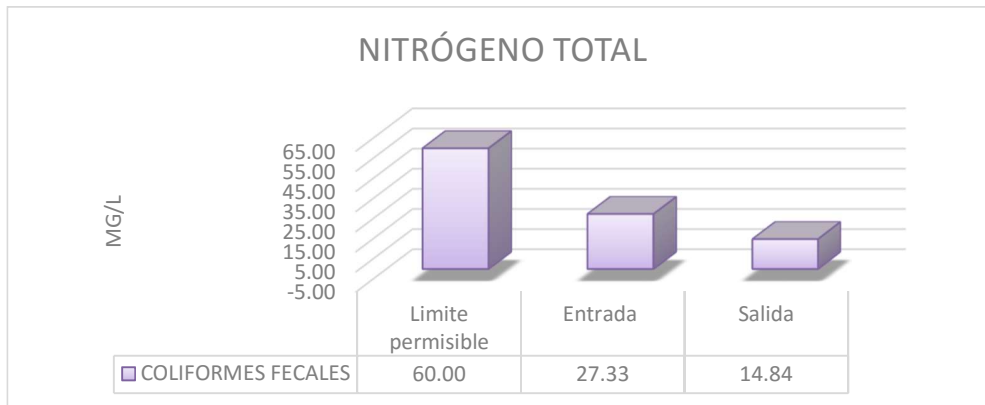


Figura 13. Comparación de nitrógeno total antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.



Figura 14. Comparación de sólidos sedimentables antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

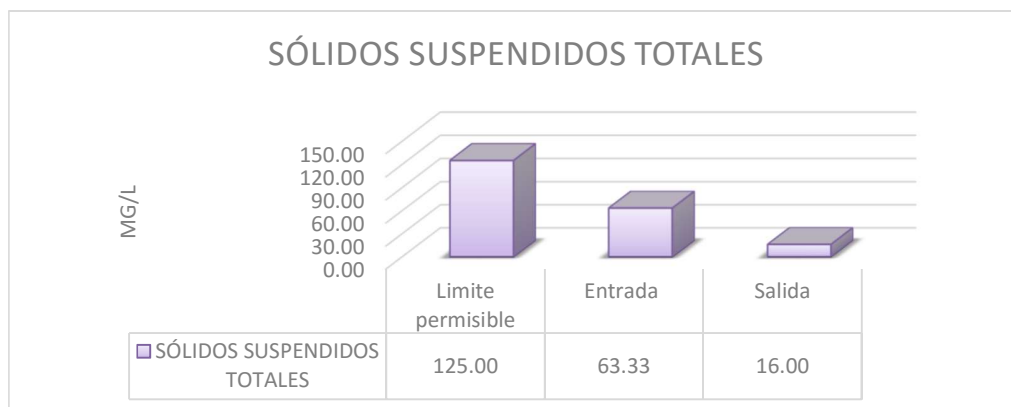


Figura 15. Comparación de sólidos suspendidos totales antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

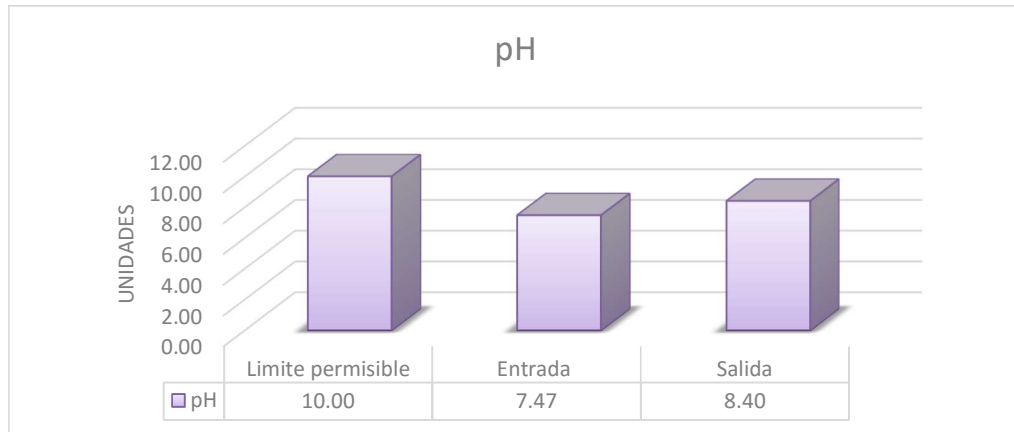


Figura 16. Comparación de pH antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-001-SEMARNAT-1996.

4.5.2 NOM-002-SEMARNAT-1996

La NOM-002-SEMARNAT-1996 establece que los límites máximos permisibles para contaminantes de las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal. Aquellos parámetros que no mostrados en esta norma deben cumplir los límites máximos permisibles de la NOM-001-SEMARNAT-1996 (Tabla 1).

En la figura 17 y 18 se observa la comparación de grasas y aceites y sólidos sedimentables respectivamente, tanto antes como después del tratamiento de degradación con TiO_2 -Au. A pesar de que ambos parámetros se encontraban dentro de los límites máximos permisibles se observa una importante disminución en cada uno de ellos.

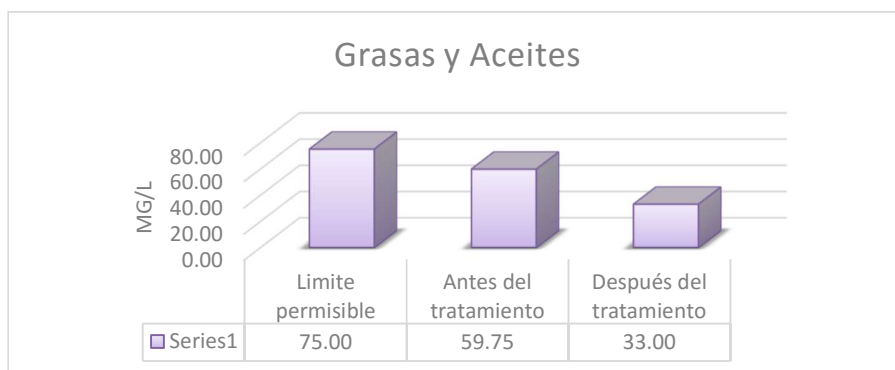


Figura 17. Comparación de grasas y aceites antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-002-SEMARNAT-1996.



Figura 18. Comparación de sólidos sedimentables antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-002-SEMARNAT-1996.

4.5.3 NOM-003-SEMARNAT-1997

En las figuras 19, 20, 21 y 22 se observa la comparación de los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-003-SEMARNAT-1997 para la demanda bioquímica de oxígeno, coliformes fecales, grasas y aceites y sólidos suspendidos totales respectivamente. Aunque se observa disminución en estos parámetros cabe resaltar que la demanda bioquímica de oxígeno y sólidos suspendidos totales se ajustaron a los límites máximos permisibles de la NOM-003-SEMARNAT-1997 con el tratamiento de degradación, en cuanto a coliformes fecales a pesar de que su valor inicial se encontraba dentro del límite máximo permisible su disminución es igualmente importante, por otro lado las grasas y aceites también tuvieron una importante disminución, sin embargo está no fue suficiente para alcanzar el límite máximo permisible.

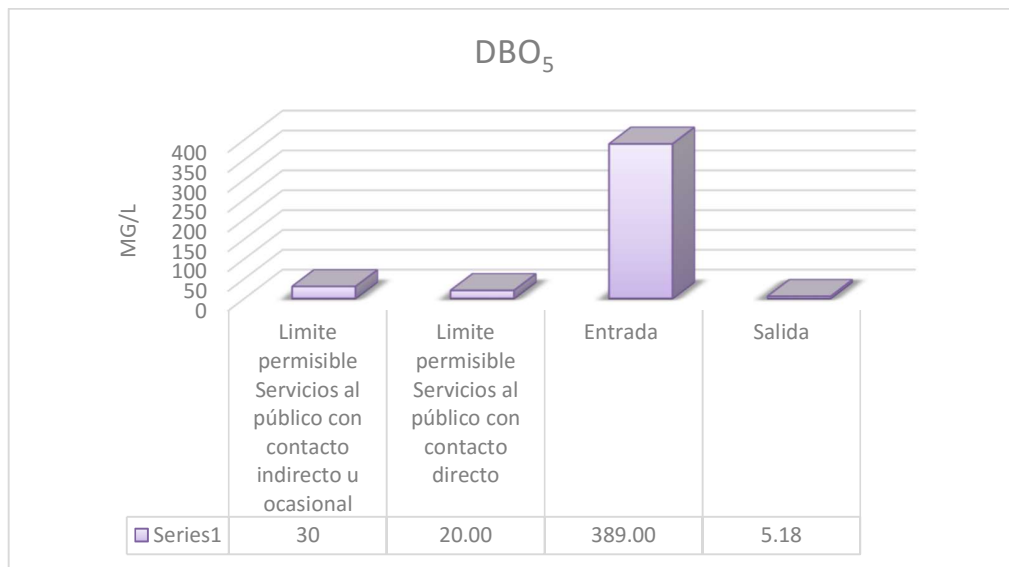


Figura 19. Comparación de demanda bioquímica de oxígeno antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-003-SEMARNAT-1997.

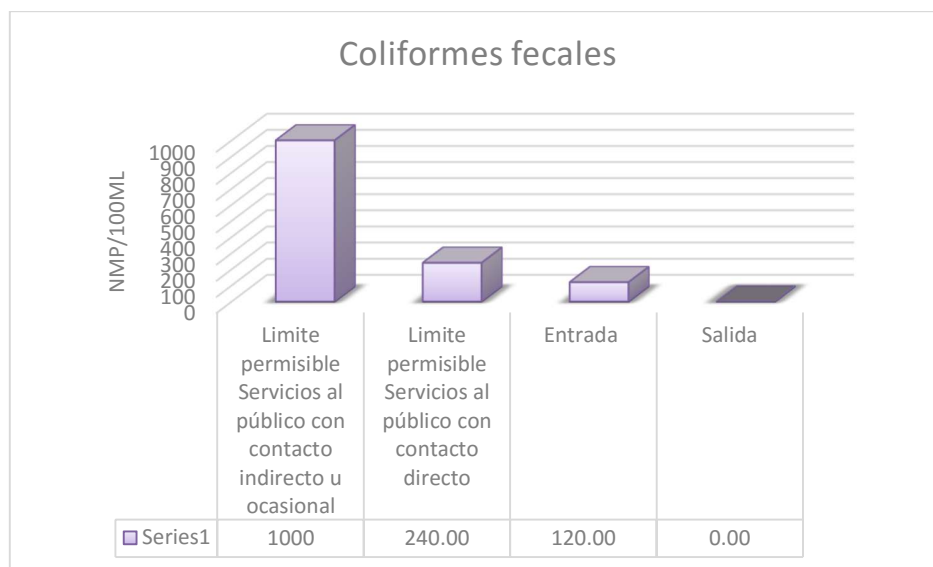


Figura 20. Comparación de coliformes fecales antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-003-SEMARNAT-1997.

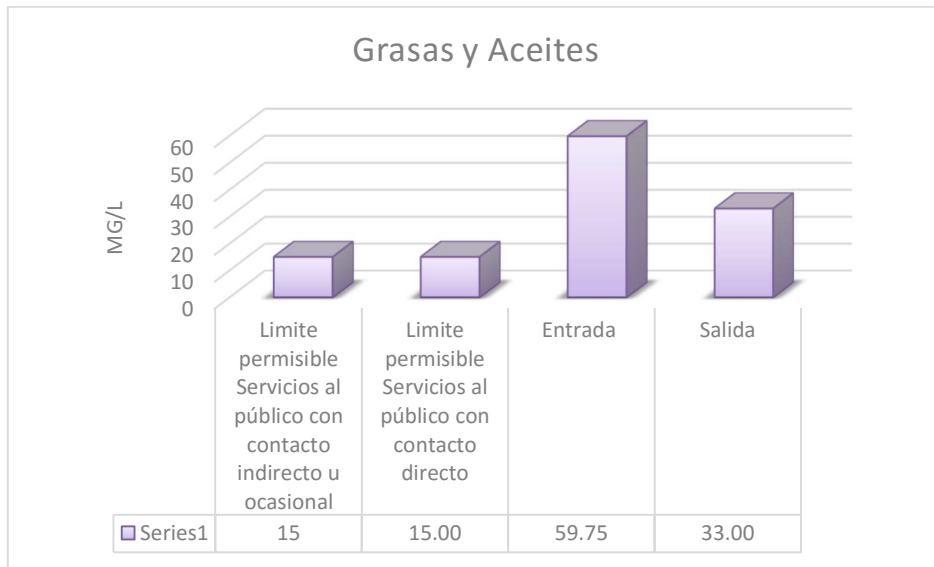


Figura 21. Comparación de grasas y aceites antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-003-SEMARNAT-1997.

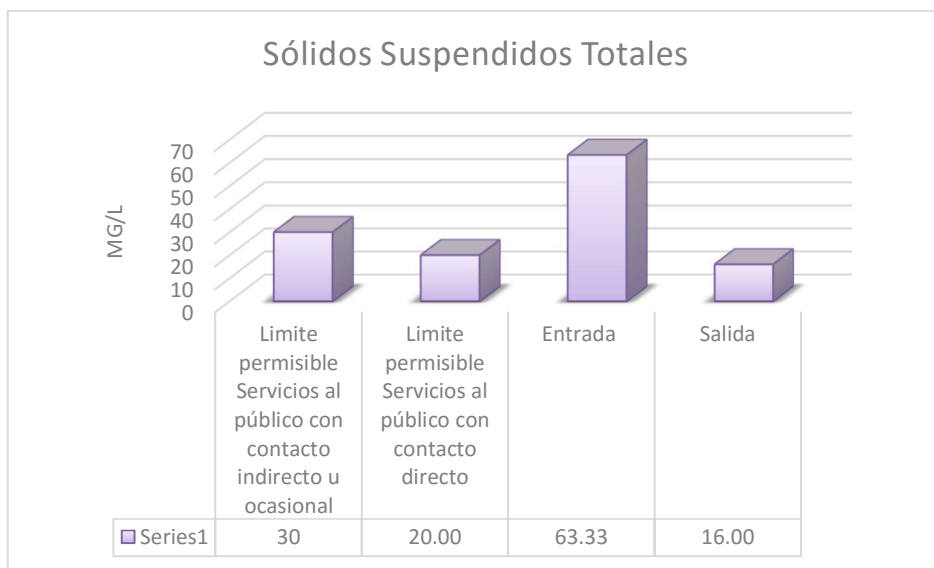


Figura 22. Comparación de sólidos suspendidos totales antes y después del tratamiento con el límite máximo permisible de la NOM-003-SEMARNAT-1997.

En el presente trabajo no se realizó la medición de huevos de helminto debido a los tiempos entre el muestreo y la medición que marca el anexo 1 de la NOM-001-SEMARNAT-1996, sin

embargo, Leal et. al. reportaron la inactivación de huevos de helminto mediante fotocátalisis solar con TiO_2 con una destrucción parasitaria del 15% de huevos de helminto y reducción de la viabilidad de los huevos de helminto a cero con seis horas de tratamiento, en base a lo anterior se infiere que en este trabajo también pudo haber una importante disminución en el conteo de huevos de helminto.

Finalmente, este trabajo presenta una importante contribución debido a la disminución que presentaron la mayoría de los parámetros de contaminantes básicos establecidos en las normas oficiales mexicanas NOM-001-SEMARNAT-1996, NOM-002-SEMARNAT-1996 y NOM-003-SEMARNAT-1997, la adición de este tratamiento puede conyugar diversas ventajas, algunas de estas serían la posible sustitución de etapas de proceso dentro de las plantas de tratamiento, la disminución en los costos de mantenimiento de equipo y compra de reactivos utilizados por los métodos tradicionales, disminución en los tiempos de residencia, entre otras.

CONCLUSIONES

- ❖ Se obtuvo el fotocatalizador TiO_2 -Au por el método modificado de combustión en fase anatasa.
- ❖ Las caracterizaciones del TiO_2 -Au por las técnicas difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido mostraron que fue posible depositar nanopartículas de Au sobre la superficie del TiO_2 y obteniendo un tamaño de partícula de Au de entre 25 a 60 nm.
- ❖ La actividad fotocatalítica en la prueba preliminar de degradación con una solución de azul de metileno grado analítico a 10 ppm presentó 96.05% de efectividad.
- ❖ La actividad fotocatalítica en las pruebas de degradación de la muestra de agua residual textil mostraron la posible degradación de los contaminantes orgánicos y la formación de compuestos intermediarios.
- ❖ Los análisis antes y después del tratamiento de degradación con TiO_2 -Au y luz solar de la demanda bioquímica de oxígeno, sólidos suspendidos totales, sólidos sedimentables,

grasas y aceites, coliformes fecales, nitrógeno total y fósforo total mostraron disminuciones importantes, mientras que el pH aumentó ligeramente.

- ❖ El análisis de comparación de la demanda bioquímica de oxígeno, sólidos suspendidos totales, sólidos sedimentables, grasas y aceites, coliformes fecales, nitrógeno total, fósforo total y pH con los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-1996 presentó que después del tratamiento de degradación la muestra de agua residual textil se ajusta a esta norma excepto por el parámetro de grasas y aceites.
- ❖ El análisis de comparación de sólidos sedimentables y grasas y aceites con los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-002-SEMARNAT-1996 presentó que después del tratamiento de degradación la muestra de agua residual textil se ajusta a esta norma pudiendo así ser desechada en alcantarillado urbano o municipal.
- ❖ El análisis de comparación de la demanda bioquímica de oxígeno, sólidos suspendidos totales, grasas y aceites, coliformes fecales con los límites máximos permisibles establecidos en la NOM-003-SEMARNAT-1997 presentó que después del tratamiento de degradación la muestra de agua residual textil se ajusta a esta norma excepto por el parámetro de grasas y aceites cuya disminución no fue suficiente para cumplir con el límite máximo permisible.
- ❖ El tratamiento de fotocatalisis heterogénea con $\text{TiO}_2\text{-Au}$ e irradiación solar es una buena opción para su posible implementación en plantas de tratamiento de agua residual textil.

REFERENCIAS

- A. GELACIO. Adsorción y Catálisis. Universidad Autónoma de Puebla, 1985.
- BLANCO GÁLVEZ, J. B., MALATO RODRÍQUEZ, S., ESTRADA GASCA, C. A., BANDALA, E. (1996). Purificación de aguas por fotocatalisis heterogénea: Estado del arte. Instituto de Estudios Almerienses, 52-54.
- CORTAZAR MARTÍNEZ, A., CORONEL OLIVARES, C., ESCALANTE LOZADA, A. Y GONZÁLEZ RAMÍREZ, C. (2014). Contaminación generada por colorantes de la industria textil. *Vida Científica*, 2, 3.
- DOMENECH, X., JARDIM, W. F., LITTER y Marta I. (2001). Procesos avanzados de oxidación para la eliminación de contaminantes. Editorial CYTED. La plata, Argentina.
- DOZZI, M. V., PRATI, L., CANTON, P. y SELLI, E. (2009). Effects of gold nanoparticles deposition on the photocatalytic activity of titanium dioxide under visible light. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 11, 7171–7180.
- GOMATHI DEVI, L. y MOHAN REDDY, K. (2011). Photocatalytic performance of silver TiO₂: Role of electronic energy levels. *Applied Surface Science* 257, 6821–6828.
- GUILCAPI, C., SOLANGE, K., PARAMARAJAH, J. (2013). Diseño de una planta de tratamiento de agua convencional. *Ingeniería en Agua*. Universidad de Nueva Gales del Sur. Sydney. 62 p.
- L. BROWN, T., LEMAY, H. E., BURSTEN, B. E. (2004). *Química la ciencia central*. Novena Edición, Prentice Hall, 1155p.
- LACEY, C., McMAHON, G., BONES, J., BARRON, L., MORRISSEY, A., TOBIN, J.M. (2008). An LC–MS method for the determination of pharmaceutical compounds in wastewater treatment plant influent and effluent samples. *Talanta*. 75, 4, 857-1150.

LEAL A., M.T., GELOVER S., S., REYES O., K. Y GÓMEZ B., L. A. (2006). Inactivación de huevos de helminto mediante fotocátalisis solar con TiO₂. XXX Congreso interamericano de ingeniería sanitaria y ambiental. Punta del Este, Uruguay.

LÓPEZ MARTÍNEZ, C., GAVIDIA CATALÁN, V., RUEDA SEVILLA, J. (2006). ¡¡Agua!!.. Ministerio de Educación. España, 175p.

MORALES MEJÍA, J. C., ALMANZA SALGADO, R. (2010). Degradación fotocatalítica de azul de metileno con el uso de vidrio de película nanoscópica de dióxido de titanio. IV Conferencia Latino Americana de Energía Solar (IV ISES_CLA) y XVII Simposio Peruano de Energía Solar (XVII-SPES).

Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-1996. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.

Norma Oficial Mexicana NOM-002-SEMARNAT-1996. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal.

Norma Oficial Mexicana NOM-003-SEMARNAT-1997. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicio público.

PIÑA MONDRAGÓN, S. (2007). *Decoloración biológica del colorante azul directo 2 en un filtro anaerobio/aerobio*. Tesis de Maestría. Instituto de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, 98p.

S. HÉCTOR (2006). Química General. Segunda Edición. Editado por la Universidad del Litor, 627p.

SCHULTZ, T. E. (2005). Biological wastewater treatment. Chemical Engineering magazine. Access Intelligence.

TOLEDO, A (2006). El agua, hombre y paisaje. *Gaceta Ecológica*, Instituto Nacional de Tecnología, 28-29.

