

**PROCESO FOTOCATALÍTICO COMO ALTERNATIVA PARA LA
POTABILIZACIÓN DE AGUA**

JOSE DANIEL ACEVEDO ZABALETA

ASESOR: Profesor EDISON GILPAVAS

LÍNEA DE INVESTIGACIÓN PROCESOS AVANZADOS DE OXIDACIÓN

**GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN PROCESOS AMBIENTALES Y
BIOTECNOLÓGICOS- GIPAB**



UNIVERSIDAD EAFIT

ESCUELA DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE PROCESOS

MEDELLÍN

2012

**PROCESO FOTOCATALÍTICO COMO ALTERNATIVA PARA LA
POTABILIZACIÓN DE AGUA**

JOSE DANIEL ACEVEDO ZABALETA

ASESOR: Profesor Edison GilPavas

**Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de
maestría en ingeniería**

GRUPO DE INVESTIGACIÓN GIPAB



UNIVERSIDAD EAFIT

ESCUELA DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE PROCESOS

MEDELLÍN

2012

Nota de Aceptación:

Presidente del Jurado

Jurado

Jurado

Medellín, agosto de 2012

AGRADECIMIENTOS

EDISON GILPAVAS, profesor del departamento de Ingeniería de Procesos de la Universidad EAFIT y director del grupo de investigación GIPAB, por su coautoría, corrección del texto y asesoría para el desarrollo y finalización de esta investigación, por ser el guía en todas las etapas de este proyecto y por su trabajo y orientación para los análisis realizados en esta investigación.

DANIEL MAURICIO CASAS, LUIS FERNANDO LÓPEZ, por su colaboración en ensayos experimentales desarrollados a lo largo del proyecto

EDGAR ARBELAÉZ, JHON JAIRO ESTRADA, coordinador y auxiliar de los laboratorios de ingeniería de procesos, por la colaboración durante el desarrollo del proyecto

A MIS FAMILIARES, por el apoyo y la confianza que me fortalecieron para llevar a cabo este proyecto.

TABLA DE CONTENIDO

CAPÍTULO 1	14
1.1 INTRODUCCIÓN.....	14
1.2 MARCO TEÓRICO.....	15
1.2.1 Procesos Avanzados de Oxidación.....	15
1.2.2 Fotocatálisis heterogénea.....	15
1.2.2.1 Fotocatálisis heterogénea con TiO ₂	16
1.2.2.2 Inmovilización con TiO ₂	16
1.2.3 Fotocatálisis homogénea	17
1.2.4 Reactores fotocatalíticos	17
1.2.4.1 Reactor de lecho fijo	18
1.2.4.2 Reactor de lecho fluidizado.....	18
1.2.4.3 Reactores parabólicos cilíndricos compuestos (CPCs).....	19
1.2.5 Calidad del agua.....	19
1.2.5.1 Calidad de agua en Colombia.....	20
1.2.5.2 Calidad de agua en Antioquia	20
1.2.6 Legislación ambiental.....	21
1.2.7 Desarrollo rural equitativo y sostenible.....	22
1.3 ANTECEDENTES	23
1.4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	27
1.5 HIPÓTESIS	27
1.6 OBJETIVOS	27
1.6.1 General.....	27
1.6.2 Específicos.....	28
1.7 ALCANCE.....	28
1.8 CONCLUSIONES.....	28
1.9 BIBLIOGRAFÍA	29
CAPÍTULO 2	31
2.1 MATERIALES Y EQUIPOS	31
2.1.1 Reactivos.....	31
2.1.2 Equipos	31
2.1.3 Métodos analíticos.....	32
2.1.3.1 Medición de la Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	32

2.1.3.2 Petrifilm	32
2.2 AGUA TRATADA EN EL PROYECTO	33
2.3 INMOVILIZACIÓN	34
2.3.1 Inmovilización de TiO ₂ en alginato de calcio	34
2.3.2 Inmovilización de TiO ₂ en piedra pómez	35
2.3.3 Análisis de los sustratos con el TiO ₂ inmovilizado.....	35
2.3.3.1 Microscopia electrónica de barrido (SEM)	35
2.3.3.2 Espectrometría de fluorescencia de rayos X (XRF).....	35
2.4 DISEÑO DEL TRATAMIENTO PRIMARIO	36
2.4.1 Etapa de coagulación-floculación y sedimentación	36
2.4.2 Etapa de filtración.....	36
2.5 CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE LOS FOTO-REACTORES	37
2.5.1. Foto-reactor de lecho fluidizado con TiO ₂ soportado en alginato-Ca	38
2.5.2 Foto-reactor de lecho fijo con TiO ₂ soportado en piedra pómez.....	38
2.5.3 Reactor para el ensayo solar.....	39
2.5.3.1 Captador parabólico compuesto (CPC).....	39
2.6 DISEÑO DE EXPERIMENTOS PRELIMINAR	40
2.7 DISEÑO DE EXPERIMENTOS	42
2.7.1 Diseño estadístico de experimentos, tipo Box-Behnken.....	42
2.7.2 Diseño estadístico de experimentos TiO ₂ inmovilizado en alginato-Ca.....	42
2.7.3 Diseño de estadístico de experimentos, TiO ₂ inmovilizado en piedra pómez	43
2.8 ENSAYO SOLAR	44
2.9 CONCLUSIONES.....	44
2.10 BIBLIOGRAFÍA.....	45
CAPÍTULO 3	47
3. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	47
3.1 RESULTADOS SEM	47
3.2 RESULTADOS XRF	48
3.3 RESULTADOS DISEÑO DE EXPERIMENTOS PRELIMINAR	49
3.3.1 Cinéticas diseño de experimentos preliminar	50
3.4 RESULTADOS TIO ₂ INMOVILIZADO EN ALGINATO DE CALCIO.....	52
3.4.1 Tratamiento primario	52
3.4.2 Diseño de experimentos.....	52

3.4.2.1	Análisis diseño de experimentos	53
3.4.3	Cinéticas condiciones óptimas	58
3.4.3.1	Propiedades fisicoquímicas	61
3.4.4	Reúso del Catalizador	62
3.5	RESULTADOS TIO ₂ INMOVILIZADO EN PIEDRA PÓMEZ	63
3.5.1	Ensayo preliminar con piedra pómez	63
3.5.2	Diseño de experimentos	65
3.5.2.1	Análisis diseño de experimento	66
3.5.3	Cinéticas con las condiciones óptimas obtenidas.	70
3.5.4	Propiedades fisicoquímicas	73
3.5.5.	Reúso del sustrato.....	73
3.6	ANÁLISIS DEL TiO ₂ INMOVILIZADO EN LOS SUSTRATOS.....	74
3.7	FOTOCATÁLISIS CON RADIACIÓN SOLAR	74
3.7.1	TiO ₂ inmovilizado en alginato de calcio	75
3.7.2	Inmovilización de TiO ₂ en piedra pómez	77
3.7.3	Ensayo con los resultados óptimos	79
3.8	CONCLUSIONES.....	79
3.9	BIBLIOGRAFÍA	80
CAPÍTULO 4		83
4.	DISEÑO CONCEPTUAL	83
4.1	CAUDAL DE DISEÑO	83
4.2	DIAGRAMA DE ENTRADAS Y SALIDAS	83
4.3	DESCRIPCIÓN DEL PROCESO.....	84
4.3.1	Mezcla rápida	84
4.3.2	Coagulación	84
4.3.3	Sedimentación.....	84
4.3.4	Filtración.....	85
4.3.5	Proceso de desinfección	85
4.4	DIAGRAMA DE BLOQUES DE PROCESO	85
4.5	DIAGRAMA DE FLUJO DE PROCESO (PFD).....	86
4.6	DIMENSIONAMIENTO DE EQUIPOS.....	86
4.6.1	M – 101 Tanque mezclador y de almacenamiento para el coagulante.....	86
4.6.2	M – 102: Mezclador estático.....	89
4.6.3	F – 101: Floculador de paletas giratorias	89

4.6.4 S – 101: Sedimentador convencional rectangular	91
4.6.5 F – 101 Filtro de lecho mixto	93
4.6.6 D – 101: Captador parabólico compuesto (CPCs)	97
4.7 DISTRIBUCIÓN DE LA PLANTA.....	99
4.8 COSTOS	100
4.8.1 Costos de equipos e instalación.....	100
4.8.2 Costos de insumos.....	101
4.8.3 Costos de operación	101
4.8.4 Costos indirectos.....	102
4.8.5 Costos totales.....	102
4.9 CONCLUSIONES.....	103
4.10 BIBLIOGRAFÍA.....	104
CAPÍTULO 5	105
5.1 CONCLUSIONES GENERALES.....	105

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. 1 Fuentes mejoradas de agua potable en Colombia.	20
Tabla 1. 2 Protección y control de la calidad del agua para consumo humano (Decreto 1575 de 2007).....	21
Tabla 1. 3 Programa de uso eficiente de agua potable (Ley 373 de 1997).....	22
Tabla 2. 1 Características del agua tratada.....	33
Tabla 2. 2 Diámetros utilizados para cada material (Arboleda 2000).....	37
Tabla 2. 3 Parámetros diseño preliminar.....	41
Tabla 2. 4 Diseño de experimentos TiO_2 inmovilizado en alginato.	42
Tabla 2. 5 Diseño de experimentos con TiO_2 inmovilizado en piedra pómez	43
Tabla 3. 1 Composiciones piedra pómez inmovilizada con TiO_2	48
Tabla 3. 2 Diseño de experimentos preliminar (prescreening)	49
Tabla 3. 3 Cinéticas realizadas para el diseño de experimentos preliminar	50
Tabla 3. 4 Resultados tratamiento primario.....	52
Tabla 3. 5 Resultados diseño de experimentos.....	53
Tabla 3. 6 ANOVA coliformes fecales	54
Tabla 3. 7 ANOVA coliformes totales	56
Tabla 3. 8 Valores óptimos coliformes totales.	57
Tabla 3. 9 Resultados cinética 1 agua quebrada.	58
Tabla 3. 10 Resultados cinética 2 con agua tratamiento primario	59
Tabla 3. 11 Resultados cinética 3 con agua tratamiento primario	60
Tabla 3. 12 Propiedades fisicoquímicas	62
Tabla 3. 13 Foto-actividad del catalizador coliformes fecales.....	62
Tabla 3. 14 Foto-actividad del catalizador coliformes totales	63
Tabla 3. 15 Parámetros ensayo preliminar con piedra pómez.....	63
Tabla 3. 16 Coliformes tratamiento primario.....	65
Tabla 3. 17 Diseño de experimentos TiO_2 inmovilizado en piedra pómez.	65
Tabla 3. 18 ANOVA coliformes fecales.	66
Tabla 3. 19 ANOVA coliformes totales.	68
Tabla 3. 20 Valores óptimos coliformes totales	69
Tabla 3. 21 Cinética condiciones óptimas	70
Tabla 3. 22 Cinética $\text{H}_2\text{O}_2/\text{UV}$	71
Tabla 3. 23 Cinética TiO_2 en suspensión/ $\text{H}_2\text{O}_2/\text{UV}$	71
Tabla 3. 24 Cinética TiO_2/UV	72
Tabla 3. 25 Propiedades fisicoquímicas de las muestras	73
Tabla 3. 26 Foto-actividad del catalizador coliformes fecales.....	74

Tabla 3. 27 Foto-actividad del catalizador coliformes totales	74
Tabla 3. 28 Cinética UV solo.....	75
Tabla 3. 29 Cinética UV/Alg-TiO ₂	75
Tabla 3. 30 Cinética UV/Alg-TiO ₂ /H ₂ O ₂	76
Tabla 3. 31 Cinética UV solo.....	77
Tabla 3. 32 Cinética UV/Po-TiO ₂	77
Tabla 3. 33 Cinética UV/Po-TiO ₂ /H ₂ O ₂	78
Tabla 4. 1 Comparación entre diferentes tipos de filtro (Romero 2002).....	93
Tabla 4. 2 Costos de los materiales del CPCs	100
Tabla 4. 3 Costos de insumos.....	101
Tabla 4. 4 Costo de operación empleado.....	101
Tabla 4. 5 Costos de operación.	102
Tabla 4. 6 Costos totales mensuales	103
Tabla 4. 7 Resumen costo total de la inversión.....	103

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. 1 Reactor de lecho fluidizado (Dong <i>et al.</i> , 2010).....	19
Figura 2. 1 Termo-reactor y Fotómetro.	32
Figura 2. 2 Petrifilm (3M).....	33
Figura 2. 3 Inmovilización de TiO ₂ en alginato y piedra pómez	34
Figura 2. 4 Montaje de producción del TiO ₂ inmovilizado en alginato.....	35
Figura 2. 5 Ensayo de jarras	36
Figura 2. 6 Filtro de lecho múltiple	37
Figura 2. 7 Foto-reactor de lecho fluidizado con TiO ₂ inmovilizado en alginato	38
Figura 2. 8 Foto-reactor para el TiO ₂ inmovilizado en piedra pómez.	39
Figura 2. 9 Foto-reactor solar.....	39
Figura 2. 10 Diseño del captador parabólico compuesto (Malato <i>et al.</i> , 2009)	40
Figura 2. 11 Captador parabólico compuesto.....	40
Figura 2. 12 Foto-reactor de lecho fluidizado para el diseño preliminar.	41
Figura 2. 13 Montaje diseño preliminar.	41
Figura 2. 14 Diagrama de flujo del proceso.....	43
Figura 2. 15 Montaje ensayo solar	44
Figura 3. 1 TiO ₂ inmovilizado en alginato de calcio	47
Figura 3. 2 Piedra pómez antes (a) y después (b) de soportar el TiO ₂	48
Figura 3. 3 Cinéticas de coliformes fecales del diseño de experimentos preliminar.	51
Figura 3. 4 Cinéticas de coliformes totales del diseño de experimentos preliminar	51
Figura 3. 5 Diagrama de Pareto coliformes fecales.....	55
Figura 3. 6 Efecto principales coliformes fecales	55
Figura 3. 7 Superficie de respuesta coliformes fecales	56
Figura 3. 8 Diagrama de Pareto coliformes totales.....	57
Figura 3. 9 Diagrama de efectos principales coliformes totales.....	58
Figura 3. 10 Diagrama de superficie de respuesta coliformes totales	58
Figura 3. 11 Cinéticas coliformes fecales.....	61
Figura 3. 12 Cinéticas coliformes totales.....	61
Figura 3. 13 Inactivación de coliformes (TiO ₂ /UV).....	64
Figura 3. 14 Inactivación de coliformes /TiO ₂ /H ₂ O ₂ /UV)	64
Figura 3. 15 Inactivación de coliformes (TiO ₂ solo)	64
Figura 3. 16 Inactivación de coliformes (UV solo)	65
Figura 3. 17 Diagrama de Pareto	67
Figura 3. 18 Efectos principales coliformes fecales.....	67
Figura 3. 19 Superficie de respuesta coliformes fecales	68
Figura 3. 20 Diagrama de Pareto	69

Figura 3. 21 Efectos principales coliformes totales.....	69
Figura 3. 22 Grafico de superficie de respuesta.....	70
Figura 3. 23 Inactivación de coliformes fecales.....	72
Figura 3. 24 Inactivación de coliformes totales.....	73
Figura 3. 25 Cinéticas TiO ₂ inmovilizado en alginato de calcio.....	76
Figura 3. 26 Cinéticas TiO ₂ inmovilizado en piedra pómez.....	78
Figura 3. 27 Cinéticas resultados óptimos	79
Figura 4. 1 Diagrama de entradas y salidas del proceso.....	84
Figura 4. 2 Diagrama de bloques planta de tratamiento	85
Figura 4. 3 Tanque para dosificación del coagulante	87
Figura 4. 4 Diagrama de flujo del proceso.....	88
Figura 4. 5 Mezclador estático (Komax).....	89
Figura 4. 6 Diseño del floculador.....	91
Figura 4. 7 Grafico para calcular la carga superficial (Arboleda 2000)	92
Figura 4. 8 Diseño del equipo sedimentador de paletas giratorias	93
Figura 4. 9 Filtro mixto de antracita y arena	96
Figura 4. 10 Tubo de boro silicato con su CPC	98
Figura 4. 11 Diseño del foto-reactor.....	99
Figura 4. 12 Distribución de la planta.....	100
Figura 4. 13 Porcentajes de cada ítem.....	103

RESUMEN

El propósito de esta investigación, es proponer una alternativa de tratamiento de potabilización de agua para zonas rurales colombianas, donde no existen ningún sistema de desinfección de microorganismos patógenos, con la finalidad de encontrar un proceso de tratamiento de agua que sea económico, de fácil manejo y que aporte al desarrollo sostenible, haciendo uso de los recursos naturales.

Para esta investigación se estudió un proceso convencional de potabilización sustituyendo la etapa de desinfección por cloración, por un proceso de fotocátalisis heterogénea. Como catalizador, se empleó el TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio y piedra pómez, y se utilizó H_2O_2 como coadyuvante del proceso. El agua utilizada para el tratamiento fue de una quebrada de la ciudad de Medellín.

Se emplearon dos reactores para los ensayos utilizando radiación artificial. El primero se utilizó para el TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio en un lecho fluidizado, irradiado por el anulo con lámparas UV. El segundo se trabajó en un lecho fijo con el TiO_2 inmovilizado en piedra pómez, irradiado por los laterales.

Para la optimización del proceso se empleó un diseño de experimentos Box-Behnken, donde se evaluaron los factores: concentración de TiO_2 , concentración de H_2O_2 y radiación UV. Como variables de respuesta se estudio el porcentaje de inactivación de coliformes fecales (%ICF) y totales (%ICT). Una vez optimizadas estas variables, se realizaron cinéticas para analizar el comportamiento de inactivación de coliformes. Se encontró que los valores que optimizan la variable de respuesta para el reactor de lecho fluidizado son: 0.2 g/L de TiO_2 , 30 mg/L de H_2O_2 y 310 nm de radiación UV. Para el reactor de lecho fijo: 0.2 g/L de TiO_2 , 19 mg/L de H_2O_2 y 310 nm de radiación UV.

Luego de los experimentos con radiación artificial, se realizaron experimentos con radiación solar utilizando un captador parabólico compuesto (CPC), con el propósito de analizar y comparar los resultados utilizando radiación solar en el proceso fotocatalítico. Se encontró que el proceso es efectivo utilizando la radiación solar. Finalmente, se realizó un diseño conceptual para una vereda del sector antioqueño, basada en el tratamiento primario y el proceso fotocatalítico.

Palabras claves: Potabilización, radiación artificial y solar, foto-reactor, fotocátalisis heterogénea, dióxido de titanio, peróxido de hidrogeno, desinfección, diseño conceptual, diseño de experimentos, coliformes fecales y totales.

RESUMEN

En este capítulo, se hace una breve descripción de los Procesos Avanzados de Oxidación (PAO's), dirigido principalmente a los procesos fotocatalíticos heterogéneos y homogéneos. Se expone la importancia de los sistemas de tratamiento de agua que aportan al desarrollo sostenible y se presenta cual es la problemática actualmente del agua potable en Colombia. También, se hace referencia a algunos antecedentes de trabajos que se han desarrollado para el tratamiento de agua potable, que permitirán enfrentar los desafíos que tiene el país con respecto de los abastecimientos de agua potable. Finalmente, se presentan los objetivos, alcance y conclusiones del capítulo.

1.1 INTRODUCCIÓN

El suministro de agua potable es un tema que suscita preocupación, especialmente en los países en desarrollo. La falta de agua potable está directamente relacionada con la pobreza y en muchos casos a la incapacidad de los gobiernos para financiar sistemas de desinfección de agua adecuados. Los costos humanos directos e indirectos producidos por las deficiencias de los sistemas de agua potable son enormes, incluyendo problemas de salud muy extendido, la mano de obra pesada (especialmente en mujeres) y severas limitaciones para el desarrollo económico. (Gelover *et al*, 2006; Rincón y Pulgarin, 2007). El acceso al agua potable y saneamiento en Colombia, y la calidad de estos servicios ha aumentado significativamente durante la última década. Sin embargo, aún quedan desafíos importantes, incluso una cobertura insuficiente de los servicios, especialmente en zonas rurales. En el año 2004, la población con acceso a agua potable y a un saneamiento adecuado representaba el 93% y el 86%, respectivamente. La población rural, que representa aproximadamente el 23% de la población total del país, mostraba las tasas de cobertura más bajas, sólo el 71% tenía acceso a agua potable (OMS/Unicef 2006).

Debido a las falencias encontradas en el suministro de agua potable en Colombia, se propone el diseño, construcción y montaje de un sistema para el tratamiento de agua natural en zonas rurales. El proceso se evaluó a partir de un diseño de experimentos preliminar (prescreening), a escala de laboratorio, para la identificación de las variables significativas del proceso, las cuales fueron: Radiación UV, concentración de TiO_2 inmovilizado en sustratos y concentración de H_2O_2 . Una vez definidos las variables significativas, se realizó un diseño de experimentos Box-Behnken para la optimización de estos factores. Luego, se

realizaron ensayos utilizando la radiación solar, con la finalidad de ser utilizada como una alternativa para estos tratamientos de agua, y a la vez, proporcionar bajos costos de inversión para que puedan ser aplicados en zonas rurales colombianas donde no existe abastecimiento de agua potable.

1.2 MARCO TEÓRICO

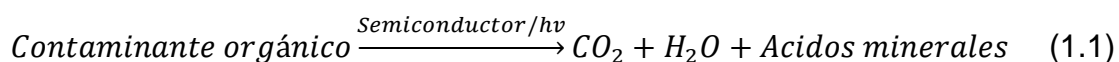
1.2.1 Procesos Avanzados de Oxidación.

Los procesos avanzados de oxidación (PAO's) se encuentran incluidos dentro de los procesos de oxidación química más efectivos para el tratamiento de agua. Estas tecnologías están basadas en procesos físico-químicos capaces de producir cambios profundos en la estructura química de los contaminantes. El concepto fue inicialmente establecido por Glaze y colaboradores, quienes definieron los PAO's como procesos que involucran la generación y uso de especies transitorias poderosas, principalmente el radical hidroxilo (*OH). Este radical puede ser generado por medios fotoquímicos (incluida la radiación solar) o por otras formas de energía, y posee alta efectividad para la oxidación de materia orgánica (Meng *et al.*, 2010; Malato *et al.*, 2009; Bandala *et al.*, 2007). En particular, dos de estos PAO's han demostrado recientemente su habilidad en la desactivación de microorganismos: la fotocatalisis heterogénea y homogénea.

1.2.2 Fotocatalisis heterogénea.

Se entiende como fotocatalisis heterogénea el proceso que implica la utilización conjunta de la radiación ultravioleta y un material sólido inorgánico semiconductor excitado por la radiación, para promover una transformación química. Después de la absorción de energía, la especie absorbente genera portadores de carga (huecos y electrones) y éstos últimos son transferidos al oxidante, que también son susceptibles de ser pasadas directamente a la materia orgánica presente en el sistema y en algunos casos, cuando la reacción se presenta en medio acuoso al agua. Al mismo tiempo, el catalizador acepta electrones del agente reductor que llenan los huecos generados en la banda de valencia del semiconductor. De esta forma, el flujo neto de electrones es nulo y el catalizador permanece inalterado. El concepto general de la degradación fotocatalítica heterogénea es simple: el uso de un semiconductor para generar suspensiones coloidales estables bajo radiación para estimular una reacción en la interfase sólido-líquido (o sólido-gas) (Pelizzetti 1995).

La fotocatalisis heterogénea permite la degradación, e incluso la mineralización, de gran variedad de compuestos orgánicos según la reacción global siguiente:



El proceso de fotocátalisis heterogénea usando dióxido de titanio (TiO_2) como catalizador ha sido ampliamente utilizado para la desactivación de una amplia variedad de microorganismos, así como para la eliminación de células cancerosas (Blake *et al.*, 1999; Srinivasa y Somasundaram, 2003).

1.2.2.1 Fotocatálisis heterogénea con TiO_2

Algunos semiconductores que pueden ser usados como fotocatalizadores son: TiO_2 , WO_3 , CdSe , ZnO , y ZnS , entre otros. De ellos el más utilizado para aplicaciones ambientales entre otras, es el Dióxido de Titanio TiO_2 , dado que es biológica y químicamente inerte, además de económico y resistente a la corrosión química y la fotocorrosión, oxidando generalmente, tanto compuestos tóxicos iniciales, como los intermediarios generados en las reacciones de oxidación (Grieken, *et al.*, 2009; Gelover *et al.*, 2004; Pelizzetti 1995). Respecto a la respuesta espectral del TiO_2 , cabe mencionar que este material sólo es activo en la región ultravioleta cercana (UVA) debido a que su salto de banda (transición indirecta) se encuentra entre 3,02–3,23 eV, según si su estructura cristalina es, respectivamente, rutilo o anatasa. Por este motivo, el TiO_2 sólo puede aprovechar alrededor de un 5% de la intensidad del espectro de la radiación solar, que es la parte que corresponde a la región ultravioleta que se encuentra por debajo de $\lambda = 400$ nm. La estructura cristalina del TiO_2 más estable termodinámicamente es la estructura de rutilo. Sin embargo, la estructura que presenta mayor actividad fotocatalítica es la anatasa, que es utilizada de manera habitual para aplicaciones de descontaminación ambiental. (Pelizzetti 1995).

1.2.2.2 Inmovilización con TiO_2

En las aplicaciones fotocatalíticas, el TiO_2 puede ser dispuesto en suspensiones o soportado sobre diferentes sustratos como vidrio, cuarzo y metales, dependiendo de la fase en que se realice el proceso y de la configuración del foto-reactor. Problemas técnicos en el manejo de suspensiones, como aglomeración, segregación y la posterior separación del medio de reacción para la limpieza y reusó del catalizador, han promovido el desarrollado de estudios relacionados con la inmovilización del fotocatalizador TiO_2 sobre diferentes sustratos, en los cuales generalmente se obtienen materiales con menor área superficial activa, pero con condiciones mecánicas y operacionales apropiadas para ser usados en procesos fotocatalíticos aplicados a situaciones prácticas (Pozzo *et al.*, 1997; Gelover *et al.*, 2004). Dado también, que el uso de TiO_2 en polvo implica la necesidad de incorporar una etapa de separación y recuperación del catalizador, es conveniente su inmovilización sobre distintos sustratos. Algunas de las vías conocidas para la fijación de TiO_2 son el método sol-gel, sol-gel combinado y el proceso por inmersión *dip coating* (Grieken *et al.*, 2009; Vera, 2008; Duffy *et al.*, 2004).

1.2.3 Fotocatálisis homogénea

En el proceso de fotocatálisis homogénea interaccionan la absorción de la radiación UV y/o la luz visible, con un catalizador y los substratos a degradar en una disolución acuosa. El proceso fotoquímico implica la generación de radicales hidroxilo ($\cdot\text{OH}$) que inician la oxidación y la degradación de los contaminantes orgánicos (Anipsitakis y Dionysiou, 2004). El proceso Fenton ($\text{Fe(II)} + \text{H}_2\text{O}_2$) y el proceso Fenton promovido por energía lumínica (foto-Fenton, $\text{Fe(II)} + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{radiación}$) son las metodologías de fotocatálisis homogénea más estudiadas en la actualidad (Bandala *et al.*, 2007). A diferencia de la ampliamente estudiada desactivación de microorganismos mediante fotocatálisis heterogénea, la aplicación de fotocatálisis homogénea en la desactivación de microorganismos en agua no ha sido suficientemente explorada y sólo se encuentran algunos reportes recientes de su uso (Guisar *et al.*, 2007; García *et al.*, 2007).

1.2.4 Reactores fotocatalíticos

Existen varios factores importantes a la hora de diseñar un reactor fotocatalítico dado que la necesidad de utilizar un catalizador sólido complica el proceso al añadir otra fase al sistema. En este tipo de reactores es evidente que, además de tener que conseguir un buen contacto entre los reactivos y el catalizador (elevada área superficial de catalizador por unidad de volumen del reactor), es igualmente necesario lograr una exposición eficiente del catalizador a la luz útil para el proceso (distribución óptima de luz dentro del reactor). Además, hay que considerar los parámetros convencionales tales como distribución de flujo, mezclado e interacción entre reactivos y catalizador, transferencia de masa, etc., que juegan un papel relevante. En el caso de procesos de fotocatálisis heterogénea los principales factores que se deben optimizar, en estos reactores, son el aprovechamiento energético de la radiación y la disposición del catalizador. En cuanto al rendimiento energético, los diseños que sitúan la fuente de energía (habitualmente una lámpara UV) en el centro de un reactor anular, son los que dan mejores resultados, y de hecho prototipos comerciales. (Malato *et al.*, 2009).

La forma en que la radiación incide sobre el reactor y la longitud del camino óptico de ésta en su interior son fundamentales para determinar la concentración óptima de catalizador.

- Si la lámpara está en el interior del reactor y coaxial con éste, la velocidad de reacción máxima (r_{max}) se alcanza con una concentración de TiO_2 muy alta (del orden de varios gramos por litro) si el camino óptico es corto (varios mm). En cambio, la concentración de TiO_2 para r_{max} es baja (cientos de mg por litro) si alcanza varios centímetros.
- Si la lámpara está en el exterior, pero el camino óptico es corto (1-2 cm max.), r_{max} se consigue con 1-2 g L⁻¹ de TiO_2 .

- Si la lámpara está en el exterior (similar a lo que se produce en un reactor iluminado por radiación solar), pero el camino óptico alcanza varios centímetros, la concentración adecuada de catalizador es de unos cientos de miligramos por litro.

Es evidente que la aplicación práctica de todo proceso fotocatalítico va a requerir el diseño de un foto-reactor que sea eficiente. Debido a esto, en este proyecto se evaluaron dos tipos de reactores que han demostrado ser eficientes para muchos procesos. Estos reactores son: de lecho fijo y de lecho fluidizado (Malato *et al.*, 2009)

1.2.4.1 Reactor de lecho fijo

Los reactores de lecho fijo consisten en uno o más materiales empacados con partículas de catalizador, que operan en posición vertical. Las partículas catalíticas pueden variar de tamaño y forma: granulares, cilíndricas, esféricas, etc. Estos tipos de reactores tiene la ventaja de trabajar con sistema de alta carga, que requieren de menos volumen y espacio, en comparación con los sistemas convencionales para lograr el mismo rendimiento en el tratamiento. Los reactores de lecho fijo, cuando se trabaja con los fotocatalizadores, presentan algunas desventajas como limitaciones en la transferencia de masa y baja área de superficie del catalizador, lo que provoca poca actividad de este y necesita más irradiación comparados con los proceso que trabajan con el catalizador en suspensión o en un lecho fluidizado (Renaud *et al.*, 2005; Pablos *et al.*, 2011).

1.2.4.2 Reactor de lecho fluidizado.

La tecnología de la fluidización se utiliza ampliamente en la ingeniería química, ingeniería ambiental y las industrias de energía. Excelentes propiedades de transporte, como la mezcla sólida, transferencia de calor y de masa, entre las fases sólido y gas, están directamente relacionadas con las características dinámicas del fluido en un lecho fluidizado (Hong-Tao *et al.*, 2011). El fenómeno de la fluidización se da a partir del flujo de un fluido (líquido, gas o ambos) a través de un lecho compuesto por partículas sólidas, a medida que el flujo se incrementa las partículas son elevadas levemente y dejan de estar en permanente contacto unas con otras, logrando un efecto final de mezcla donde favorece el contacto entre las fases presentes, generando en el sistema reaccionante alta conversión y eficiencia (Walas *et al.*, 2004). A partir de este punto, la masa de sólido y fluido, presenta las características de flujo de un líquido (Walas *et al.*, 2004). En la Figura 1. 1, se muestra el esquema de un foto-reactor de lecho fluidizado:

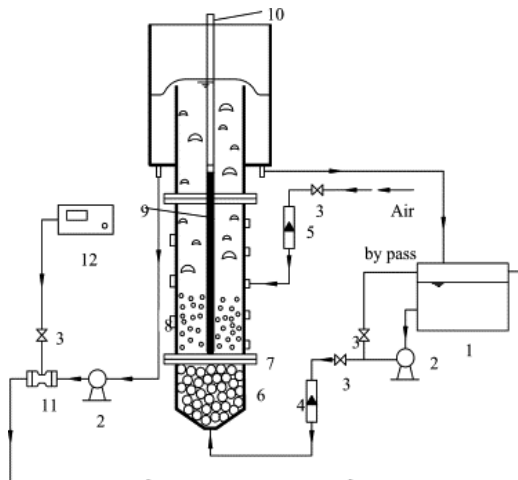


Figura 1. 1 Reactor de lecho fluidizado (Dong *et al.*, 2010)

1.2.4.3 Reactores parabólicos cilíndricos compuestos (CPCs)

Los captadores solares CPCs (captadores parabólicos compuestos) son una interesante mezcla entre los reactores cilindro-parabólicos (PTCs) y los sistemas sin concentración, y suponen una de las mejores opciones para las aplicaciones fotocatalíticas utilizando la luz solar (Fernández *et al.*, 2005; Malato *et al.*, 2009). Los reactores tipo CPC son unos sistemas estáticos con una superficie reflectante enfocada hacia un foto-reactor cilíndrico siguiendo una involuta. Estos dispositivos proporcionan una de las mejores ópticas para los sistemas de baja concentración, pudiendo además ser diseñados con una $RC = 1$, con lo que se consiguen simultáneamente las ventajas de los PTCs y de los reactores sin concentración (Malato *et al.*, 2009).

Gracias al diseño de su superficie reflectante, casi toda la radiación que llega al área de apertura del captador (no sólo la directa, también la difusa) puede ser recogida y estar disponible para el proceso fotocatalítico en el reactor. La radiación UV reflejada por el CPC es además distribuida alrededor de la parte trasera del tubo foto-reactor y como resultado la mayoría de la circunferencia del tubo se encuentra iluminada (Malato *et al.*, 2009)

1.2.5 Calidad del agua.

El agua en suficiente cantidad y buena calidad es esencial para la vida; sin embargo, a principios del año 2000, la sexta parte de la población mundial, es decir, más de mil millones de personas, no tenían acceso a un abastecimiento mejorado de agua potable y muchas más carecían de acceso a agua segura. (Dorothee *et al.*, 2010; Rincon and Pulgarin 2007; Gelover *et al.*, 2006; Lonnen *et al.*, 2005). La falta de acceso a agua de buena calidad provoca un riesgo de enfermedades transmitidas por el agua tales como: diarrea, cólera, fiebre tifoidea,

hepatitis A, disentería amébrica o bacteriana y otras enfermedades diarreicas. Cada año, 4,000 millones de casos de diarrea causan 2,200 millones de muertes, mayormente entre niños menores de cinco años. Esto equivale a que un niño muera cada 15 segundos. Los patógenos transmitidos por agua pertenecen a los grupos de bacterias, virus y parásitos. Si bien con frecuencia los virus no se detectan en el agua ni en el huésped, pueden representar el mayor grupo de agentes patógenos, seguidos por los parásitos y las bacterias (WHO/ UNICEF/ WSSCC 2000; WHO 2000).

1.2.5.1 Calidad de agua en Colombia

En la Tabla 1. 1, se muestran algunos datos de poblaciones que utilizan fuentes de agua potable en Colombia y se muestra como ha sido el crecimiento desde el año 1990 hasta el 2008 (OMS, 2011).

Tabla 1. 1 Fuentes mejoradas de agua potable en Colombia.

Población que utiliza fuentes mejoradas de agua potable (%)					
Urbana		Rural		Total	
1990	2008	1990	2008	1990	2008
98	99	68	73	88	92

En la Tabla 1. 1, se observa que las zonas más afectadas en Colombia con el abastecimiento de agua potable, es la zona rural. Aunque ha existido un aumento notable en los sistemas de tratamiento, todavía los desafíos son importantes, debido a que el 27% de la población rural no tiene acceso a agua potable. Según los datos registrados, Colombia tiene 45´660.000 habitantes, de los cuales el 25% corresponde a las zonas rurales. De acuerdo a los datos de la Tabla 1. 1, el 6,75% de habitantes no tienen acceso de agua, lo que corresponde a 308.205 de habitantes (OMS 2011).

1.2.5.2 Calidad de agua en Antioquia

En Antioquia, para el año 2006, la cobertura total del acceso al servicio de ACUEDUCTO (Población que dispone de infraestructura de captación, planta de potabilización, almacenamiento y redes de distribución) correspondió al 86.8%, por debajo del promedio nacional que es del 94.8%. En el área urbana la cobertura es del 96.3% y en el área rural del 53.9%. Con respecto a la cobertura total del acceso a agua potable (Población que efectivamente recibe agua potable de acuerdo con la normatividad sanitaria), es del 70.4%, por debajo de la cobertura nacional que es del 91%. En las áreas urbanas la cobertura es del orden de 85.7% y en las áreas rurales del 17.9%. En Antioquia para el año 2006, de los 125 municipios, 123 tienen planta de potabilización en las zonas urbanas y sólo 71 de ellos suministran agua apta para el consumo humano, lo cual representa el 57%.

Ocho (8) municipios con planta de tratamiento, no realizan procesos de potabilización, por dificultades técnicas y operativas: El Bagre, Cisneros, Campamento, Dabeiba, Liborina, Peque, Argelia y Vigía del Fuerte. Dos (2) municipios no tienen planta de tratamiento: La Pintada y Murindó. De lo anterior, se puede inferir que el problema de suministro de agua potable no es sólo un problema de infraestructura, debido a que los municipios poseen sus plantas de potabilización y en general la infraestructura necesaria para la buena prestación de los servicios, sin embargo, a pesar de tener los recursos, la comunidad no dispone del servicio de agua potable (DSSA – Gobernación de Antioquia 2011).

Evaluadas las causas, se concluye que los principales problemas se centran en las deficiencias de construcción, administración, operación y mantenimiento de los sistemas por parte de los municipios. Revisando el informe consolidado de calidad de agua en la cabeceras urbanas de Antioquia del año 2006 y evaluando la relación operador versus calidad de agua, encontramos que de 80 sistemas que son operados por los municipios o empresas del orden municipal, únicamente 30 suministran agua potable, lo que equivale a un 37% y de los 45 sistemas que son operados por operadores especializados, incluyendo en esta categoría a EPM, 41 suministran agua potable, lo que equivale al 91% (DSSA – Gobernación de Antioquia 2011).

1.2.6 Legislación ambiental

Las normas existentes de acuerdo a la legislación ambiental colombiana relacionadas al agua potable encontramos el decreto 1575 de 2007; establece el sistema para la protección y control de la calidad del agua para consumo humano, y la ley 373 de 1997; establece el programa para el uso eficiente de agua potable. En la Tabla 1. 2 y Tabla 1. 3 se muestran algunos de los parámetros importantes de estas normas.

Tabla 1. 2 Protección y control de la calidad del agua para consumo humano (Decreto 1575 de 2007)

Artículo	Concepto	Contenido
1	Objeto y campo de aplicación	El objeto del presente decreto es establecer el sistema para la protección y control de la calidad del agua, con el fin de monitorear, prevenir y controlar los riesgos para la salud humana causados por su consumo, exceptuando el agua envasada.
3	Características del agua para consumo humano	Las características físicas, químicas y microbiológicas, que pueden afectar directa e indirectamente la salud humana serán determinadas por los Ministerios de la Protección Social y de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial.

4	Responsables del control y vigilancia para garantizar la calidad del agua para consumo humano.	Los ministerios de la Protección Social y de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial, la Superintendencia de Servicios Públicos Domiciliarios, el Instituto Nacional de Salud, las Direcciones Departamentales Distritales y Municipales de Salud, Personas prestadoras que suministran o distribuyen agua para consumo humano y los usuarios.
---	--	--

Tabla 1. 3 Programa de uso eficiente de agua potable (Ley 373 de 1997).

Artículo	Concepto	Contenido
1	Programa para el uso eficiente y ahorro del agua	Todo plan ambiental regional y municipal debe incorporar obligatoriamente un programa para el uso eficiente y ahorro del agua.
2	Contenido del programa de uso eficiente y ahorro del agua.	El programa de uso eficiente y ahorro de agua, será quinquenal y deberá estar basado en el diagnóstico de la oferta hídrica de las fuentes de abastecimiento y la demanda de agua
15	Tecnología de bajo consumo de agua	Los ministerios responsables de los sectores que utilizan el recurso hídrico reglamentarán en un plazo máximo de seis (6) meses la instalación de equipos, sistemas e implementos de bajo consumo de agua para ser utilizados por los usuarios del recurso y para el reemplazo gradual de equipos e implementos de alto consumo.

1.2.7 Desarrollo rural equitativo y sostenible

El gobierno Nacional de Colombia gestiona iniciativas como Desarrollo Rural con Equidad (DRE) en donde se incentiva la capitalización rural por medio de estrategias como adecuación de tierras, manejo del recurso hídrico, desarrollo de biotecnología y su incorporación en procesos productivos buscando aumentar la competitividad y productividad de los productores rurales. (Ministerio de Agricultura, 2011). Formular, Coordinar y Evaluar las políticas que promuevan el desarrollo competitivo, equitativo y sostenible de los procesos agropecuarios forestales, pesqueros y de desarrollo rural, con criterios de descentralización, concertación y participación, que contribuyan a mejorar el nivel y la calidad de vida de la población colombiana. De acuerdo a datos estadísticos solamente el 11% de los vertimientos de agua que genera el país se tratan de manera adecuada (IDEAM).

1.3 ANTECEDENTES

Dorothe et al., 2010, trabajaron con los fotocatalizadores de Fe^{2+} , Fe^{3+} , H_2O_2 y foto-Fenton en la desinfección solar SODIS (desinfección solar del agua). Utilizaron 6 reactores circulares de vidrio con un agitador magnético rectangular en un simulador solar. La temperatura en los reactores nunca fue superior a 38°C y la intensidad de la radiación fue de 550 W/m^2 . Las concentraciones iniciales de bacteria fueron de 106 a 107 UFC/ml de *E. coli*. Las concentraciones iniciales de $\text{Fe}^{2+,3+}$ y de H_2O_2 fue de 0.6 mg/L y 10 mg/L respectivamente. La rata de foto-inactivación de *E. coli* fue aumentando a un 200% en la presencia de Fe^{2+}/hv y 250% con $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{hv}$ comparado con el sistema SODIS básico (hv). Cuando el Fe^{3+} se adiciono la foto-inactivación aumento en un 135% con Fe^{3+}/hv y 145% con $\text{Fe}^{3+}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{hv}$. El orden para las diferente constantes cinéticas (Kobs) fue: $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{hv} > \text{Fe}^{3+}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{hv} > \text{Fe}^{2+}/\text{hv} > \text{H}_2\text{O}_2/\text{hv} > \text{Fe}^{3+}/\text{hv} > \text{hv}$ solo.

Lonnen et al., 2005, evaluaron la capacidad de desinfección solar (SODIS) y la fotocatálisis solar (SPC-DIS), en reactores tipo batch, para la inactivación de protozoarios, hongos y bacterias microbianas transmitidas por el agua. Después de 8 minutos expuestos al simulador solar (870 W/m^2 en el intervalo de 300nm – 10 um, 200 W/m^2 en el intervalo 300 nm – 400 nm de radiación UV), tanto SODIS y SPC-DIS, alcanzaron por lo menos la reducción de 4 log para los protozoarios (la fase de trofozoito *acantamoeba polyphaga*), hongos (*Candida albicans*, *Fusarium solani*) y bacteria (*Pseudomonas aeruginosa*, *E. coli*). Una reducción de solo de 1.7 log fue alcanzado para las esporas *Bacillus subtilis*. Para ambos métodos (SODIS y SPC-DIS) fueron ineficientes para la remoción del quiste de la etapa *A. polyphaga*.

Gelover et al., 2006, estudiaron la eficiencia de la desinfección solar por fotocatálisis heterogénea con TiO_2 inmovilizado por el método sol-gel sobre cilindros de vidrio. El agua contaminada con bacterias coliformes, fue expuesta en la radiación solar en botellas de plástico con y sin TiO_2 sobre un captador solar simple, donde se midió la eficiencia de la desinfección. La desinfección con TiO_2 fue más eficiente que el proceso SODIS, obteniendo una desinfección total de coliformes totales y fecales. Se tomo 15 minutos para desinfectar los coliformes fecales y 30 minutos para los coliformes totales, utilizando TiO_2 . Para el método SODIS la desinfección se logro al doble de tiempo que con TiO_2 . Por otra parte se analizo el crecimiento de microorganismos después de cada metodología y se encontró que para el método SODIS existió recrecimiento, a lo contrario que con el TiO_2 . El proceso de desinfección con TiO_2 mantiene el agua libre de coliformes por lo menos durante siete días después de la irradiación.

Rincón y Pulgarin 2007, evaluaron la desinfección de agua en un foto-reactor de captador parabólico compuesto (CPC) con volumen de 35 a 70L, a una temperatura de 35°C por diferentes procesos fotocatalíticos: radiación solar/ TiO_2 , radiación solar/ $\text{TiO}_2/\text{Fe}^{3+}$, radiación solar/ $\text{Fe}^{3+}/\text{H}_2\text{O}_2$ y comparado con radiación solar sola. Utilizaron agua natural enriquecida con *E. coli* K 12. Bajo estas condiciones, no se alcanzó la desinfección total con la radiación solar sola

después de 5 horas de tratamiento y se encontró recrecimiento después del tratamiento en las próximas 24 horas en la oscuridad. La adición de TiO_2 , $\text{TiO}_2/\text{Fe}^{3+}$, o $\text{Fe}^{3+}/\text{H}_2\text{O}_2$ al agua, acelera la acción bactericida de la radiación solar, alcanzando la desinfección total. No se encontró recrecimiento después de las 24 horas después de la exposición al sol. El tiempo efectivo de desinfección (EDT_{24}), definido como el tiempo para que no exista recrecimiento en las próximas 24 horas en la oscuridad, después del tratamiento, fue alcanzado en el sistema fotocatalítico. EDT_{24} fue 2:30, 2:00 y 1:30 horas para luz solar/ TiO_2 , radiación solar/ $\text{TiO}_2/\text{Fe}^{3+}$, luz solar/ $\text{Fe}^{3+}/\text{H}_2\text{O}_2$, respectivamente.

Duffy et al., 2004, estudiaron la metodología SODIS utilizando recubrimientos fotocatalíticos con TiO_2 en procesos Batch. Utilizaron reactores SODIS de vidrio borosilicato y plásticos PET. Para los reactores SPC-DIS equipados con el TiO_2 impregnado en el acetato flexible, lograron una completa inactivación bacteriana (por debajo del límite de detección = 4UFC/ml) en aproximadamente el 75% requerido en el reactor SODIS. Los reactores de vidrio borosilicato mostraron mayor eficiencia que los reactores de plástico PET, debido a que lograron una inactivación bacteriana completa al 80% del tiempo requerido en los reactores PET. Reactores de vidrio borosilicato SPC-DIS o reactores SODIS lograron la inactivación completa al 80% del tiempo necesario que los reactores de plástico PET.

Malato et al., 2007, en este estudio evaluaron captadores solares parabólicos (PTC), captadores solares sin concentración y captadores parabólicos compuestos (CPC) para la desinfección solar. Encontraron que los CPC combinan características de concentradores parabólicos y sistemas estacionarios planos, y que estos se han elegido como una buena opción para aplicaciones de fotoquímica solar por varios grupos de investigación, debido a las grandes ventajas que tiene, como: condiciones de flujo turbulento, la no vaporización de compuestos volátiles, no hay recalentamiento, pueden hacer uso de la radiación solar directa y difusa, son de bajo costo, resistente a la intemperie y los reactivos no son contaminantes.

Navntoft et al., 2008, reportaron inactivación por suspensión de *E. Coli* usando un captador parabólico compuesto de espejos CPC para mejorar la eficiencia de la desinfección solar SODIS mediante reactores batch, bajo condiciones de radiación solar real (nublado y despejado). En días despejados, el sistema con reflectores CPC alcanzó inactivación completa una hora antes que el sistema sin CPC. En sistemas con CPC alcanzó completa inactivación. También se evaluó la degradación de los espejos bajo las condiciones de campo. La reflectividad del sistema CPC, que estuvo al aire libre, no fue homogénea por el deterioro de los espejos en los 3 años de uso, arrojando valores de reflectividad entre 27% - 72% comparado con los sistemas nuevos con valores uniformes del 87%.

Vera 2008, en este trabajo se presentan los resultados de la fijación de TiO_2 por el método sol-gel sobre placas de vidrio, y se analiza la influencia en la actividad fotocatalítica de la incorporación de partículas de TiO_2 comercial (Degussa P-25)

al sol, mezcla de tetra-isopropóxido de titanio, etanol y agua. Con los materiales obtenidos, se realizaron ensayos de fotocatalisis con 4-clorofenol y con Cr (VI) en presencia de EDTA. Los resultados se explican en función de la cantidad de TiO_2 adherida a las placas y de las propiedades de los materiales analizadas por difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido. La adherencia de los recubrimientos se evaluó mediante ensayos de rayado. La combinación del método sol-gel con el agregado de P-25 produjo recubrimientos de TiO_2 de notable foto-actividad y adherencia.

Meng et al., 2010 revisaron los últimos avances de la ingeniería de fotocatalizadores, los sistemas de foto-reactor, optimización de procesos y modelizaciones de la foto-oxidación de los procesos de tratamiento de agua. Evaluaron los efectos de algunos parámetros de operación del foto-reactor y la calidad del agua sobre el fotoproceso en términos de la mineralización y la desinfección. Se describe como evaluar un enfoque de optimización de múltiples variables para determinar los parámetros de funcionamiento óptimo con el fin de mejorar el rendimiento del proceso y la eficiencia de la foto-oxidación.

Mazille et al., 2010, trabajaron en la preparación de óxido de hierro cubierto en películas poliméricas y su actividad fotocatalítica en la degradación de contaminantes orgánicos e inactivación de bacterias. Películas de fluoruro de polivinilo (PVF), polietileno (PE) y polietileno de tereftalato (PET) fueron utilizados como soportes de catalizadores. Las superficies poliméricas fueron evaluadas por vacío-UV, radiación (V-UV) y plasma de radio frecuencia (RF-P); y también por la oxidación foto-Fenton (P-FO) y la fotocatalisis con TiO_2 (Ti-PC) en solución. Polímeros pre-tratados con RF-P y Ti-PC mostraron una actividad fotocatalítica significativamente mayor y estabilidad a largo plazo durante los procesos que conducen a la reducción de contaminantes, comparados con los no tratados.

Bandala et al., 2007, mostraron resultados de la aplicación de dos diferentes procesos avanzados de oxidación (PAO), fotocatalisis homogénea y heterogénea, promovidos por energía solar en la desactivación de esporas de *bacillus subtilis*. La desactivación de esporas *B. subtilis* fue total y se observó que la temperatura tiene un efecto considerable sobre los mismos, a mayor temperatura, la cinética de desactivación resulta de mayor rapidez. Debido a la alta persistencia de las esporas utilizadas como modelo, consideran que si los procesos estudiados son capaces de llevar a cabo la desinfección de estos tipos de microorganismo, entonces la desactivación de patógenos en agua es factible utilizando estas metodologías.

Mahmoud et al., 2005, estudiaron la cinética de desinfección de *E. coli* en la presencia del fotocatalizador TiO_2 usando un sistema de irradiación ultrasónica. Se encontró que el TiO_2 aumenta significativamente el proceso de desinfección. Un 98% de reducción de células fue observado en presencia del TiO_2 durante un periodo de irradiación de 30 min, mientras que para el sistema de irradiación ultrasónico solo se alcanzo un 13%. La velocidad de muerte celular también fue

más alta para el TiO_2 que en la presencia de Al_2O_3 . La rata de desinfección fue proporcional a la cantidad de TiO_2 adicionado en el rango evaluado. La concentración de células se redujo en orden de 5 a 10 minutos de irradiación con la presencia de 2mg/L de TiO_2 .

Nikos et al., 2010, investigaron la desinfección fotocatalítica de agua de manantial y agua residual municipal tratada, por medio de la irradiación UV-A en suspensiones de TiO_2 . Las muestras de agua de manantial fueron tomadas de un suministro de agua y las aguas residuales a las afueras de una planta de tratamiento en Chania, Grecia. Efectos de varios parámetros de operación fueron evaluados: tipo de fotocatalizador (anatasa, rutilo, mezcla de anatasa y rutilo), tiempo de residencia (hasta 60 min) y Ph (6–8) sobre la desinfección, en términos de la inactivación de microorganismo fecales (coliformes totales y enterococci) fueron examinados. Se encontró que el TiO_2 comercial Degussa P25 fue mucho más activo que la anatasa y rutilo puros, y la desinfección aumentaba con mayores tiempos de residencia y concentración del catalizador, mientras que los cambios en el Ph tenían efectos pocos significativos. Para ambos grupos de bacteria, se encontró una expresión cinética de primer orden, donde se mostró que los *Enterococcus P. 26* gram positivos son más resistentes a la desinfección fotocatalítica.

Dunlop et al., 2011, investigaron la desinfección solar (SODIS) de suspensiones de *E. Coli* en reactores de bolsa de polietileno de baja densidad como un método de desinfección de bajo costo. La eficiencia de una amplia gama de configuraciones de reactores fue examinado (de una sola capa (SS), doble capa, una capa negra, una capa plateada (SBSS) y capa compuesta) con *E. Coli* suspendido en el agua. El efecto de la turbiedad también fue evaluado. La inactivación completa fue alcanzada (6.5-log) con una turbiedad de 50 NTU usando el reactor SBSS en 180 minutos expuesto en el simulador solar. La adición de TiO_2 (0.025 g/L) alcanzo la inactivación de 6-log en 90 minutos en el reactor SS. Los experimentos bajos condiciones solares, alcanzaron total inactivación (6.5-log) en el reactor SS en 240 min. Bajo las mismas condiciones, no se alcanzo inactivar completamente los microorganismos (4-log) en botellas con la metodología SODIS.

De acuerdo a la revisión bibliográfica realizada, encontramos que el proceso fotocatalítico es una alternativa viable para la inactivación de coliformes fecales y totales. En esta investigación, se tuvieron en cuenta los rangos de concentraciones de los fotocatalizadores utilizados en estos trabajos, en los casos donde utilizaron TiO_2 y H_2O_2 , donde nos sirvieron como guía en las dosis evaluadas en el diseño de experimentos. El TiO_2 se utilizó de forma inmovilizada en sustratos como piedra pómez y alginato de calcio, con el fin de ser empleados en reactores que han demostrado tener mayor eficiencia y velocidad de reacción, como los son los reactores de lecho fijo y lecho fluidizado. Una vez desarrollados estos reactores, se evaluaron también en un captador parabólico compuesto (CPCs) para determinar si el proceso fotocatalítico funciona con radiación solar.

1.4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Con este estudio se presenta un proceso de potabilización de agua por medio de fotocátalisis heterogénea, con TiO_2 inmovilizado en algunos sustratos, con el propósito de proponer un sistema económico, de fácil manejo y eficiente, que remplace los sistemas de desinfección por cloración, debido a que este es de difícil manejo, es peligroso y puede reaccionar con compuestos orgánicos formando productos cancerígenos como los trihalometanos, y de esta manera proponer una alternativa viable de desinfección de microorganismo patógenos en zonas rurales donde carecen de agua potable.

Preguntas de investigación

¿El proceso de fotocátalisis heterogénea, utilizando TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio y piedra pómez, será efectivo para el tratamiento de desinfección de agua contaminada con coliformes?

¿Los foto-reactores utilizados en esta investigación, con el TiO_2 inmovilizado en sustratos, si se consideraran equipos eficaces para inactivar totalmente los coliformes encontrados en el agua natural?

¿Cuáles son las condiciones óptimas en la inactivación total de coliformes totales y fecales?

¿Existirán diferencias significativas en el proceso de desinfección, al utilizar radiación artificial y solar?

¿Cuáles son los costos requeridos para la instalación y puesta en marcha para la planta de tratamiento de agua con fotocátalisis heterogénea?

1.5 HIPÓTESIS

Desde el punto de vista técnico y económico, es posible usar reactores de lecho fluidizado y fijo, utilizando TiO_2 inmovilizado en los soportes de piedra pómez y alginato de calcio, H_2O_2 y radiación solar, para la inactivación de agentes patógenos en el agua, como coliformes totales y fecales, comparado con las técnicas convencionales de tratamiento de agua potable.

1.6 OBJETIVOS

1.6.1 General.

Evaluar un sistema de potabilización de agua, mediante el proceso de fotocátalisis heterogénea, con TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio y piedra pómez, como alternativa para ser implementado en zonas rurales de Colombia donde carecen de agua potable.

1.6.2 Específicos.

- Construir tres reactores a escala de laboratorio, tomando como referencia las condiciones de diseños obtenidas en ensayos preliminares y de trabajos reportados en la literatura, para la potabilización de agua natural.
- Evaluar el proceso de desinfección de coliformes, mediante un diseño de experimentos preliminar, con la finalidad de encontrar las variables con mayor incidencia en el proceso de desinfección.
- Optimizar las condiciones de operación del proceso de inactivación de coliformes, mediante un diseño estadístico de experimentos, tipo Box-Behnken, con la finalidad de encontrar un sistema de desinfección eficiente.
- Evaluar la cinética de inactivación de coliformes con radiación artificial y con radiación solar, en un captador parabólico compuesto (CPCs), con el objetivo de disminuir costos de tratamiento, con respecto a la radiación artificial.
- Diseñar conceptualmente una planta de tratamiento de agua, mediante las etapas de tratamientos primario y el proceso fotocatalítico, con la finalidad de obtener los costos totales requeridos para su instalación y puesta en marcha.

1.7 ALCANCE

Al finalizar el proyecto, se presentará un diseño conceptual que incluye un tratamiento primario (coagulación, sedimentación, filtración), seguido de un proceso fotocatalítico. Este último, utilizando las condiciones óptimas del TiO_2 inmovilizado, H_2O_2 y radiación UV, como alternativa para la potabilización de agua de una zona rural Colombiana. Se realizará una propuesta de implementación, definiendo los costos, la sostenibilidad y las condiciones de operación de la planta, para que sirva como modelo para diferentes zonas rurales donde carezcan de agua potable.

1.8 CONCLUSIONES

Las tecnologías para el tratamiento de aguas con microorganismos patógenos suelen ser muy costosas para ser aplicada en muchas zonas rurales de Colombia, incluso en zonas urbanas. Por esto, se propone como una alternativa los Procesos Avanzados de Oxidación, donde podemos utilizar la radiación solar como fuente de energía para el proceso fotocatalítico, haciéndolo atractivo para ser aplicados en estas zonas donde no tienen abastecimiento de agua potable. Se concluye a partir del estudio y revisión bibliográfica realizada, que existen reactores que tiene ventajas competitivas para ser utilizados en la potabilización de agua, como los son los reactores de lecho fijo y de lecho fluidizado, que junto a los captadores

parabólicos compuestos (CPCs), podemos obtener un sistema de tratamiento de agua efectivo y económico para ser aplicados en diferentes zonas del país, donde los sistemas tradicionales de agua natural con microorganismos son muy costosos para ser aplicados.

1.9 BIBLIOGRAFÍA

Bandala E.R., Pelaez M.A., Dionysiou D.D., Gelover S., Garcia J., Macias D. «Degradation of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) using cobalt-peroxymonosulfate in Fenton-like processes.» *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 186 (2007): 357-363.

Dong Shuangshi, Dandan Zhou, Xiaotao Bi. «Liquid phase heterogeneous photocatalytic ozonation of phenol in liquid-solid fluidized bed: Simplified kinetic modeling.» *Particuology* 8 (2010): 60 - 66.

Dorothee Spuhler, Julian Andres Rengifo-Herrera, Cesar Pulgarin. «The effect of Fe^{2+} , Fe^{3+} , H_2O_2 and the photo-Fenton reagent at near neutral pH on the solar disinfection (SODIS) at low temperatures of water containing *Escherichia coli* K12.» *Applied Catalysis B: Environmental* 96 (2010): 126–141.

Duffy E.F., Al Touati F., Kehoe S.C., McLoughlin O.A., Gill L.W., Gernjak W., Oller I., Maldonado M.I., Malato S., Cassidy J., Reed R.H., McGuigan K.G. "A novel TiO_2 -assisted solar photocatalytic batch-process disinfection reactor for the treatment of biological and chemical contaminants in domestic drinking water in developing countries." *Solar Energy* 77 (2004): 649–655.

Dunlop P.S.M., Ciavola M., Rizzo L., Byrne J.A. «Inactivation and injury assessment of *Escherichia coli* during solar and photocatalytic disinfection in LDPE bags.» *Chemosphere* 85 (2011): 1160–1166.

Fernandez P., Blanco J., Sichel C., Malato S. «Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors.» *Catalysis Today* 101 (2005): 345–352.

Fukushima, M., Tatsumi, K. «Degradation characteristics of humic acid during photo-Fenton processes.» *Environ. Sci. Technol* 35 (2001): 3683 - 3690.

Gelover Silvia, Gomez Luis A., Reyes Karina, Leal Ma. Teresa. «A practical demonstration of water disinfection using TiO_2 films and sunlight.» *Water research* 40 (2006): 3274 – 3280.

Gomes Ana I., Vitor J.P. Vilar, Rui A.R. Boaventura. «Synthetic and natural waters disinfection using natural solar radiation in a pilot plant with CPCs.» *Catalysis Today* 144 (2009): 55–61.

Goslan, E.H., Gurses, F., Banks, J., Parsons, S.A. « An investigation into reservoir MON reduction by UV photolysis and advanced oxidation processes. .» *Chemosphere* 65 (2006): 1113 - 1119.

Mahmoud Farshbaf Dadjour, Chiaki Ogino, Susumu Matsumura, Nobuaki Shimizu. «Kinetics of disinfection of Escherichia coli by catalytic ultrasonic irradiation with TiO₂.» *Biochemical Engineering Journal* 25 (2005): 243–248.

Meng Nan Chong, Bo Jin, Christopher W.K. Chow, Chris Saint. «Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review.» *Water research* 44 (2010): 2997-3027.

Moncayo-Lasso, A., Sanabria, J., Pulgarin, C., Benitez, N. «Simultaneous E. coli inactivation and MON Oxidation in river water via Photo-Fenton process at natural pH in solar CPC reactor. A new way for enhancing solar disinfection of natural water.» *Chemosphere* 77 (2009): 296 - 300.

Montgomery, D. *Design and analysis of experiments*. Fifth. Wiley and Sons, 2005.

Murray, C.A., Parsons, S.A. «Removal of NOM from drinking water: Fenton's and photo-Fenton's processes.» *Chemosphere* 54 (2004): 1017 - 1023.

Nikos Lydakis-Simantiris, Despina Riga, Eleftheria Katsivela, Dionissios Mantzavinos, Nikolaos P. Xekoukoulotakis. «Disinfection of spring water and secondary treated municipal wastewater by TiO₂ photocatalysis.» *Desalination* 250 (2010): 351–355.

Pignatello, J.J., Oliveros, E., Mackay, A. «Advanced oxidation processes for organic contaminant destruction based on the fenton reaction and related chemistry.» *Crit. Rev. Environ. Sci. Technol* 31 (2006): 1 - 84.

Rincón Angela-Guiovana, Pulgarin Cesar. «Effect of pH, inorganic ions, organic matter and H₂O₂ on E. coli K12 photocatalytic inactivation by TiO₂ Implications in solar water disinfection.» *Applied Catalysis B: Environmental* 51 (2004): 283–302.

Sciacca Frederic, Juliana A. Rengifo-Herrera, Joseph Wethe, Cesar Pulgarin. «Dramatic enhancement of solar disinfection (SODIS) of wild Salmonella sp. In PET bottles by H₂O₂ addition on natural water of Burkina Faso containing dissolved iron.» *Chemospher* 78 (2010): 1186–1191.

STATGRAPHICS PLUS FOR WINDOWS 5.1. United States: Statistical Graphics Corp, 1999 - 2007.

Wist J., J. Sanabria, C. Dierolf, W. Torres, C. Pulgarin. «Evaluation of photocatalytic disinfection of crude water for drinking-water production.» *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 147 (2002): 241–246.

RESUMEN.

En este capítulo, se presentan los materiales y métodos utilizados para la elaboración del proyecto, tanto para radiación artificial, como para radiación solar. Se describen las características del agua y los equipos experimentales para el desarrollo de la investigación. También, se hace énfasis en los métodos analíticos utilizados para la medición de parámetros establecidos.

Se presentan los procedimientos realizados para los diferentes experimentos ejecutados, los diseños de experimentos aplicados y los criterios para la construcción de los equipos utilizados en este proyecto.

2.1 MATERIALES Y EQUIPOS

A continuación se listan los materiales y equipos que fueron utilizados para el desarrollo del proyecto.

2.1.1 Reactivos

- Agua desionizada.
- Alginato de sodio Sigma al 2% (P/V).
- Cloruro de calcio anhidro granular al 20% (P/V) CARLOS ERBA.
- Sulfato de hierro ACS – para análisis (CARLOS ERBA).
- Sulfato de aluminio grado comercial (BELL CHEM)
- Solución de peróxido de hidrogeno 30% m/m in agua, grado reactivo (CARLOS ERBA)
- Dióxido de titanio (Degussa-P25).
- Peptona Universal M66 para microbiología (Merck).
- Petrifilm (3M).
- Piedra pómez, perlita pómez de 0.5 a 1 cm (Geopomez)

2.1.2 Equipos

- Material volumétrico: beakers, erlemeyers, balones volumétricos, probetas, cajas petri Micropipeta 1 ml, 5ml, 10ml, 100ml.
- Balones volumétricos de 25, 50, 100 y 1000ml.
- Balanza Adventurer TM OHAUS con precisión de 0.01 g.
- Agitador magnético Corning.
- Autoclave horizontal EASTERN modelo EA -620 T
- Termoreactor Spectroquant TR420 de Merck
- Tubos eppendorff, tubos falcón 2 ml, 15 ml y 45ml.
- Vidrio de reloj.

- Espátula.
- Cronómetros.
- Soporte universal.
- Pinzas.
- Mangueras.
- pH-metro METROHM.
- Incubadora marca WTBinder.
- Beakers.
- Bomba de pecera
- Lámparas UV de 254, 310 y 365 nm (Sylvania)
- Espectrofotómetro Thermo Electron Corporation.
- Bomba de aire Power P-500.
- Foto-reactores (auto-construcción)
- Fotómetro 500D Macherey-Naguel.

2.1.3 Métodos analíticos

2.1.3.1 Medición de la Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La DQO es una medida de la cantidad de oxígeno utilizado en la oxidación química de la materia orgánica e inorgánica presente en el agua residual (Moreno *et al.*, 2007) y es un parámetro secundario utilizado para evaluar la efectividad de la biorremediación como tratamiento de aguas residuales, fue utilizado en la caracterización de la muestra, en el diseño preliminar y en las cinéticas. El procedimiento empleado para medir el DQO fue el método estándar de reflujo cerrado, con medición colorimétrica 5220D (Stándar Methods, 2005). En las Figura 2. 1 (a, b) se muestran los equipos utilizados.

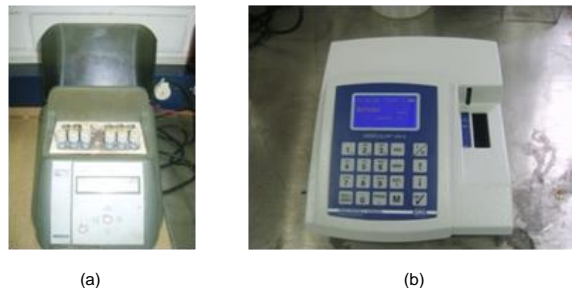


Figura 2. 1 Termo-reactor y Fotómetro.

2.1.3.2 Petrifilm

Las Placas Petrifilm, Figura 2. 2, para el recuento de *E.coli*/Coliformes (Placa Petrifilm EC) contienen nutrientes de Bilis Rojo Violeta (VRB), un agente gelificante soluble en agua fría, un indicador de actividad de la glucuronidasa y un indicador que facilita la enumeración de las colonias. La mayoría de las *E. coli* (cerca del 97%) produce beta-glucuronidasa, que a su vez produce una

precipitación azul asociada con la colonia. La película superior atrapa el gas producido por *E. coli* y coliformes fermentadores de lactosa. Cerca del 95% de las *E. coli* producen gas, representado por colonias entre azules y rojo-azules asociadas con el gas atrapado en la Placa Petrifilm EC (dentro del diámetro aproximado de una colonia) (3M; Guía de interpretación).

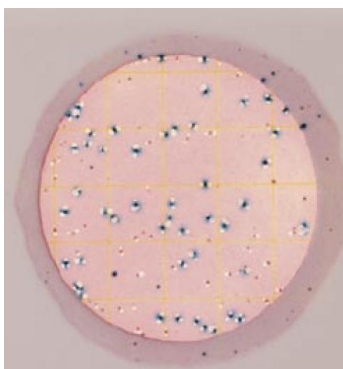


Figura 2. 2 Petrifilm (3M)

Las colonias coliformes que crecen en la Placa Petrifilm EC, producen un ácido que causa el oscurecimiento del gel por el indicador de pH. El gas atrapado alrededor de las colonias rojas de coliformes confirma su presencia (3M; Guía de interpretación). Para la inoculación, se coloca la placa petrifilm en una superficie plana y nivelada en la cámara de flujo laminar, se levanta la película superior y con la micropipeta se adiciona 1ml de la muestra en el centro de la película inferior, luego se baja con cuidado la película superior para evitar que se formen burbujas. Se incuban las placas por un tiempo de 24 h \pm 2h a 35°C \pm 1°C y posterior a esto, se cuentan las colonias rojas y azules producidas que corresponden a los coliformes totales y fecales, respectivamente (3M; Guía de interpretación).

2.2 AGUA TRATADA EN EL PROYECTO

La muestra que se evaluó en este proyecto, fue tomada de una quebrada que pasa por la universidad Eafit llamada la Volcana (Medellín, Colombia), sometida inicialmente a un tratamiento primario para la remoción de partículas sólidas, seguido por el proceso fotocatalítico. La caracterización de las muestras se hizo inicialmente para cada ensayo, debido a que las características del agua cambian en el tiempo. Para tener una aproximación de las características del agua, en la Tabla 2. 1 se muestran algunos parámetros promedios.

Tabla 2. 1 Características del agua tratada

	Promedio	Máximo	Mínimo
pH	7.675.	7.948	7.357
Conductividad (uS/cm)	264.883	307	236.4
DQO (mg/L)	65.917	113	34.5

TOC (mg/L)	13.	16	11
Turbidez (NTU)	15.723	41.8	3.19
Coliformes fecales (UFC/ml)	5910.714	14000	350
Coliformes totales (UFC/ml)	16564.286	39500	3750

2.3 INMOVILIZACIÓN

La inmovilización del fotocatalizador TiO_2 fue realizada en dos soportes; alginato de calcio y piedra pómez, como se muestra en la Figura 2. 3 (a, b), respectivamente. La metodología de inmovilización para el alginato de calcio y piedra pómez se muestran en los puntos 2.3.1 y 2.3.2.

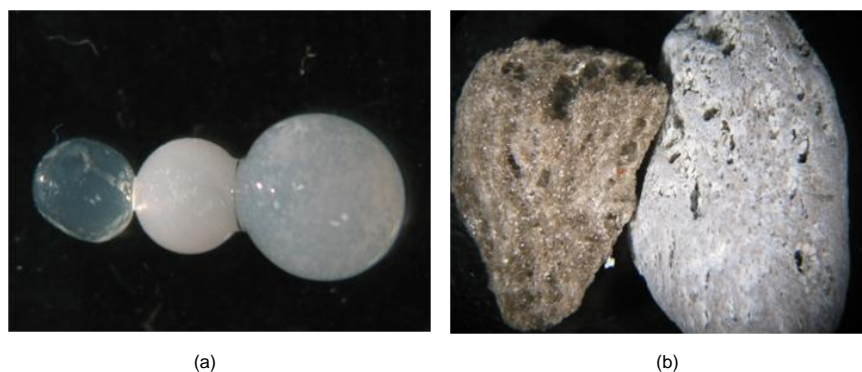


Figura 2. 3 Material de soporte antes y después de la inmovilización

2.3.1 Inmovilización de TiO_2 en alginato de calcio

Se preparó una solución de alginato de sodio a una concentración de 1.13% P/V y una solución de TiO_2 a una concentración de 0.4% P/V. Estas dos soluciones se mezclaron y fueron bombeadas hasta un beaker que contenía una solución de cloruro de calcio a una concentración de 1.1% P/V. La solución de alginato de sodio y TiO_2 , cae gota a gota en la solución de cloruro de calcio, produciéndose la reacción de sustitución para formar el alginato de calcio insoluble. Las esferas formadas de alginato de calcio, que contienen las partículas atrapadas, son enfriadas a 4°C por 2 horas, para garantizar la formación de esferas completamente insolubles en agua (Akzu *et al.*, 1999). Para conocer la cantidad de TiO_2 por gramo de perla, se hizo una relación entre la cantidad de TiO_2 utilizada en el proceso de inmovilización sobre la cantidad de perlas total realizadas. En la Figura 2. 4, se muestra el montaje del ensayo.



Figura 2. 4 Montaje de producción del TiO_2 inmovilizado en alginato

2.3.2 Inmovilización de TiO_2 en piedra pómez

Se lavó la piedra pómez con abundante agua para retirar sólidos en la superficie de la piedra. Luego fue llevada al horno, a una temperatura de 100°C , durante un tiempo de 24 horas, con el objetivo de eliminar la humedad. Posteriormente, se impregno con una solución de TiO_2 a una concentración de 150 g/L y se dejó en contacto por un tiempo de 1 hora y fue llevada al horno, a una temperatura de 125°C . Finalmente, se lavaron las piedras inmovilizadas con TiO_2 para retirar las partículas que no se fijaron bien sobre el soporte para luego ser utilizada en los experimentos. Para conocer la cantidad de TiO_2 impregnado en la piedra, se peso antes y después del tratamiento de impregnación. La concentración de TiO_2 en la piedra fue igual a 70.6 mg de TiO_2/g de piedra.

2.3.3 Análisis de los sustratos con el TiO_2 inmovilizado

Las muestras fueron analizadas en un equipo de microscopia electrónica de barrido (SEM) y en un espectrómetro de fluorescencia de rayos x, antes y después de soportar el TiO_2 , con la finalidad de verificar que el TiO_2 si quedo inmovilizado en los soportes.

2.3.3.1 Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Para este análisis se utilizó un equipo SEM phenom G2. Las perlas de alginato de calcio con TiO_2 inmovilizado fueron secadas en un horno a una temperatura de 60°C , debido a que si no son secadas afectan la pérdida de calidad de vacío en el equipo, provocando un mal análisis de la muestra.

2.3.3.2 Espectrometría de fluorescencia de rayos X (XRF)

Este análisis se realizó en un espectrómetro Axios – PANalytical. Para este caso, no se pudo realizar el análisis para el alginato de calcio debido a que la muestra era sometida a calcinación y este en su gran mayoría es agua, lo que produce su evaporación a altas temperaturas. Se utilizó 10 g de piedra inmovilizada con TiO_2 , tamizada a $75\mu\text{m}$ (malla 200) y calcinada a una temperatura de 950°C por una hora. Para el análisis, se tomo 0.85 g de la piedra calcinada y 9.18 g del fundente,

el cual está compuesto de 66% de tetraborato de litio y 34% de metaborato de litio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7/\text{LiBO}_2$). Se trabajó con una perladora Fluxy M4 para la producción del disco y la aplicación WROXI para la lectura de los datos.

2.4 DISEÑO DEL TRATAMIENTO PRIMARIO

Se realizó un tratamiento primario para remover los sólidos suspendidos que se encontraban en la muestra utilizada para este proyecto (quebrada la Volcana, Medellín, Colombia), el cual está compuesto por las etapas de coagulación, sedimentación y filtración.

2.4.1 Etapa de coagulación-floculación y sedimentación

Para la etapa de coagulación-floculación y sedimentación, se realizó un ensayo de jarras para evaluar el efecto de coagulación y sedimentación utilizando el coagulante sulfato de aluminio para la operación. Se utilizaron tres concentraciones establecidas teóricamente (Romero, 2000). Las concentraciones fueron de 15, 30 y 45 mg/L. La agitación se realizó a 100 rpm, para cada muestra. Adicionalmente, se trabajó con una muestra sin adición del coagulante para comparar el efecto de este con el ensayo de jarras. Se encontró que la concentración de 45 mg/L es la más adecuada. En la Figura 2. 5, se muestra el montaje del ensayo.



Figura 2. 5 Ensayo de jarras

2.4.2 Etapa de filtración

Para el diseño del filtro, se utilizó una columna de acrílico de tres capas, compuestas por grava, arena y antracita. Las dimensiones y el diseño del equipo, se realizaron basados en la “teoría y práctica de la purificación del agua”. (Arboleda, 2000). En este diseño se plantea un tamaño efectivo de partícula para los materiales antracita y arena, de 1.5 y 0.55 cm, respectivamente. Para la grava se definen dos tamaños de partículas. En la Tabla 2. 2, se muestran los números de mallas de los tamices utilizados para el diámetro de partícula requerido para el diseño.

Tabla 2. 2 Diámetros utilizados para cada material (Arboleda 2000)

Material	Diámetro mayor (mm)	Diámetro intermedio (mm)	Diámetro menor (mm)	Tamaño efectivo (mm)
Antracita	2	1.7	1.18	1.55
	Malla 10	Malla 12	Malla 16	
Arena	1	0.6	0.5	0.55
	malla 18	Malla 30	Malla 35	
Grava pequeña	4.75		2.36	
Grava grande	13.2		6.7	

El tamaño efectivo es definido como el diámetro del tamiz por el que pasa el 10% en peso de un determinado volumen del material. Para la arena y antracita, necesaria en el filtro, se tamizó y se calculó el volumen en peso que se necesitaba para llenar el espacio de la columna. Para la antracita se adicione el 90% en peso de lo que quedo en la malla 12 y el 10% de la malla 16. Este mismo procedimiento se hizo para la arena (Arboleda 2000). En la Figura 2. 6, se muestra el diseño del equipo con las diferentes capas de cada material.

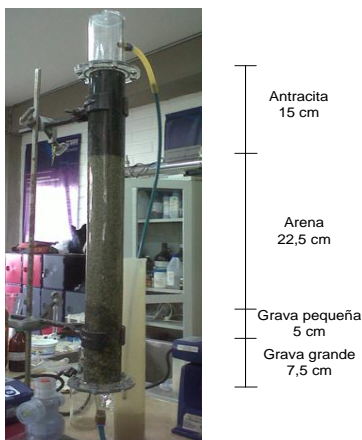


Figura 2. 6 Filtro de lecho múltiple

2.5 CONSTRUCCIÓN Y EVALUACIÓN DE LOS FOTO-REACTORES

Para esta investigación, se utilizaron tres tipos de reactores para los ensayos experimentales. Para los ensayos con radiación artificial, se construyeron dos reactores, uno de lecho fluidizado irradiado por el anulo y otro de lecho fijo irradiado por los extremos. Para el reactor de lecho fluidizado se utilizó el TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio y para el del lecho fijo el TiO_2 soportado en la piedra pómez. Se trabajó con un tercer reactor para los ensayos con radiación solar a las condiciones óptimas encontradas en los ensayos con radiación artificial,

foto-reactor, Captador Parabólico Compuesto (CPC). En los numerales siguientes se muestran con más detalle los foto-reactores.

2.5.1. Foto-reactor de lecho fluidizado con TiO_2 soportado en alginato-Ca

La construcción y montaje del equipo, se realizaron basados en parámetros y dimensiones establecidos en diferentes investigaciones (Dorothee *et al.*, 2010, Lonnen *et al.*, 2005, Gelover *et al.*, 2006, Rincón y Pulgarin 2007, Duffy *et al.*, 2004, Malato *et al.*, 2007, Navntoft *et al.*, 2008), donde utilizaron foto-reactores de lecho fluidizado, lechos fijos, inmovilización de TiO_2 en diferentes soportes, foto-Fenton, radiación UV, reactores solares etc. En la Figura 2. 7, se muestra el foto-reactor construido que se utilizó para los ensayos con TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio.



Figura 2. 7 Foto-reactor de lecho fluidizado con TiO_2 inmovilizado en alginato

El reactor consta de una entrada inferior de alimentación y una salida en la parte superior, cada una con acoples rápidos, dos mallas de acero inoxidable para evitar que el catalizador se escape, un anulo móvil que permite la alimentación del catalizador inmovilizado, donde va situada la lámpara, una entrada de aire en la parte inferior y una salida de aire en la parte superior para evitar la presurización en el foto-reactor.

2.5.2 Foto-reactor de lecho fijo con TiO_2 soportado en piedra pómez

El foto-reactor fue construido para operar en lecho fijo, debido a que por sus características físico-químicas, flota en el agua, la piedra pómez no se puede operar en lecho fluidizado. Este reactor está compuesto por una columna de vidrio con una entrada para la muestra en la parte superior y una salida en la parte inferior. Tiene una malla de acero inoxidable en la parte inferior para evitar el escape del sustrato inmovilizado. Es irradiado por los extremos con lámparas instaladas en un cilindro concéntrico al reactor. En la Figura 2. 8, se muestra el equipo.



Figura 2. 8 Foto-reactor para el TiO_2 inmovilizado en piedra pómez.

2.5.3 Reactor para el ensayo solar

Para el experimento utilizando la radiación solar como fuente de radiación UV, se construyó un reactor tipo captador parabólico compuesto (CPCs), que consta de un tubo de vidrio de borosilicato, con acoples en los extremos para las mangueras y una válvula reguladora de flujo para controlar el caudal en el reactor, con longitud de 50cm y radio externo de 2.3cm (Figura 2. 9).



Figura 2. 9 Foto-reactor solar.

2.5.3.1 Captador parabólico compuesto (CPC)

El CPC fue diseñado a partir de la Figura 2. 10, donde un punto reflector genérico S puede describirse en términos de dos parámetros: el ángulo θ sostenido por líneas originadas en O (centro del tubo reactor) y los puntos A y R, y la distancia ρ , dado por segmento RS, que es tangente al tubo reactor en el punto R (Malato *et al.*, 2009):

$$\begin{aligned} \theta &= \overline{OA} \sphericalangle \overline{OR} \\ \rho &= \overline{RS} \end{aligned} \tag{2.1}$$

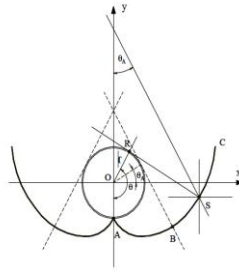


Figura 2. 10 Diseño del captador parabólico compuesto (Malato *et al.*, 2009)

Un parámetro importante para la definición de CPC es el ángulo de aceptación $2\theta_a$, que es el rango angular dentro del cual todos los rayos incidentes en el plano de apertura del captador van a incidir directamente sobre el reactor, o bien a ser reflejados sobre este, sin necesidad de mover el conjunto. La solución a la curva del CPC viene dada por dos porciones separadas, una involuta ordinaria para la curva AB y una porción exterior para la curva que va desde B a C (Malato *et al.*, 2009):

$$\rho = r \theta \quad \text{para} \quad |\theta| \leq \theta_a + \pi/2 \quad \text{parte AB de la curva}$$

$$\rho = r \left[\frac{\theta + \theta_a + \pi - \cos(\theta - \theta_a)}{1 + \text{sen}(\theta - \theta_a)} \right] \quad \text{para} \quad \theta_a + \frac{\pi}{2} \leq |\theta| \leq \frac{3\pi}{2} - \theta_a \quad \text{parte BC} \quad (2.2)$$

El valor de la Razón de Concentración (RC) del CPC está dado por:

$$RC = \frac{1}{\text{sen} \theta_a} \quad (2.3)$$

En la Figura 2. 11, se muestra el CPC construido. Este se construyó con acero brillante, ya que es resistente a la corrosión y refleja muy bien la luz solar.

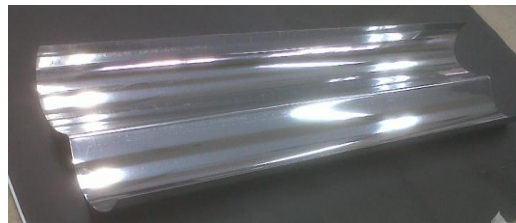


Figura 2. 11 Captador parabólico compuesto

2.6 DISEÑO DE EXPERIMENTOS PRELIMINAR

Se realizó un diseño de experimentos pre-screening para analizar las variables que tienen más incidencia en la inactivación de coliformes totales y fecales. Para este experimento, se utilizó el reactor anular irradiado por el centro, con perlas de alginato de calcio inmovilizadas con TiO_2 (Figura 2. 12).



Figura 2. 12 Foto-reactor de lecho fluidizado, diseño preliminar.

Las variables que se trabajaron fueron; radiación UV de 310 nm, aire, TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio, Fe^{2+} (0.3 ppm) y H_2O_2 (10 ppm). La muestra que se utilizó fue agua de la quebrada sin tratamiento primario. En la Figura 2. 13, se muestra el montaje.



Figura 2. 13 Montaje diseño preliminar.

Este montaje consta de un recipiente que contiene la muestra a tratar, una bomba que impulsa el fluido hasta el foto-reactor y que es responsable de que el catalizador se comporte como un lecho fluidizado, produciendo la reacción fotocatalítica, y por último esta agua es recirculada al tanque de alimentación. Los parámetros utilizados para estos experimentos se muestran en la Tabla 2. 3.

Tabla 2. 3 Parámetros diseño preliminar.

Tiempo (h)	3
V muestra (ml)	350
Fe^{2+} (mg/L)	0.3
H_2O_2 (mg/L)	10

Luego de realizar el pre-screening, se realizaron las cinéticas de las variables más significativas en el proceso de desinfección para evaluar su comportamiento.

2.7 DISEÑO DE EXPERIMENTOS

Se empleó el diseño estadístico de experimentos tipo Box-Behnken para los dos procesos evaluados a escala de laboratorio (Inmovilización con piedra pómez y alginato de calcio).

2.7.1 Diseño estadístico de experimentos, tipo Box-Behnken

Este diseño se aplica cuando se tienen tres o más factores y suelen ser eficientes en cuanto al número de corridas. Es un diseño rotatable o casi rotatable que se distingue por que no incluye como tratamientos a los vértices de la región experimental (Gutiérrez y La Vara, 2008). El diseño de experimentos Box-Behnken utiliza la metodología de superficie de respuesta (MSR), que es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas que son muy útiles para la modelación y el análisis de problemas, en los cuales la respuesta de interés es influenciada por muchas variables y el objetivo es optimizar esta respuesta (Montgomery, 2001). Generalmente la superficie se aproxima por medio de una ecuación cuadrática para determinar la curvatura de la superficie (GilPavas *et al.*, 2009), su forma general se muestra a continuación:

$$Y_i = \beta_0 + \sum_1^3 \beta_i X_i + \sum_1^3 \beta_{ii} X_{ii}^2 + \sum_1^3 \sum_1^3 \beta_{ij} X_i X_j \quad (2.4)$$

Donde, β_0 , β_i , β_{ii} , β_{ij} : coeficientes de regresión para los términos intercepto, lineal, cuadrático e interacciones, respectivamente y X_i y X_j son las variables independientes. Este método se utilizó para optimizar la variable de respuesta (inactivación de coliformes totales y fecales), utilizando los factores: Radiación UV, concentración de H_2O_2 y concentración de TiO_2 .

2.7.2 Diseño estadístico de experimentos TiO_2 inmovilizado en alginato-Ca

Se realizó un diseño estadístico de experimentos Box-Behnken, de tres factores con tres niveles cada uno (Mason y Hess, 2003). En la Tabla 2. 4 se muestran los factores y niveles del diseño experimental.

Tabla 2. 4 Diseño de experimentos TiO_2 inmovilizado en alginato.

Factores	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3
TiO_2 (g/L)	0.2	0.4	0.6
Radiación (nm)	365	310	254
H_2O_2 (mg/L)	0	15	30

Los ensayos experimentales fueron realizados con agua de la quebrada la Volcana. La muestra inicialmente fue sometida a un tratamiento primario para remover sólidos disueltos en el agua. Luego se le hizo el tratamiento fotocatalítico

en el reactor irradiado con la radiación en el anulo. Los ensayos se realizaron el mismo día, con la finalidad de prevenir cambio en la concentración inicial de microorganismos en el agua. En la Figura 2. 14, se muestra el diagrama de flujo del proceso. Este diseño se trabajó durante un tiempo de 30 minutos y un volumen de muestra de 350 ml.

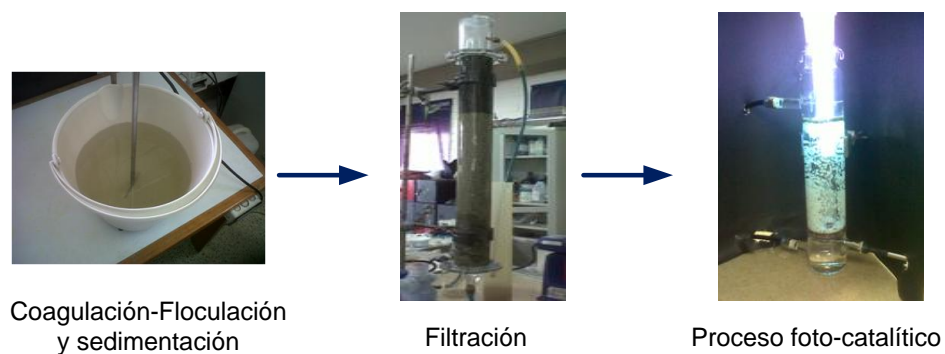


Figura 2. 14 Diagrama de flujo del proceso

2.7.3 Diseño de estadístico de experimentos, TiO_2 inmovilizado en piedra pómez

Para el diseño de experimentos con TiO_2 inmovilizado en piedra pómez se evaluaron los siguientes factores y niveles (Tabla 2. 5).

Tabla 2. 5 Diseño de experimentos con TiO_2 inmovilizado en piedra pómez

Factores	Nivel 1	Nivel 2	Nivel 3
TiO_2 (g/L)	0.5	1.25	2
Radiación (nm)	0	365	310
H_2O_2 (mg/L)	0	15	30

Para esta etapa de la investigación, se pretendió trabajar a las mismas concentraciones de TiO_2 que en los ensayos con alginato de calcio, pero se encontró que la piedra pómez por ser un material poroso, absorbía gran cantidad del fotocatalizador. Debido a esto, se decidió trabajar con concentraciones mayores, con el propósito que el lecho fijo representara un volumen considerable con relación al volumen total del reactor. Estos experimentos se realizaron durante un tiempo de una hora y un volumen de muestra de 350 ml. Con las condiciones óptimas obtenidas mediante el análisis estadístico con TiO_2 inmovilizado en alginato y en piedra pómez, se realizaron cinéticas para evaluar el comportamiento de inactivación de coliformes totales y fecales en el tiempo.

2.8 ENSAYO SOLAR

Se realizaron ensayos con radiación solar con captadores parabólicos compuestos (CPCs) para compararlos con los ensayos con radiación artificial. Para estos ensayos, se utilizaron las condiciones óptimas reportadas por el diseño de experimento. El proceso se trabajó para un tiempo de dos horas, en recirculación y 500ml de muestra. Las perlas de alginato de calcio y piedra pómez inmovilizadas con TiO_2 , fueron puestas en el tubo de tal manera que se lograra al máximo la distribución a lo largo del reactor. El montaje del proceso consta de 3 CPC's ubicados sobre una plataforma fija inclinada 6° (latitud del local, Medellín Colombia), 3 recipientes con sus respectivas bombas sumergibles para la recirculación del agua, como se muestra en la Figura 2. 15.



Figura 2. 15 Foto-reactores solares (CPC)

Los datos de la radiación fueron medidos por un Foto-radiómetro (Delta OHM HD2102.1). La ecuación 2.5, muestra como se calculó la energía UV acumulada ($Q_{UV,n}$ KJ/L) recibida en cualquier superficie en la misma posición con respecto al sol, por unidad de volumen de agua dentro del reactor, en el intervalo de tiempo Δt (Rocha *et al.*, 2011).

$$Q_{uv,n} = Q_{uv,n-1} + \Delta t \cdot UV_{promG,n} \frac{A_r}{V_t}; \quad \Delta t = t_n - t_{n-1} \quad (2.5)$$

2.9 CONCLUSIONES

El tratamiento primario, el cual consta de las etapas: coagulación - sedimentación, sedimentación y filtración, puede ser una alternativa para mejorar el proceso fotocatalítico, debido a que este permite la remoción de sólidos disueltos en el agua, lo cual provoca que la radiación incida mejor en el foto-reactor y la reacción fotocatalítica se realice eficientemente. Analizando el gran numero de variables que pueden ser representativas para el proceso, es necesario la utilización de un diseño de experimento preliminar (prescreening) para la identificación de los factores significativos. Una vez identificados los factores significativos, se realizará un diseño estadístico de experimentos Box-Behnken con el propósito de optimizar el proceso en la inactivación de coliformes fecales y totales. El diseño de

experimentos Box-Behnken es una herramienta muy eficiente, debido a que con menos ensayos que los diseños convencionales, nos permiten optimizar los factores que se evalúan en la investigación. Se identificó que la radiación UV que se necesita para la reacción fotocatalítica, puede ser utilizada por la radiación solar, aumentando la irradiación del reactor tubular, utilizado en los experimentos, con la ayuda de un captador parabólico compuesto (CPC).

2.10 BIBLIOGRAFÍA

Akzu, Z, G Egretli, T Kutsal. «A comparative study for the biosorption characteristics of chromium (VI) on Ca-alginate, agarose and immobilized *C.vulgaris* in a continuous packed bed column.» *J. Environ. Sci Health*, 1999: 295-316.

Angela-Guiovana Rinco, Cesar Pulgarin. «Fe³⁺ and TiO₂ solar-light-assisted inactivation of *E. coli* at field scale Implications in solar disinfection at low temperature of large quantities of water.» *Catalysis Today* 122 (2007): 128–136.

Arboleda, Valencia Jorge. *Teoría y práctica de la purificación del agua*. Tercera Edición. Vol. 1. Bogota: Mc Graw Hill, 2000.

Dorothee Spuhler, Julian Andres Rengifo-Herrera, Cesar Pulgarin. «The effect of Fe²⁺, Fe³⁺, H₂O₂ and the photo-Fenton reagent at near neutral pH on the solar disinfection (SODIS) at low temperatures of water containing *Escherichia coli* K12.» *Applied Catalysis B: Environmental* 96 (2010): 126–141.

Duffy E.F., Al Touati F., Kehoe S.C., McLoughlin O.A., Gill L.W., Gernjak W., Oller I., Maldonado M.I., Malato S., Cassidy J., Reed R.H., McGuigan K.G. "A novel TiO₂-assisted solar photocatalytic batch-process disinfection reactor for the treatment of biological and chemical contaminants in domestic drinking water in developing countries." *Solar Energy* 77 (2004): 649–655.

Gelover Silvia, Gomez Luis A., Reyes Karina, Leal Ma. Teresa. «A practical demonstration of water disinfection using TiO₂ films and sunlight.» *Water research* 40 (2006): 3274 – 3280.

GilPavas, Edison, Alejandra Betancour, Mónica Ángulo, y Gómez-García Miguel Dobrosz Izabela. «The Box-Behnken experimental design for the optimization of the electrocatalytic treatment of wastewater with high concentrations of phenol and organic matter.» *Water science and technology* 60 (2009): 2809-2818.

Guía 3M. «Placas Petrifilm™ para el recuento de *E. coli*/coliformes (guía de interpretación).»

Gutiérrez Pulido, Humberto, y Roman De La Vara Salazar. *Análisis y diseño de experimentos*. Mc Graw Hill, 2008.

Lonnen J, Kilvington S, Kehoe SC, Al-Touati F, McGuigan KG. «Solar and photocatalytic disinfection of protozoan, fungal and bacterial microbes in drinking water.» *Water Res* 39 (2005): 877-83.

Malato Sixto, Blanco Julian, Alarco Diego C., Maldonado Manuel I., Fernandez-Ibañez Pilar, Gernjak Wolfgang. «Photocatalytic decontamination and disinfection of water with solar collectors.» *Catalysis Today* 122 (2007): 137–149.

Mason, R, R Gunst, y J Hess. *Statistical Design and Analysis of Experiments*. Segunda Edición. New Yersey: JOHN WILEY & SONS, 2003.

Navntoft C., Ubomba-Jaswa E., McGuigan K.G., Fernández-Ibáñez P. «Effectiveness of solar disinfection using batch reactors with non-imaging aluminium reflectors under real conditions: Natural well-water and solar light.» *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology* 93 (2008): 155–161.

Rocha Elisangela M.R., Vitor J.P. Vilar, Amelia Fonseca, Isabel Saraiva, Rui A.R. Boaventura. «Landfill leachate treatment by solar-driven AOPs.» *Solar Energy* 85 (2011): 46–56.

RESUMEN

En este capítulo, se muestran los resultados y análisis obtenidos en la inmovilización de TiO_2 en alginato de calcio y piedra pómez, a escala de laboratorio, con la utilización de dos tipos de reactores construidos. Se exponen los resultados del diseño de experimentos preliminar, diseño de experimentos Box-Behnken y las condiciones óptimas obtenidas. Se ilustrará el análisis obtenido en el software estadístico Statgraphics para los sistemas evaluados. También se presentarán las cinéticas de inactivación de coliformes de los valores óptimos y algunas cinéticas adicionales seleccionadas, con el propósito de comparar los resultados experimentales y bibliográficos.

Se analizaron los resultados óptimos del diseño de experimento con la utilización de un captador parabólico compuesto, utilizando la radiación solar como fuente de radiación UV, para el proceso fotocatalítico.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

3.1 RESULTADOS SEM

En la Figura 3. 1, microfotografía con 2450 de magnificación, se puede apreciar los puntos blancos correspondientes al TiO_2 atrapado en la matriz de alginato de calcio, entregando información morfológica del material. Se puede ver como el TiO_2 se encuentra distribuido homogéneamente en el alginato de calcio.

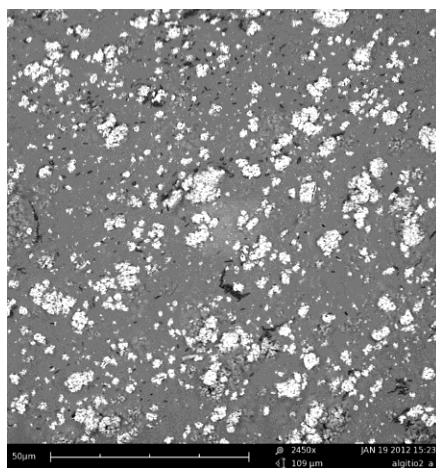


Figura 3. 1 TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio

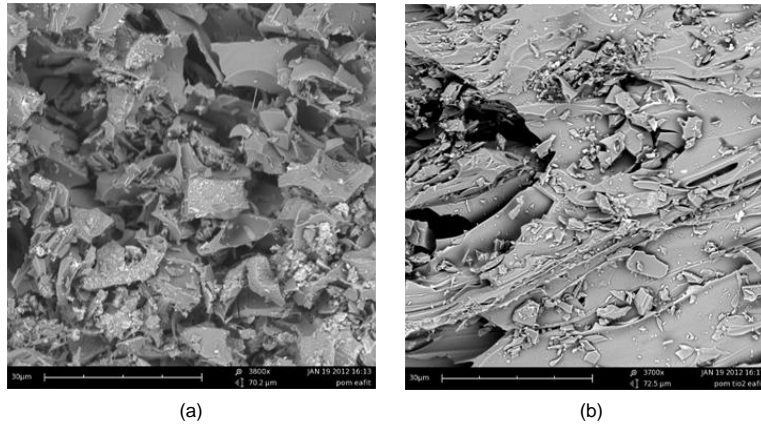


Figura 3. 2 Piedra pómez antes (a) y después (b) de soportar el TiO_2

En la Figura 3. 2, microfotografía con 2800 de magnificación, se puede ver como la piedra pómez es recubierta por una capa de TiO_2 en su superficie (b), confirmando que el TiO_2 si quedo soportado sobre este. También se puede apreciar como la solución de TiO_2 impregnada rellena los huecos porosos de la piedra.

3.2 RESULTADOS XRF.

En la Tabla 3. 1, se muestran los resultados del XRF y las composiciones más representativas de la piedra pómez encontradas en la literatura (Enciclopedia Encarta 2000).

Tabla 3. 1 Composiciones piedra pómez inmovilizada con TiO_2

Compuesto	Composición análisis (%)	Composición literatura (%)
SiO_2	65.61	71
TiO_2	7.011	-----
Al_2O_3	12.346	12.8
Fe_2O_3	1.357	1.75
Mn_3O_4	0.046	-----
MgO	0.315	-----
CaO	1.782	1.36
Na_2O	3.608	3.23
K_2O	4.283	3.83
P_2O_5	0.047	-----
SO_3	0.055	-----
Cr_2O_3	0.003	-----

SrO	0.036	-----
ZrO ₂	0.016	-----
BaO	0.091	-----
ZnO	0.004	-----
PbO	0.006	-----
HfO ₂	0.001	-----

Este resultado nos muestra un análisis cuantitativo y cualitativo de los elementos comprendidos en la piedra pómez evaluada. En la Tabla 3. 1, se puede apreciar que la concentración de TiO₂ tiene un valor similar al reportado anteriormente, donde se dijo que la concentración medida por la diferencia de peso antes y después de la impregnación (numeral 2.3.1), era de 70.6 mg/g perla y en este caso se obtuvo un valor de 70.11mg/g de perla, lo que corrobora la concentración de TiO₂ antes mencionada. Se puede ver que todos los componentes más representativos de la piedra pómez encontrados en la literatura, coinciden con los realizados por la técnica XRF, a diferencia del TiO₂.

3.3 RESULTADOS DISEÑO DE EXPERIMENTOS PRELIMINAR

En la Tabla 3. 2, se muestran los resultados del diseño de experimentos preliminar (prescreening) con cada una de las variables seleccionadas. Los cuadros marcados con una X identifican las variables utilizadas para cada ensayo.

Tabla 3. 2 Diseño de experimentos preliminar (prescreening)

Ensayo	UV	Aire	TiO ₂	Fe ²⁺	H ₂ O ₂	Inicial (UFC/ml)		Final (UFC/ml)		% Inactivación	
						Coliformes totales	Coliformes fecales	Coliformes totales	Coliformes fecales	Coliformes totales	Coliformes fecales
1	X	X				26700	15600	26700	15600	0,0%	0,0
2	X	X	X			26700	15600	225	35	99,2%	99,8
3		X	X			26700	15600	26700	15600	0,0%	0,0
4	X				X	26700	15700	110	30	99,6%	99,8
5	X	X		X	X	144500	51500	470	155	99,7%	99,7
6	X			X	X	144500	51500	335	90	99,8%	99,8
7				X	X	144500	51500	78000	40000	46,0%	22,3
8	X		X			63500	39000	760	485	98,8%	98,8
9	X	X	X		X	63500	39000	1000	495	98,4%	98,7
10	X		X		X	63500	39000	1070	710	98,3%	98,2%
11	X		X	X	X	63500	39000	1020	485	98,4%	98,8%

Se observa en los resultados del diseño de experimentos preliminar, que para que exista inactivación de coliformes totales y fecales se necesita de la radiación UV. Esto se debe a que la radiación es fundamental para que se cumpla el proceso fotocatalítico (Rincón y Pulgarin, 2007; Gelover *et al.*, 2006; Duffy *et al.*, 2004). Se encontró que el mayor porcentaje de inactivación de microorganismos patógenos corresponde al procesos foto-Fenton, alcanzando un porcentaje de inactivación del 99.8%, tanto para coliformes totales como para fecales. Del ensayo 5 y 6, procesos foto-Fenton con aire y sin aire, podemos concluir que el aire no es factor importante en el porcentaje de inactivación debido a que se alcanzaron valores aproximadamente iguales para los dos casos. También se analizó que para todos los casos donde se utilizó cualquiera de los catalizadores, el porcentaje de inactivación de microorganismos fue bastante alto, mayor del 98% de coliformes al igual como se ha comprobado en estudios anteriores (Meng Nan Chong *et al.*, 2010). Aunque el reactivo Fenton mostró resultados similares, se decidió trabajar con el catalizador de TiO_2 y H_2O_2 , debido que el TiO_2 lo podemos inmovilizar en algunos sustratos, lo cual nos permite reutilizarlo y trabajarlo en diferentes materiales para aumentar la eficiencia del sistema de tratamiento de agua. Además, cuando se trabajó con sustratos inmovilizados, se pudo crear reactores con sistemas que optimizaron la eficiencia del proceso, con características como: mayor transferencia de masa, no tener sistemas de separación del catalizador después del tratamiento, aumento en el área superficial entre las fases presentes, área de trabajo, etc., haciéndolos atractivos para implementarlo no solo en el sector rural, sino también industrial (Bandala 2007).

3.3.1 Cinéticas diseño de experimentos preliminar

Se realizaron cinéticas de inactivación de coliformes de los resultados más importantes del diseño de experimentos con la finalidad de evaluar su comportamiento con respecto al porcentaje de inactivación de coliformes en el tiempo. Las cinéticas que se realizaron se muestran en la Tabla 3. 3. El TiO_2 se trabajó inmovilizado en alginato de calcio.

Tabla 3. 3 Cinéticas realizadas para el diseño de experimentos preliminar

Cinética	Radiación UV	TiO_2	Fe^{3+}	H_2O_2
1	X	X		
2	X	X		X
3	X		X	X

En la Figura 3. 3 y Figura 3. 4, se muestran los resultados de cada una de las cinéticas realizadas. Para el proceso trabajado con TiO_2 y radiación UV, no se alcanzó a inactivar en un 100% los coliformes totales y fecales. Se hicieron mediciones de recrecimientos en los días posteriores al tratamiento (días 1 y 4) y se evidenció la presencia de coliformes en el agua. La inactivación con TiO_2 , H_2O_2 y radiación UV, no removió totalmente los coliformes y mostró recrecimiento a los

próximos días del tratamiento. Se observó que la cinética trabajada con el reactivo Fenton alcanzó a remover más cantidad de coliformes comparado con las otra cinéticas, alcanzando una concentración de 10 y 31.5 UFC/ml de coliformes fecales y totales, respectivamente, como se ha mencionado en algunas investigaciones como en Dorothee *et al.*, 2010. En la Figura 3. 3 y Figura 3. 4 se muestra dicho comportamiento claramente.

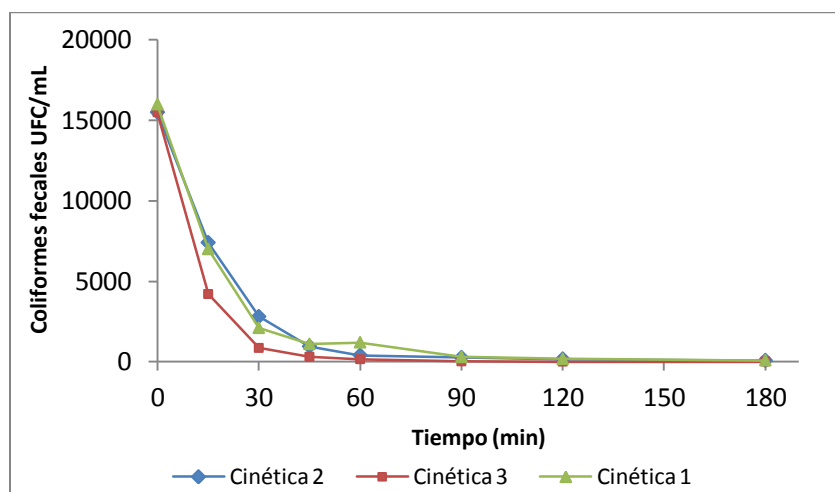


Figura 3. 3 Cinéticas de coliformes fecales del diseño de experimentos preliminar.

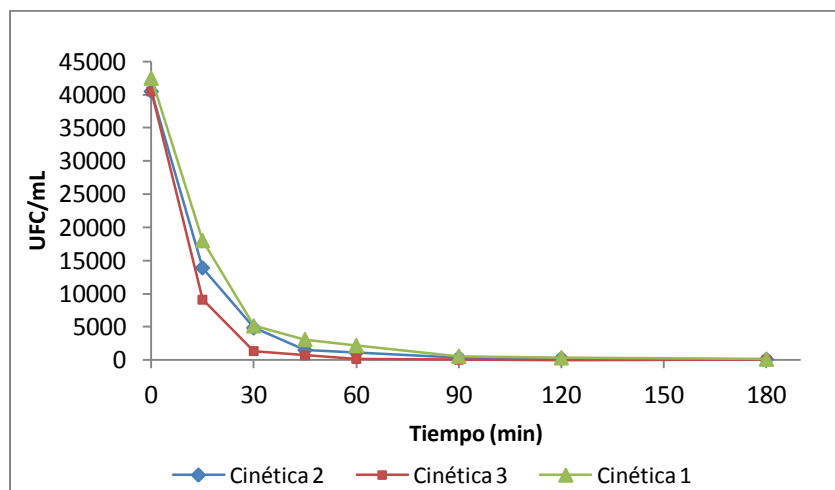


Figura 3. 4 Cinéticas de coliformes totales del diseño de experimentos preliminar

Como se ilustró en los resultados cinéticos, los procesos trabajados no alcanzaron a inactivar totalmente la concentración de microorganismo inicial, esto se debe a que la muestra se efectuó sin el tratamiento primario, debido a que los radicales $\cdot\text{OH}$ producidos por el proceso fotocatalítico, no solo se concentran en inactivar las bacterias presentes en el agua, sino también en degradar la materia orgánica natural encontrada, como se ha demostrado en estudios anteriores donde los

procesos fotocatalíticos tienen la capacidad de reducir casi todos los compuestos orgánicos naturales (Fukushima and Tatsumi, 2001; Goslan *et al.*, 2006; Moncayo-Lasso *et al.*, 2009; Murray and Parsons, 2004; Pignatello *et al.*, 2006). Por este motivo, se realizó un tratamiento primario con la finalidad de verificar si este hecho se cumple.

3.4 RESULTADOS TiO_2 INMOVILIZADO EN ALGINATO DE CALCIO.

A continuación se mostraran los resultados obtenidos del diseño de experimentos trabajado con el catalizador TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio. Adicionalmente, se hará énfasis en los resultados del tratamiento primario, análisis del diseño de experimentos, cinéticas con los valores óptimos obtenidos por el software estadístico y reúso de las perlas de alginato de calcio inmovilizadas con el TiO_2 .

3.4.1 Tratamiento primario

Para el diseño de experimentos, la muestra fue sometida a un tratamiento primario para la remoción de sólidos suspendidos en el agua. Los resultados del tratamiento primario se muestran en la Tabla 3. 4.

Tabla 3. 4 Resultados tratamiento primario

	Inicial	Final	Remoción (%)
Coliformes fecales (UFC/ml)	8000	1650	79.4%
Coliformes totales (UFC/ml)	29500	3550	88.0%
pH	7.423	7.5415	---
Turbidez (NTU)	5.79	2.865	50.5%
DQO (ppm)	67.5	55.5	17.8%
COT (ppm)	16	16	---
Conductividad (uS/cm)	264.5	267.55	---

Como se puede ver en la Tabla 3. 4, el tratamiento primario alcanza a remover un 79 y 88% de coliformes fecales y totales, respectivamente. Se removió el 50% de turbidez, lo que nos indica que el agua después del tratamiento primario se encuentra con un porcentaje menor de sólidos suspendidos.

3.4.2 Diseño de experimentos

Después del tratamiento primario, se realizó el proceso fotocatalítico, empleando como factores: Concentración de TiO_2 , concentración de H_2O_2 y radiación UV y variables de respuesta: porcentaje de inactivación de coliformes totales (%ICT) y coliformes fecales (%ICF). Los resultados se muestran en la Tabla 3. 5.

Tabla 3. 5 Resultados diseño de experimentos.

TiO ₂ (g/L)	H ₂ O ₂ (mg/L)	Radiación UV (nm)	%ICT	%ICF
0.6	15	254	82.2535	86.6667
0.6	15	365	51.6901	48.7879
0.2	15	254	80.8451	86.6667
0.4	30	254	70.4225	70.9091
0.4	15	310	99.1408	99.3485
0.2	15	365	95.8169	95.6364
0.2	0	310	99.2254	99.1667
0.4	30	365	97.9789	99.2576
0.4	15	310	99.1620	99.5152
0.6	30	310	99.8944	99.9545
0.4	15	310	99.2958	99.6061
0.4	0	254	78.8732	82.7273
0.4	0	365	52.6761	52.1212
0.2	30	310	99.6831	100.0000
0.6	0	310	96.4366	96.1061

Analizando los resultados de la Tabla 3. 5, encontramos que los resultados que reportaron mayores valores de inactivación de coliformes, fueron para una concentración de H₂O₂ de 30 mg/L, radiación UV de 310 nm y concentración de TiO₂ de 0.2 g/L. Para el análisis estadístico de los resultados, se utilizó el software estadístico Statgraphics.

3.4.2.1 Análisis diseño de experimentos

A continuación se muestran los resultados obtenidos por el análisis estadístico, empleando el software estadístico Statgraphics. Este software nos permite realizar un análisis detallado del diseño de experimentos realizado.

a) Análisis coliformes fecales

- **Tabla ANOVA**

La Tabla 3. 6, se basa en la comparación de la variabilidad media que hay entre los grupos con la que hay dentro de los subgrupos (Montgomery, 2005). El p-valor nos informa sobre el grado de compatibilidad de los datos obtenidos con la hipótesis nula, este valor comprueba la importancia estadística de cada uno de los factores. Cuando el p-valor es muy pequeño puede interpretarse como un indicador de incompatibilidad entre la hipótesis nula y los resultados observados, lo cual estaría diciendo que si la hipótesis nula fuera cierta, sería improbable alcanzar unos datos como los obtenidos. Mientras, que si el p-valor es grande, se

entiende que la muestra no proporciona argumentos para dudar de la hipótesis nula, es decir, se aceptan (Montgomery, 2005).

Tabla 3. 6 ANOVA coliformes fecales

Factor	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrado	Relación-F	Valor-P
A: TiO ₂	256,465	1	256,465	3,44	0,1229
B: H ₂ O ₂	207,75	1	207,75	2,79	0,1560
C: L. O.	25,3198	1	25,3198	0,34	0,5854
AA	4,77358	1	4,77358	0,06	0,8104
AB	2,25015	1	2,25015	0,03	0,8689
AC	518,364	1	518,364	6,95	0,0462
BB	8,60598	1	8,60598	0,12	0,7479
BC	722,36	1	722,36	9,68	0,0265
CC	1900,12	1	1900,12	25,47	0,0039
Total error	372,945	5	74,5889		
Total (corr.)	4036,43	14			
R ² (%)	90,7605				

Como se puede ver en la tabla ANOVA, las interacciones que afectan significativamente la variable de respuesta según el diseño estadístico, corresponde a las combinaciones AC (TiO₂ – radiación UV) y BC (H₂O₂ – radiación UV), debido a que el valor-P fue inferior a 0.05. Los factores por si solos no afectan significativamente el proceso por que el proceso fotocatalítico se cumple cuando utilizamos el catalizador y la radiación UV, tal como lo indicaron los resultados de la ANOVA y estudios anteriores (Arconada *et al.*, 2010; Bandala *et al.*, 2007; Mahmoud *et al.*, 2005)

- **Diagrama de Pareto**

El diagrama de Pareto, Figura 3. 5, es una manera práctica de identificar los factores e interacciones que son significativos positiva y negativamente para la variable de respuesta estudiada. Las barras horizontales que sobrepasan la línea vertical indican que estos factores e interacciones afectan significativamente el porcentaje de inactivación de coliformes fecales. Una de las razones de por que la interaccion AC (H₂O₂ – radiación) es significativa para el proceso es por la sinergia del efecto de la radiación y el H₂O₂ que puede ser explicado por dos razones: primero, el H₂O₂ tiene una acción directa oxidativa sobre la bacteria haciéndola más débil y sensible a la fotólisis, segundo, la radiación hace que las bacterias sean sensibles al H₂O₂, como lo reportaron Rincón, *et al.*, 2004.

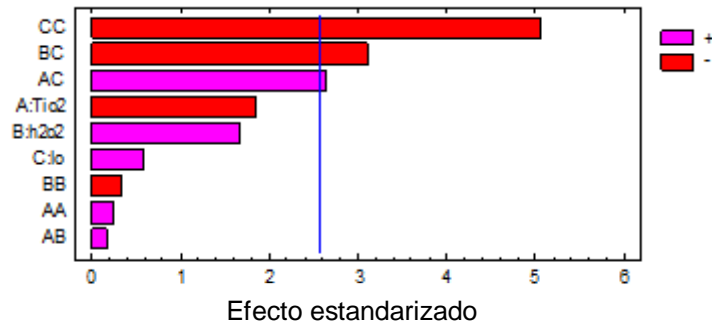


Figura 3. 5 Diagrama de Pareto coliformes fecales

- **Efectos principales.**

La Figura 3. 6, muestra el efecto de cada uno de los factores evaluados con respecto a la variable de respuesta. Se observa que la concentración de TiO₂ es inversamente proporcional, en el intervalo estudiado, al %ICF, debido a que a mayor concentración de TiO₂, mayor serán el número de perlas en el reactor, lo cual impide que la radiación penetre fácilmente al catalizador e impide la activación de este para la formación de los radicales [•]OH. Además, se ha reportado que la inactivación de microorganismos con TiO₂ inmovilizado decrece, ya que estos se difunden a través del soporte protegiendo a las bacterias de los radicales hidroxilos producidos (Gomes, *et al.*, 2009; Fernandez, *et al.*, 2005). Al contrario sucedió con la concentración de H₂O₂, que se explica debido a que mayor concentración de H₂O₂, mayor será la cantidad de radicales [•]OH atacando los coliformes presentes en el agua. Para el caso de la radiación UV, se observa que de las tres lámparas evaluadas, la radiación UV de 310 nm es la que afecta positivamente la variable de respuesta, debido a que el TiO₂ es más activo en la región ultravioleta cercana de onda media, donde su salto de banda (transición indirecta) se encuentra entre 3,02–3,23 eV. (Gomes, *et al.*, 2009; Gelover *et al.*, 2006; Fernandez, *et al.*, 2005).

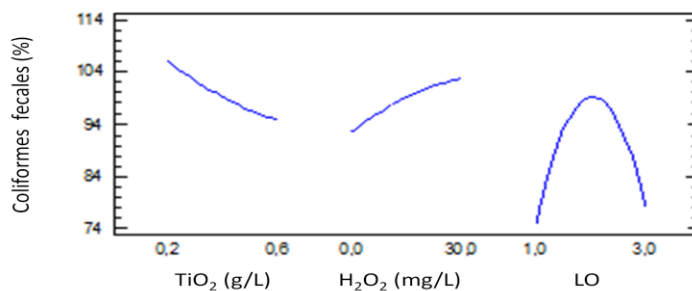


Figura 3. 6 Efecto principales coliformes fecales

- **Superficie de respuesta.**

La Figura 3. 7, nos muestra la interacción de los tres factores estudiados sobre la variable de respuesta. En este gráfico se puede ver en forma general como los

factores afectan la variable de respuesta por los motivos explicados en los puntos anteriores.

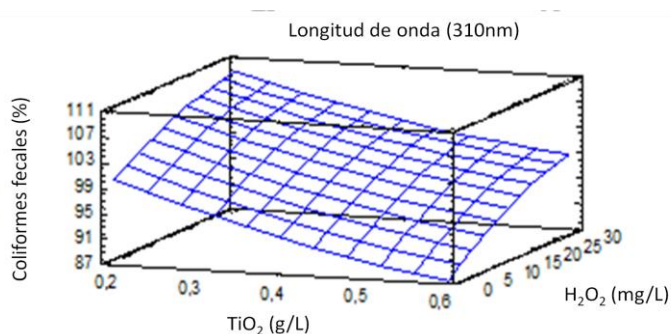


Figura 3. 7 Superficie de respuesta coliformes fecales

b) Análisis coliformes totales.

- **Tabla ANOVA.**

En la Tabla 3. 7, se muestran los resultados del análisis de varianza (ANOVA) con la variable de respuesta de coliformes totales. Las interacciones fueron aproximadas a las de coliformes fecales obteniendo el valor-P menores de 0.05, a diferencia de la interacción AC (TiO_2 – radiación UV), donde el valor-P no fue menor de 0.05 como ocurrió en los resultados con coliformes fecales.

Tabla 3. 7 ANOVA coliformes totales

Factor	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrado	Relación-F	Valor-P
A: TiO_2	311,933	1	311,933	3.5	0.1202
B: H_2O_2	199,999	1	199,999	2.25	0.1943
C: LO	121,42	1	121,42	1.36	0.2956
AA	5,78085	1	5,78085	0.06	0.809
AB	2,27271	1	2,27271	0.03	0.8793
AC	548,695	1	548,695	6.16	0.0557
BB	13,8158	1	13,8158	0.16	0.7099
BC	868,911	1	868,911	9.76	0.0262
CC	1675,44	1	1675,44	18.81	0.0074
Total error	445,321	5	89,0642		
Total (corr.)	4205,95	14			
R² (%)	89,4121				

- **Valores óptimos.**

Los valores óptimos para la concentración de TiO_2 y radiación UV fueron iguales que para coliformes fecales, y la concentración de H_2O_2 fue similar (Tabla 3. 8).

Tabla 3. 8 Valores óptimos coliformes totales.

TiO_2 (g/L)	0.2
H_2O_2 (mg/L)	29.9
Radiación UV (nm)	310

- **Diagrama de Pareto.**

Se observa en la Figura 3. 8 que las barras que sobrepasan la línea vertical corresponde a la radiación UV y la interacción de radiación UV- H_2O_2 ., indicando que para este caso, son significativos en la variable de respuesta (inactivación de coliformes totales)

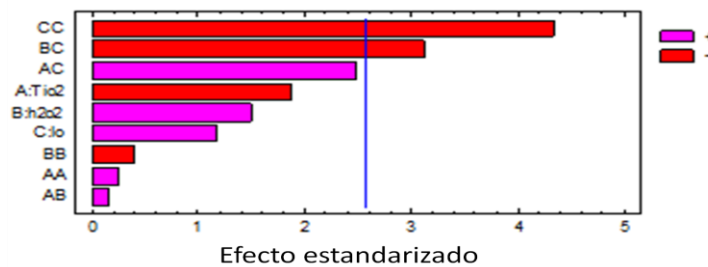


Figura 3. 8 Diagrama de Pareto coliformes totales

- **Efectos principales.**

Los efectos principales para cada factor evaluado, Figura 3. 9, tomaron los mismos comportamientos que para coliformes fecales. En conclusión a mayor concentración de H_2O_2 , menores concentraciones de TiO_2 y radiación de 310 nm, afecta positivamente la inactivación de coliformes, al igual como se explicó para coliformes fecales.

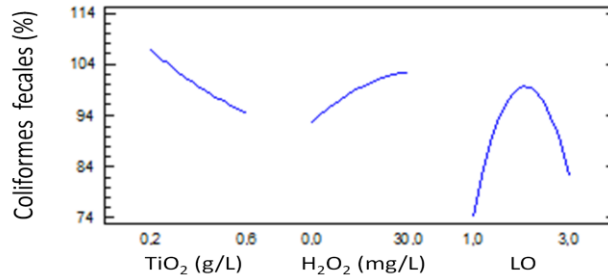


Figura 3. 9 Diagrama de efectos principales coliformes totales

- **Diagrama de superficie de respuesta.**

En el diagrama de superficie de respuesta, Figura 3. 10, vemos que los factores tienen los mismos efectos a los ya mencionados para coliformes fecales.

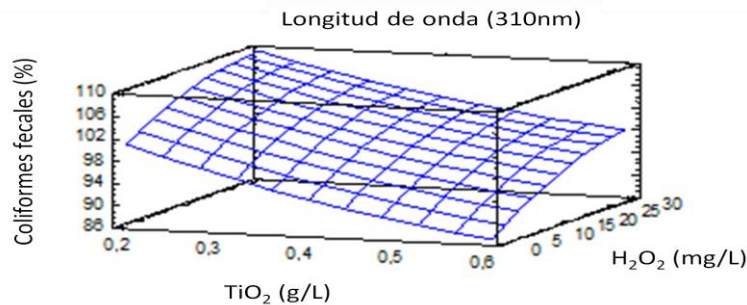


Figura 3. 10 Diagrama de superficie de respuesta coliformes totales

3.4.3 Cinéticas condiciones óptimas.

Se realizaron tres cinéticas para evaluar el comportamiento de la inactivación de coliformes en el tiempo, dos de estas cinéticas a las condiciones óptimas obtenidas mediante el análisis estadístico utilizando agua de la quebrada directamente, sin tratamiento primario y agua con tratamiento primario (cinética 1 y cinética 2, respectivamente). La tercera cinética se realizó con el reactivo Fenton a una concentración de Fe^{3+} de 0.3 mg/L y concentración de H_2O_2 de 10 mg/L (Tabla 3. 9Tabla 3. 10 y Tabla 3. 11).

Tabla 3. 9 Resultados cinética 1 agua quebrada.

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	%ICF	CT (UFC/ml)	% ICT
0	14000	0.0000	39500	0.0000
2	13000	7.1429	25000	36.7089
20	153.5	98.9036	245.5	99.3785
30	98	99.3000	160.5	99.5937
45	15.5	99.8893	53	99.8658
60	0.5	99.9964	0.5	99.9987

90	0.5	99.9964	0.5	99.9987
120	0	100.0000	1.5	99.9962
Día 1	0	100.00	0	100.00
Día 4	2.5	99.98	50	99.64
Día 7	0	100.00	21	99.85

Los resultados utilizando agua de la quebrada sin tratamiento primario, Tabla 3. 9, a las condiciones óptimas; 0.2 g/L de TiO₂, 30 mg/L de H₂O₂ y 310 nm de radiación UV, no se alcanzó a degradar completamente la concentración inicial de coliformes totales a diferencia que para los coliformes fecales, que si se encontró una inactivación total después de dos horas de tratamiento. Una de las posibles razones de esto puede ser debido a que los coliformes fecales en su gran mayoría corresponde a la bacterias *E. coli*, la cual hace parte del grupo de bacterias gram negativos. Los Gram negativos tienen una pared celular delgada (alrededor de 5 – 10 nm de espesor) comparada con las bacterias gram positivas que tiene una pared relativamente gruesa, lo que permite que las sustancias oxidantes penetren más fácilmente en lo coliformes fecales provocando la inactivación más rápidamente. En los coliformes totales, se pueden encontrar bacterias Gram positivas los cuales son más resistentes a las especies oxidativas debido a la alta concentración de peptidoglicano, ácidos teicoicos, polisacárido y peptidoglicolipidos, que actúan como un revestimiento protector encontrados en la pared celular (Gomes, *et al.*, 2009). Estudios anteriores obtuvieron resultados similares a los encontrados en esta investigación (Nikos *et al.*, 2010; Dunlop *et al.*, 2011). En las mediciones posteriores al proceso, se presentó recrecimiento, tanto para coliformes totales y fecales. Esto se produjo ya que el proceso fotocatalítico no inactivo todos los microorganismos presentes, permitiendo que los microorganismos más resistentes crecieran y recolonizaran sobre la solución tratada a condiciones más favorables. Resultados similares lo encontraron Wist, *et al.*, 2002.

Tabla 3. 10 Resultados cinética 2 con agua tratamiento primario

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)
0	1900	0.0000	3250	0.0000
5	700	63.1579	950	70.7692
10	210	88.9474	230	92.9231
60	0	100.0000	0	100.0000
90	0	100.0000	0	100.0000
120	0	100.0000	0	100.0000
Día 1	0	100.0000	0	100.0000
Día 4	0	100.0000	0	100.0000
Día 7	0	100.00	0	100.00

Utilizando agua de la quebrada con tratamiento primario, Tabla 3. 10, a las condiciones óptimas, se obtuvo una inactivación total de coliformes después de una hora de tratamiento y no existió recrecimiento a los días posteriores del proceso. Estos resultados comparados con la cinética anterior, demuestra que una disminución en la materia orgánica y concentración de coliformes inicial debido al tratamiento primario, mejora el proceso de inactivación bacteriano, debido a que las especies oxidativas producidas tiene menor concentración de materia orgánica y bacterias para atacar. Otros estudios han demostrado que la velocidad de inactivación es mayor cuando la concentración inicial es mayor, pero no garantiza que la inactivación sea total, como en este caso que la velocidad para la cinética 2 fue menor, pero se alcanzó una inactivación total de microorganismos, a diferencia de la cinética 1, donde no hubo inactivación total de coliformes (Gomes, *et al.*, 2009).

Tabla 3. 11 Resultados cinética 3 con agua tratamiento primario

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)
0	1900	0.0000	3250	0.0000
2	780	58.9474	1090	66.4615
5	710	62.6316	975	70.0000
10	365	80.7895	475	85.3846
20	8	99.5789	9	99.7231
30	0	100.0000	0	100.0000
45	0	100.0000	0	100.0000
60	0	100.0000	0	100.0000
90	0	100.0000	0	100.0000
120	0	100.0000	0	100.0000
Día 1	0	100.00	0	100.00
Día 4	0	100.00	0	100.00
Día 7	0	100.00	0	100.00

Utilizando el reactivo Fenton, Fe^{2+} y H_2O_2 , con agua de la quebrada con tratamiento primario, Tabla 3. 11, encontramos que la inactivación de coliformes fue total en un tiempo de 30 minutos. La medición de coliformes, en los días posteriores al tratamiento, mostró que no existió recrecimiento de microorganismos. Resultados similares se encontraron en los trabajos; Dorothee *et al.*, 2010; Bandala *et al.*, 2007. En las Figura 3. 11 y Figura 3. 12, se puede ver claramente el comportamiento de las cinéticas evaluadas para coliformes fecales y totales.

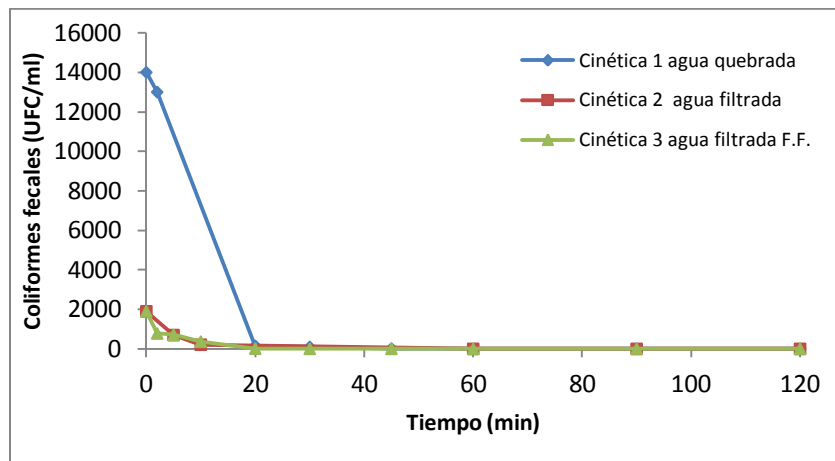


Figura 3. 11 Cinéticas coliformes fecales

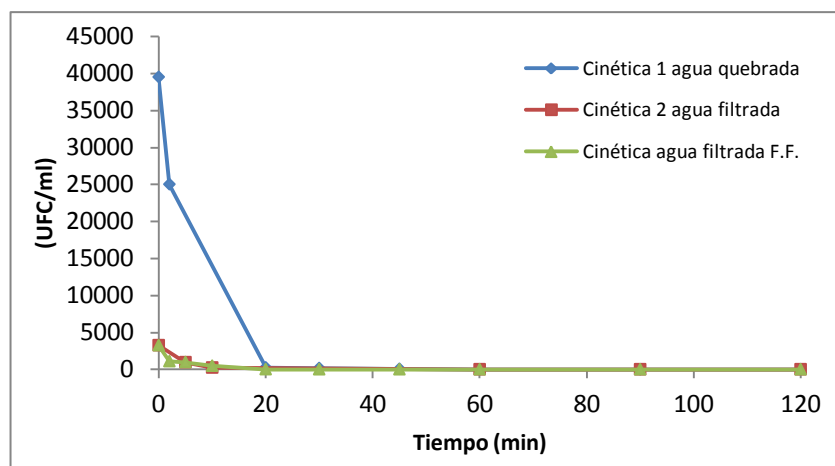


Figura 3. 12 Cinéticas coliformes totales

En las Figura 3. 11 y Figura 3. 12, se puede apreciar, que la concentración inicial de coliformes es mucho más alta para el agua de la quebrada sin tratamiento primario, lo que ocasiona que la inactivación de coliformes no sea eficiente. Se muestra que la inactivación de coliformes es bastante alta utilizando el tratamiento primario, pasando de una concentración inicial de 39500 a 3250 UFC/ml de coliformes totales, lo que corresponde a un porcentaje del 91% de inactivación. También se concluye que las cinéticas en las que se utilizó la muestra con el tratamiento primario, no existió recrecimiento de microorganismo (Tabla 3. 10 y Tabla 3. 11).

3.4.3.1 Propiedades fisicoquímicas

En la Tabla 3. 12, se muestran los resultados. Se hicieron mediciones fisicoquímicas para las muestras iniciales y finales de cada cinética.

Tabla 3. 12 Propiedades fisicoquímicas

	pH	Conductividad (uS/cm)	DQO (ppm)	Turbidez (NTU)
Agua quebrada	7.718	270.1	61.5	19.9
Agua coagulada	7.359	280.1	54.5	6.06
Agua filtrada	7.258	287.2	52	3.25
Final Cinética 1	8.216	235.7	79.5	---
Final Cinética 2	7.833	266.6	73.5	---
Final Cinética 3	8.066	272.7	80.5	---

Se observa una disminución del pH en las etapas del tratamiento primario, pero cuando lo sometemos al proceso fotocatalítico aumenta. Esta causa se puede deber a que algunos compuestos básicos quedan retenidos en el tratamiento primario y el aumento en el proceso fotocatalítico se puede deber a que existe lixiviación del catalizador soportado (Gomes, *et al.*, 2009). La conductividad aumenta en las etapas del tratamiento primario, pero luego disminuye en el proceso fotocatalítico. Este fenómeno puede ser debido a que algunas sales en soluciones quedaron retenidas en el proceso del tratamiento primario y el aumento en el proceso fotocatalítico por la adsorción entre la superficie del catalizador y la bacteria. Una posible causa del aumento de la DQO es debido a la presencia de agentes oxidantes como los es el H₂O₂, que contribuye a que la muestra que se esta analizando consuma mas oxigeno para su estabilización, y recordemos que la prueba mide el consumo de oxigeno. Esta hipótesis se verifico en 200 ml muestra donde solo se adicionó H₂O₂, después de recorrido dos horas en agitación, la muestra de la DQO aumento significativamente. (Rincón and Pulgarin, 2004). El tratamiento primario cumple bien su función, debido a que se logra una disminución importante en la turbidez en la muestra inicial (Tabla 3. 12).

3.4.4 Reúso del Catalizador

Se realizaron varios ensayos utilizando las mismas perlas inmovilizadas con TiO₂ con el objetivo de determinar la foto-actividad del catalizador. Se hicieron 4 replicas, utilizando las condiciones óptimas durante un tiempo de 2 horas, con una muestra de 300 ml sometida inicialmente a un tratamiento primario. Los resultados se muestran en la Tabla 3. 13 y Tabla 3. 14.

Tabla 3. 13 Foto-actividad del catalizador coliformes fecales.

Tiempo (h)	Coliformes fecales (UFC/ml)			
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
0	25	25	25	25
2	0	0	0	0

Tabla 3. 14 Foto-actividad del catalizador coliformes totales

Tiempo (h)	Coliformes totales (UFC/ml)			
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
0	145	145	145	145
2	0	0	0	0

Vemos que para todos los casos la inactivación de coliformes fue la misma, lo que indica que el catalizador inmovilizado en alginato de calcio no pierde foto-actividad. Esto evidencia que el catalizador está bien inmovilizado en el soporte, lo que no produce el arrastre por la muestra de agua tratada, y por el mecanismo del proceso fotocatalítico, donde el catalizador acepta electrones del agente reductor que llenan los huecos generados en la banda de valencia del semiconductor. De esta forma, el flujo neto de electrones es nulo y el catalizador permanece inalterado (Pelizzetti 1995).

3.5 RESULTADOS TiO₂ INMOVILIZADO EN PIEDRA PÓMEZ

Después de una revisión bibliográfica amplia de artículos científicos donde el TiO₂ era inmovilizado o soportado en un material, no se encontró ninguno donde el catalizador fuera inmovilizado en piedra pómez. A partir de esto se hicieron varios ensayos preliminares para evaluar el comportamiento del TiO₂ soportado en la piedra pómez con la finalidad de analizar la posibilidad de ser evaluado con más detalle en un diseño de experimentos, con el propósito de implementarlo como una alternativa para ser utilizado en el tratamiento de potabilización de agua. Las razones por las que se seleccionó este material son debidas a su porosidad, lo que facilita la impregnación del catalizador, costo, durabilidad, fácil manejo y acceso.

3.5.1 Ensayo preliminar con piedra pómez

El proceso se realizó en una columna de vidrio, en un sistema de lecho fijo como se explicó en el capítulo 2. Los parámetros del ensayo se muestran en la Tabla 3. 15.

Tabla 3. 15 Parámetros ensayo preliminar con piedra pómez

Volumen muestra (ml)	300
Concentración de TiO₂ en la muestra (g /L)	2
Gramos de piedra en el reactor (g)	8.5
Concentración de H₂O₂ (mg/L)	15

Se realizaron varios ensayos utilizando: TiO₂/UV, TiO₂/H₂O₂/UV, TiO₂ y UV. Se empleó radiación UV de 310 nm. Se tomaron muestras inicial y final. En las Figura 3. 13, Figura 3. 14, Figura 3. 15 y Figura 3. 16.

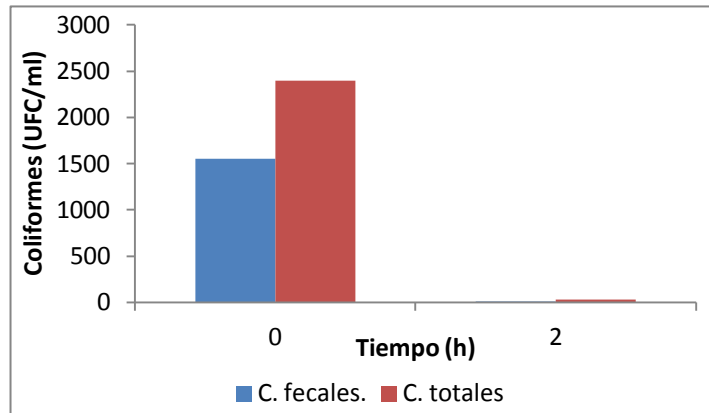


Figura 3. 13 Inactivación de coliformes (TiO₂/UV)

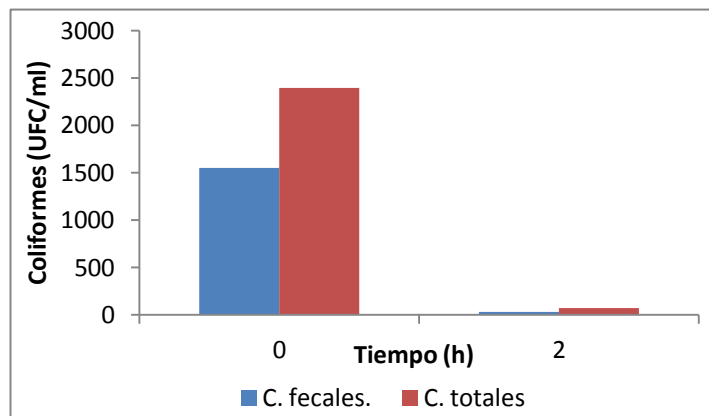


Figura 3. 14 Inactivación de coliformes /TiO₂/H₂O₂/UV)

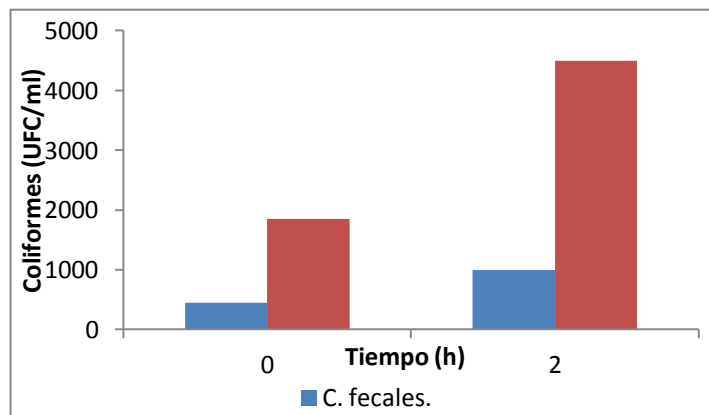


Figura 3. 15 Inactivación de coliformes (TiO₂ solo)

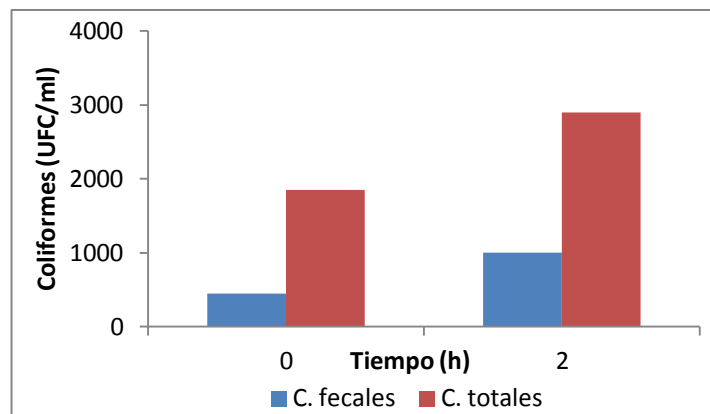


Figura 3. 16 Inactivación de coliformes (UV solo)

En las graficas (Figura 3. 13, Figura 3. 14, Figura 3. 15 y Figura 3. 16) se puede analizar claramente que la desinfección de coliformes fecales y totales se cumple siempre que se utilice proceso fotocatalítico, presencia de la radiación UV y los catalizadores, que producen especies oxidantes que inactivan los microorganismos patógenos como lo son los coliformes. Con esto se confirma que el proceso fotocatalítico empleando TiO_2 inmovilizado en piedra pómez, inhibe el crecimiento y elimina coliformes, como se ha encontrado en otros trabajos empleando TiO_2 en diferentes presentaciones (Gelover, *et al.*, 2006; Rincón and Pulgarin, 2007; Dorothee, *et al.*, 2010; Sciacca, *et al.*, 2011). A partir de estos resultados podemos concluir que la piedra pómez con el TiO_2 inmovilizado se puede utilizar para desinfección de agua. Para optimizar las condiciones de operación de este tratamiento se realizó un diseño de experimentos Box-Behnken.

3.5.2 Diseño de experimentos

Para el diseño de experimentos con TiO_2 inmovilizado en piedra pómez, Tabla 3. 17, el agua fue sometida a un tratamiento primario. Los resultados de la concentración de coliformes antes y después del tratamiento primario se muestran en la Tabla 3. 16.

Tabla 3. 16 Coliformes tratamiento primario

	CF (UFC/ml)	CT (UFC/ml)
Agua quebrada	1450	3600
Agua filtrada	50	110

Tabla 3. 17 Diseño de experimentos TiO_2 inmovilizado en piedra pómez.

TiO_2 (g/L)	H_2O_2 (mg/L)	Radiación UV (nm)	%ICF	%ICT
0.5	15	0	20	0
2	15	0	100	95
1.25	30	0	94	93
1.25	15	365	98	87

1.25	30	310	100	97
1.25	0	310	86	79
0.5	15	310	96	94
2	0	365	0	0
2	30	365	98	95
1.25	15	365	96	91
0.5	30	365	100	99
0.5	0	365	38	35
1.25	0	0	0	0
1.25	15	365	92	92
2	15	310	96	94

3.5.2.1 Análisis diseño de experimento

a) Coliformes fecales.

- Tabla ANOVA.

Los resultados del análisis de varianza, ANOVA, se muestran en Tabla 3. 18.

Tabla 3. 18 ANOVA coliformes fecales.

Factor	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrado	Relación-F	Valor-P
A:TiO ₂	200,0	1	200,0	0,45	0,5307
B:H ₂ O ₂	8978,0	1	8978,0	20,34	0,0063
C:LO	3362,0	1	3362,0	7,62	0,0398
AA	741,026	1	741,026	1,68	0,2516
AB	324,0	1	324,0	0,73	0,4307
AC	1600,0	1	1600,0	3,63	0,1153
BB	1814,26	1	1814,26	4,11	0,0984
BC	1600,0	1	1600,0	3,63	0,1153
CC	37,0256	1	37,0256	0,08	0,7837
Total error	2206.67	5	441.333		
Total (corr.)	20662.9	14			
R² (%)	89.3207				

De acuerdo al valor-P, los factores significativos para la variable de respuesta (porcentaje de inactivación de coliformes fecales) corresponden a la concentración de H₂O₂ inicial y la radiación UV. Se observa que la concentración de TiO₂, en el intervalo estudiado, no afecta significativamente la variable de respuesta. Una posible causa de esto puede ser que el material en que fue soportado el TiO₂ es altamente poroso, permitiendo que la bacteria se difunda en el medio, protegiéndola de la radiación y de los agentes oxidantes formados en el proceso. Tal afirmación es corroborada en la investigación de Gomes, *et al.*, 2009.

- **Diagrama de Pareto**

En la Figura 3. 17, muestra que los factores significativos para el proceso son la radiación UV y la concentración de H₂O₂, debido a que las barras sobrepasan la línea vertical.

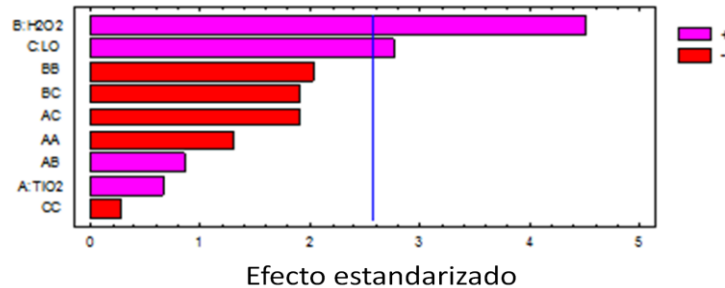


Figura 3. 17 Diagrama de Pareto

- **Efectos principales**

La Figura 3. 18, representa los efectos de cada uno de los factores evaluados en los rangos establecidos. Para el TiO₂, vemos que es más efectivo para la inactivación de coliformes fecales en la zona intermedia entre el intervalo trabajado (aproximadamente 1g/L), indicando que si lo aumentamos o disminuimos de su concentración óptima, la variable de respuesta tiende a disminuir. El H₂O₂ es directamente proporcional a la variable de respuesta, aunque aproximándose al valor máximo evaluado, la pendiente positiva tiende a disminuir significativamente. Esto explica que dosis mayores al valor óptimo no son necesarias para inactivar la concentración inicial de coliformes evaluada. Para la radiación UV, se muestra que para una intensidad de 310 nm, afecta positivamente la inactivación de coliformes fecales. Estos resultados verifican lo reportado en la literatura, donde longitudes de onda media UVB (320–280 nm) activa mejor el catalizador, provocando que el proceso fotocatalítico se cumpla eficientemente (Gelover *et al.*, 2006).

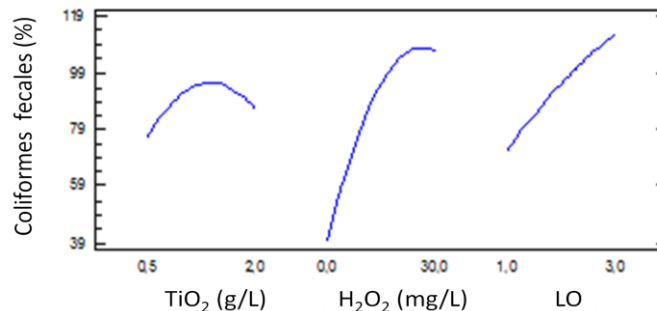


Figura 3. 18 Efectos principales coliformes fecales

- **Superficie de respuesta**

La Figura 3. 19, muestra como los resultados óptimos obtenidos por el diseño estadístico afectan positivamente la variable de respuesta. Un aumento de estos valores afectaría negativamente o sufrirían cambios en la variable de respuesta como lo es en el caso del TiO_2 y el H_2O_2 , respectivamente.

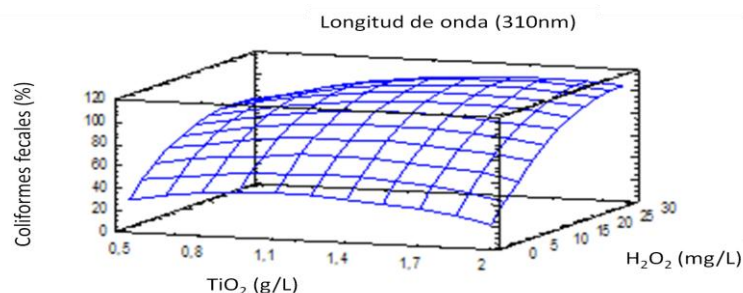


Figura 3. 19 Superficie de respuesta coliformes fecales

b) Coliformes totales.

- **Tabla ANOVA**

En la Tabla 3. 19, se muestran los resultados de la ANOVA para coliformes totales.

Tabla 3. 19 ANOVA coliformes totales.

Factor	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrado	Relación-F	Valor-P
A: TiO_2	416,58	1	416,58	0,81	0,4092
B: H_2O_2	9174,03	1	9174,03	17,85	0,0083
C: LO	3868,0	1	3868,0	7,53	0,0406
AA	787,295	1	787,295	1,53	0,2708
AB	238,842	1	238,842	0,46	0,5257
AC	2256,25	1	2256,25	4,39	0,0903
BB	1212,98	1	1212,98	2,36	0,1851
BC	1389,24	1	1389,24	2,70	0,1611
CC	78,2057	1	78,2057	0,15	0,7125
Total error	2569,69	5	513,938		
Total (corr.)	21792,7	14			
R² (%)	88.2085				

Al igual que para coliformes fecales, los factores que afectan la inactivación de coliformes totales son la concentración de H_2O_2 y longitud de onda de radiación UV.

- **Valores óptimos**

Valores óptimos obtenidos mediante el análisis estadístico, se muestran en la Tabla 3. 20. Se observa, que son aproximadamente iguales que para coliformes fecales. Para las cinéticas que se evalúan más adelante, se escogieron estos valores.

Tabla 3. 20 Valores óptimos coliformes totales

TiO₂ (g/L)	0,89
H₂O₂ (mg/L)	19,76
Radiación UV (nm)	310

- **Diagrama de Pareto**

La Figura 3. 20 informa que los factores significativos son la concentración de H_2O_2 y radiación UV, debido a que sobrepasan la línea vertical.

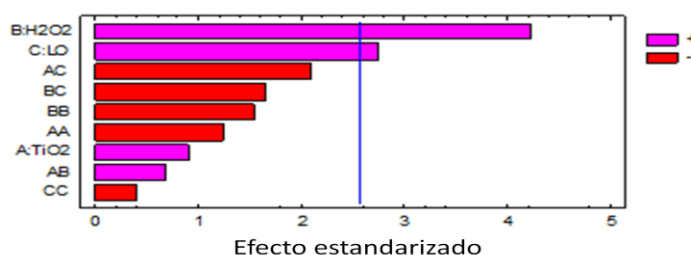


Figura 3. 20 Diagrama de Pareto

- **Efectos principales**

En la Figura 3. 21 se muestran los efectos principales de los coliformes totales. Los resultados revelan un comportamiento similar a los de coliformes fecales.

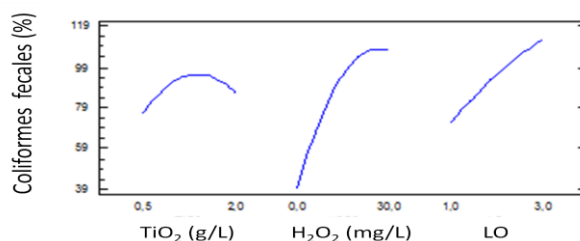


Figura 3. 21 Efectos principales coliformes totales

- **Superficie de respuesta**

En la Figura 3. 22, se puede apreciar el grafico de superficie de respuesta para coliformes totales, la cual tiene un comportamiento similar al grafico de superficie de respuesta para coliformes fecales.

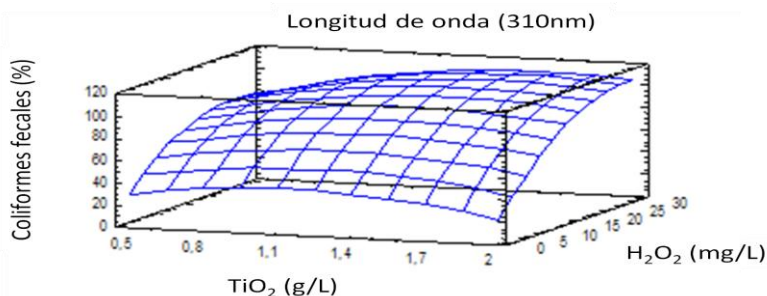


Figura 3. 22 Grafico de superficie de respuesta.

3.5.3 Cinéticas con las condiciones óptimas obtenidas.

Se realizaron las cinéticas con las condiciones óptimas obtenidas mediante el análisis estadístico, por el software estadístico Statgraphics. El volumen de muestra utilizado fue de 300 ml. Los resultados se muestran en la Tabla 3. 21.

Tabla 3. 21 Cinética condiciones óptimas

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CF (UFC/ml)	ICT (%)
0	950	0.0000	2400	0.0000
2	245	74.2105	365	84.7917
5	135	85.7895	210	91.2500
10	75	92.1053	130	94.5833
20	25	97.3684	50	97.9167
30	2.5	99.7368	6	99.7500
45	0.5	99.9474	0.5	99.9792
60	0	100.0000	0	100.0000
90	0	100.0000	0	100.0000
120	0	100.0000	0	100.0000
180	0	100.0000	0	100.0000
Día 1	0	-----	0	-----
Día 4	0	-----	40.5	-----
Día 7	0	-----	90.5	-----

En la Tabla 3. 21, se observa que a los 60 minutos de tratamiento la inactivación de microorganismos es total. El recrecimiento bacteriano, se dio para coliformes totales al cuarto día después del tratamiento.

Se realizaron varias cinéticas adicionalmente para evaluar y comparar el comportamiento de inactivación de coliformes con las condiciones óptimas obtenidas. En la primera cinética se evaluó el H₂O₂ con la radiación UV de 310 nm (Tabla 3. 22).

Tabla 3. 22 Cinética H₂O₂/UV

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)
0	950	0.0000	2400	0.0000
2	505	46.8421	780	67.5000
5	470	50.5263	630	73.7500
10	405	57.3684	545	77.2917
20	285	70.0000	450	81.2500
30	200	78.9474	285	88.1250
45	100	89.4737	130	94.5833
60	5.5	99.4211	13	99.4583
90	3.5	99.6316	6	99.7500
120	1	99.8947	2	99.9167
180	0.5	99.9474	2	99.9167
Día 1	15	98.4211	41	98.2917

En Tabla 3. 22, se observa que el TiO₂ es una variable importante para alcanzar una inactivación total de coliformes, como se mostró en los resultados con los valores óptimos en la Tabla 3. 21. En la segunda cinética se evaluó el TiO₂ en suspensión, H₂O₂ y radiación UV de 310 nm, a las condiciones optimas ya reportadas (Tabla 3. 23). En esta cinética no se tomaron las mismas muestras que en la cinética inicial con la finalidad de ahorrar material de medición de coliformes (petrifilm).

Tabla 3. 23 Cinética TiO₂ en suspensión/H₂O₂/UV

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)
0	40	0.0000	440	0.0000
30	6	85.0000	42	90.4545
60	5.5	86.2500	34.5	92.1591
120	2.5	93.7500	40	90.9091
180	1	97.5000	20	95.4545
Día 1	10	75.0000	1080	0.0000
Día 4	0	100.0000	53	87.9545

Para este caso, no se alcanzó a remover totalmente los coliformes fecales y totales. En la tercera cinética se evaluó el TiO_2 inmovilizado en piedra pómez y radiación UV de 310 nm (Tabla 3. 24).

Tabla 3. 24 Cinética TiO_2/UV

Tiempo (min)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)
0	40	0.0000	440	0.0000
30	5	87.5000	27.5	93.7500
60	0	100.0000	1	99.7727
120	0	100.0000	0	100.0000
180	0	100.0000	4.5	98.9773
Día 1	240	0.0000	460	0.0000
Día 4	100	0.0000	550	0.0000

En la Tabla 3. 24, se observa que solo se alcanzó a remover los coliformes fecales, además, se obtuvo recrecimiento a días posteriores del tratamiento. En la Figura 3. 23 y Figura 3. 24, se puede ver claramente el comportamiento de las cinéticas evaluadas.

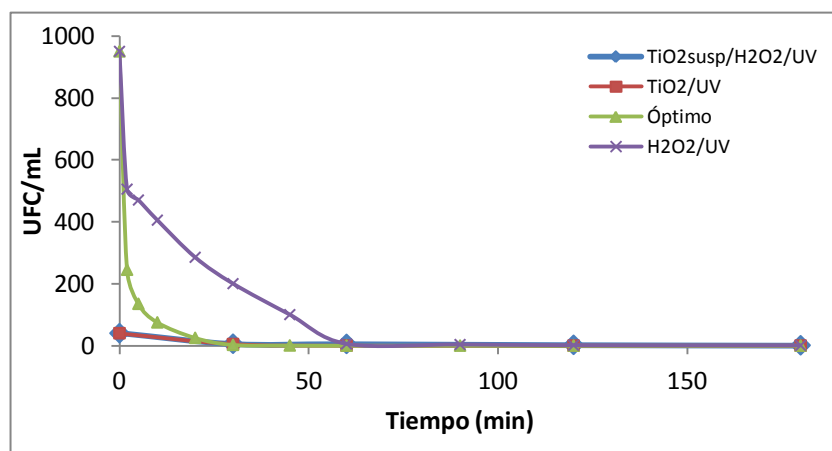


Figura 3. 23 Inactivación de coliformes fecales

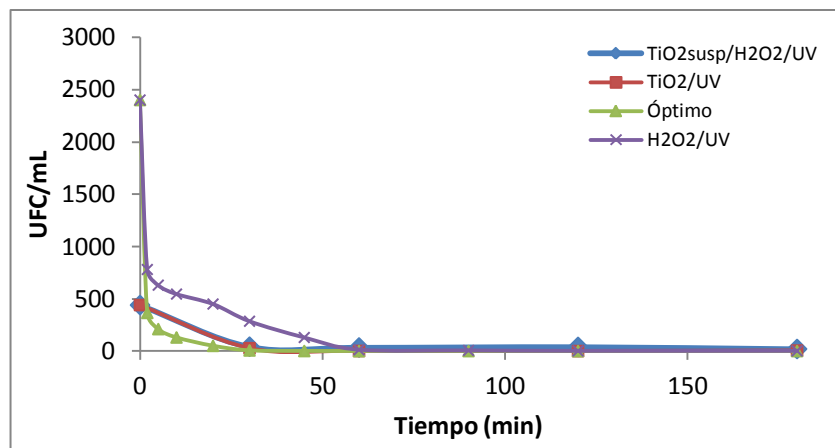


Figura 3. 24 Inactivación de coliformes totales

En la Figura 3. 23 y Figura 3. 24 se puede ver que para la cinética evaluada con los valores óptimos se alcanza una inactivación más rápidamente que con las otras cinéticas, resultado que era de esperarse de acuerdo con el estudio estadístico realizado previamente. La concentración inicial para cada muestra no fue la misma debido a que los experimentos se hicieron en días diferentes, lo que provocó diferencias en la concentración inicial de coliformes, como en el caso de la cinética a las condiciones óptimas, que la concentración inicial fue mucho mayor.

3.5.4 Propiedades fisicoquímicas

Se midieron propiedades fisicoquímica inicial y finales para cada una de las cinéticas evaluadas, en la Tabla 3. 25, se muestran los resultados.

Tabla 3. 25 Propiedades fisicoquímicas de las muestras

	pH	Conductividad (uS/cm)	O ₂ disuelto (ppm)	Turbidez (NTU)	DQO (ppm)
Agua quebrada	7.558	307	6.42	41.8	113
Agua filtrada	7.306	329	8.07	11.1	126.5
Agua final (TiO₂/H₂O₂/UV)	7.766	340	7.12	3.46	98.5
Agua final (H₂O₂/UV)	7.907	401	5.32	4.56	59

3.5.5. Reúso del sustrato

Se realizaron varios ensayos utilizando la misma piedra pómez inmovilizada con TiO₂ con finalidad de determinar la foto-actividad del catalizador. Se hicieron 4 replicas, utilizando las condiciones óptimas en un tiempo de 2 horas, con una muestra de 300 ml sometida a un tratamiento primario inicialmente. Los resultados

se muestran en la Tabla 3. 26 y Tabla 3. 27. Como se puede ver, el catalizador no pierde foto-actividad, debido a que en las replicas la inactivación de coliformes final es total para cada uno de los ensayos.

Tabla 3. 26 Foto-actividad del catalizador coliformes fecales

Tiempo (h)	Coliformes fecales (UFC/ml)			
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
0	105	105	105	105
2	0	0	0	0

Tabla 3. 27 Foto-actividad del catalizador coliformes totales

Tiempo (h)	Coliformes fecales (UFC/ml)			
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
0	200	200	200	200
2	0	0	0	0

3.6 ANÁLISIS DEL TiO₂ INMOVILIZADO EN LOS SUSTRATOS.

Haciendo una comparación del fotocatalizador inmovilizado evaluado utilizando radiación artificial, se encontró, de acuerdo a los resultados, que el TiO₂ inmovilizado en alginato de calcio es más efectivo en la inactivación de coliformes, donde se calculó que a un tiempo de 30 minutos fue capaz de inactivar en un 100% los microorganismos presentes en el agua tratada y además no mostró recrecimiento a los días posteriores del tratamiento, caso contrario que sucedió cuando se inmovilizo el TiO₂ en piedra pómez. El análisis en el diseño de experimentos, revelo que el TiO₂ inmovilizado en la piedra pómez no era significativo para la variable de respuesta, lo cual nos indica que la piedra pómez como soporte de inmovilización no es adecuada para obtener un buen proceso fotocatalítico para la inactivación de coliformes.

Se calculo también la cantidad de coliformes por cantidad de TiO₂ utilizada para cada proceso, y se evidencio que para el foto-reactor con el TiO₂ inmovilizado en alginato de calcio es mayor, con una valor de 16.3×10^6 UFC/g de TiO₂ en comparación con la piedra pómez que se obtuvo un valor de 2.7×10^6 . Esto corrobora que para la misma cantidad de TiO₂ utilizada, cuando se inmoviliza en alginato de calcio, el poder de desinfección es aproximadamente 6 veces más fuerte que cuando lo inmovilizamos en piedra pómez. A partir de este análisis, para el diseño conceptual, se utilizara TiO₂ inmovilizado en alginato de calcio para el diseño y costos del equipo de desinfección.

3.7 FOTOCATÁLISIS CON RADIACIÓN SOLAR

Se realizaron experimentos utilizando la radiación solar en un reactor parabólico compuesto (CPC), ilustrado en el capítulo 2. Estos experimentos se realizaron utilizando las condiciones óptimas obtenidas por el diseño estadístico para los procesos con TiO₂ inmovilizado en alginato y piedra pómez. Se registró la radiación solar en el tiempo con un foto-radiómetro.

3.7.1 TiO₂ inmovilizado en alginato de calcio

Los experimentos se realizaron simultáneamente con el objetivo de comparar los resultados a las mismas condiciones ambientales y la misma muestra inicial. Se evaluaron los procesos con: UV solo, UV/TiO₂ y UV/TiO₂/H₂O₂. En las Tabla 3. 28, Tabla 3. 29 Tabla 3. 30, se muestran los resultados obtenidos para cada ensayo.

Tabla 3. 28 Cinética UV solo

Tiempo (h)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)	UVA (w/m ²)	Q (KJ/L)
-15	2000	-----	7800	-----	-----	-----
0	900	0.00	2150	0.00	0.00	0.00
5	2200	-144.44	8800	-309.30	16.66	0.73
15	2700	-200.00	8600	-300.00	18.95	2.41
30	2600	-188.89	9100	-323.26	19.98	5.08
45	620	31.11	1730	19.53	18.32	7.57
60	450	50.00	1420	33.95	18.19	10.06
90	340	62.22	1010	53.02	16.13	14.52
120	250	72.22	720	66.51	19.62	20.01
Día 1	10	-----	68.5	-----		
Día 4	0	-----	5	-----		
Día 7	1	-----	4.5	-----		

Tabla 3. 29 Cinética UV/Alg-TiO₂

Tiempo (h)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)	UVA (w/m ²)	Q (KJ/L)
-15	2000	-----	7800	-----	-----	-----
0	2550	0.00	5500	0.00	0.00	0.00
5	1450	43.14	6700	-21.82	16.66	0.73
15	900.5	64.69	7600	-38.18	18.95	2.41
30	295	88.43	1890	65.64	19.98	5.08
45	240	90.59	1710	68.91	18.32	7.57
60	195	92.35	1450	73.64	18.19	10.06
90	19.5	99.24	1370	75.09	16.13	14.52
120	95	96.27	1060	80.73	19.62	20.01

Día 1	3	-----	27.5	-----
Día 4	0	-----	7	-----
Día 7	0.5	-----	10	-----

Tabla 3. 30 Cinética UV/Alg-TiO₂/H₂O₂

Tiempo (h)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)	UVA (W/m ²)	Q (KJ/L)
-15	2000	-----	7800	-----	-----	-----
0	2100	0.00	8600	0.00	0.00	0.00
5	15	99.29	80	99.07	16.66	0.73
15	0	100.00	0	100.00	18.95	2.41
30	0	100.00	0	100.00	19.98	5.08
45	0	100.00	5	99.94	18.32	7.57
60	0	100.00	0	100.00	18.19	10.06
90	0	100.00	0.5	99.99	16.13	14.52
120	0	100.00	0	100.00	19.62	20.01
Día 1	0	-----	0	-----		
Día 4	0	-----	0	-----		
Día 7	0	-----	0	-----		

En la Figura 3. 25, se muestran los comportamientos de las cinéticas evaluadas.

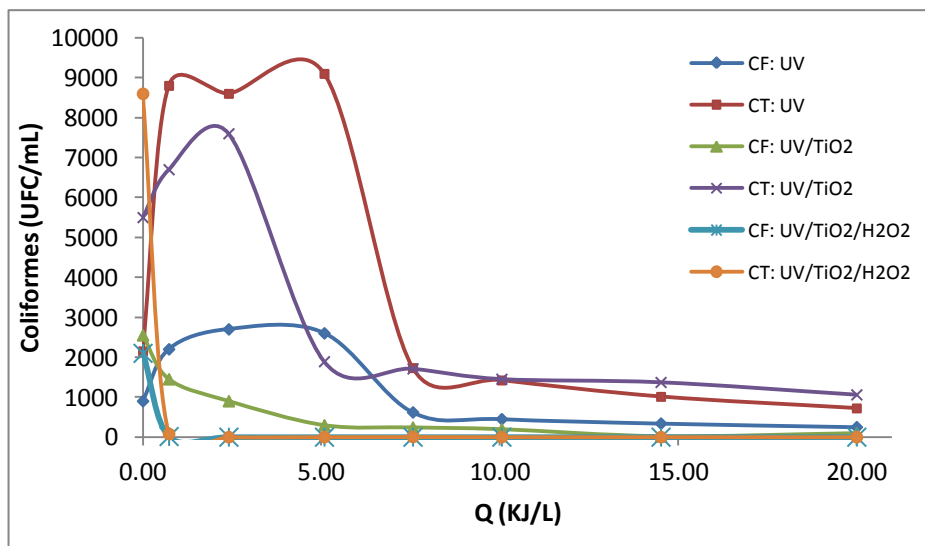


Figura 3. 25 Cinéticas TiO₂ inmovilizado en alginato de calcio.

En estos resultados se puede apreciar que la cinética evaluada que presenta los mejores resultados es para UV/TiO₂/H₂O₂, lo que corrobora todas las afirmaciones y estudios que se han planteado en esta investigación. Se puede ver claramente

en la Figura 3. 25, que cuando se trabaja con UV/TiO₂/H₂O₂ la inactivación es más rápida que cuando se trabaja con UV/TiO₂ y UV solo. También se puede apreciar en la figura, que al inicio de las cinéticas de UV solo y UV/TiO₂, la concentración de coliformes aumenta cuando se alcanza aproximadamente 6 KJ/L. Esto es probablemente debido a que la recirculación permite espacios donde la muestra no está en contacto con el catalizador, como el beaker de alimentación, lo que permite a la bacteria a “ocultarse” de los radicales •OH y repararse en estos espacios, como lo afirman en la investigación Sciacca *et al.*, 2011.

3.7.2 Inmovilización de TiO₂ en piedra pómez

En la Tabla 3. 31, se muestran los resultados de las cinéticas evaluadas con TiO₂ inmovilizado en piedra pómez.

Tabla 3. 31 Cinética UV solo

Tiempo (h)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)	UVA (W/m ²)	Q(KJ/L)
-15	95	-----	435	-----	-----	-----
0	70	0.00	800	0.00	0.00	0.00
5	115	-64.29	695	13.13	23.88	1.05
15	50	28.57	600	25.00	27.69	3.50
30	65	7.14	1110	-38.75	26.71	7.08
45	5	92.86	660	17.50	25.45	10.52
60	0	100.00	510	36.25	24.75	13.91
90	0	100.00	610	23.75	20.20	19.50
120	0	100.00	720	10.00	7.72	21.66
Día 1	0	-----	210	-----		
Día 4	0	-----	10	-----		
Día 7	0	-----	7	-----		

Tabla 3. 32 Cinética UV/Po-TiO₂

Tiempo (h)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)	UVA (w/m ²)	Q(KJ/L)
-15	95	-----	435	-----	-----	-----
0	90	0.00	260	0.00	0.00	0
5	60	33.33	145	44.23	23.88	1.05
15	65	27.78	165	36.54	27.69	3.50
30	55	38.89	135	48.08	26.71	7.08
45	210	-133.33	340	-30.77	25.45	10.52
60	8.5	90.56	53	79.62	24.75	13.91
90	0.5	99.44	18	93.08	20.20	19.50
120	3	96.67	51.5	80.19	7.72	21.66
Día 1	2.5	-----	27	-----		

Día 4	3.5	-----	41	-----
Día 7	4.5	-----	42.5	-----

Tabla 3. 33 Cinética UV/Po-TiO₂/H₂O₂

Tiempo (h)	CF (UFC/ml)	ICF (%)	CT (UFC/ml)	ICT (%)	UVA (w/m ²)	Q(KJ/L)
-15	95	-----	435	-----	-----	-----
0	50	0	165	0.00	0.00	0.00
5	0	100	0	100.00	23.88	1.05
15	0	100	0	100.00	27.69	3.50
30	0	100	42.5	74.24	26.71	7.08
45	0	100	0.5	99.70	25.45	10.52
60	50	0	450	-172.73	24.75	13.91
90	0.5	99	2.5	98.48	20.20	19.50
120	0	100	0.5	99.70	7.72	21.66
Día 1	0	-----	4	-----		
Día 4	0	-----	11	-----		
Día 7	0	-----	17.5	-----		

Una posible causa de la disminución en la concentración de coliformes a los 15 minutos en la oscuridad (Tabla 3. 32 y Tabla 3. 33), es debido a que la piedra pómez es un material muy poroso, lo que permite que la bacteria se refugie en este permitiendo que la concentración de bacteria sea alterada en el recipiente donde se toman las muestras.

En la Figura 3. 26, se muestran gráficamente los comportamientos de las cinéticas evaluadas.

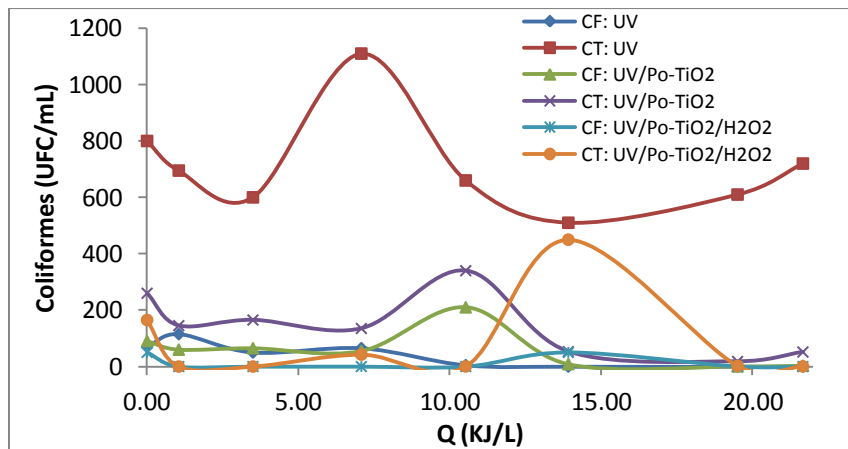


Figura 3. 26 Cinéticas TiO₂ inmovilizado en piedra pómez

Al igual que para el ensayo de alginato de calcio inmovilizado con TiO_2 , se encontró que con piedra pómez la cinética que aportó los mejores resultados fue para UV/ TiO_2 / H_2O_2 (Figura 3. 26). Vemos que para las cinéticas de UV solo y UV/ TiO_2 existen crecimientos en la concentración de coliformes en la mitad del proceso. Una posible causa es que los microorganismos pueden difundirse a través de la piedra, aprovechando que esta es porosa, provocando facilidad para que se refugien y se regeneren a lo largo del tratamiento de desinfección.

3.7.3 Ensayo con los resultados óptimos

Se realizaron ensayos simultáneos con los resultados óptimos encontrados en la investigación. En la Figura 3. 27, se muestran los comportamientos de estas cinéticas.

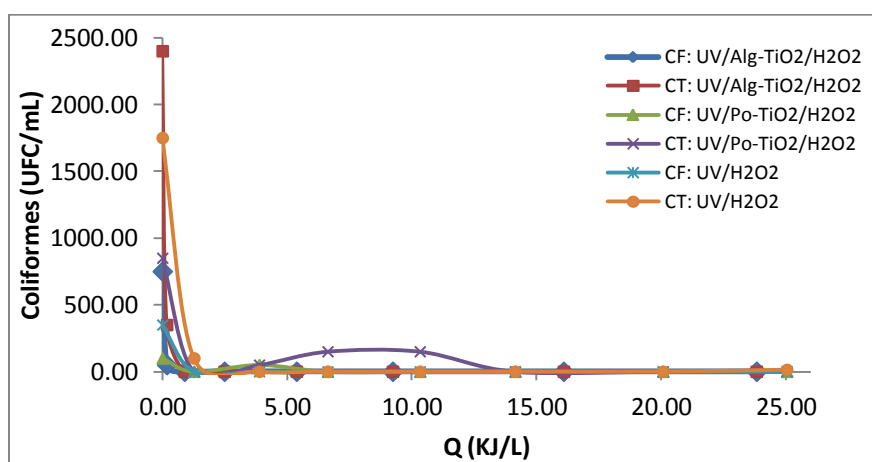


Figura 3. 27 Cinéticas resultados óptimos

En la Figura 3. 27 vemos que todos los resultados con los valores óptimos considerados en esta investigación, son efectivos para la inactivación de coliformes, teniendo un tiempo de desinfección aproximadamente de 5 minutos y una energía UV acumulada de 2KJ/L. A partir de esto, podemos concluir que el proceso fotocatalítico utilizando radiación solar si es efectivo para cualquiera de los 3 factores evaluados a sus valores óptimos reportados en el diseño de experimentos.

3.8 CONCLUSIONES

El diseño de experimentos preliminar (presscreening) fue efectivo para seleccionar las variables significativas del proceso. Se encontró que el aire no era una variable significativa para la inactivación de coliformes. Se decidió trabajar con el TiO_2 debido a que este es más fácil de trabajar en el proceso de inmovilización que el Fe^{2+} y que de acuerdo a los ensayos preliminares los resultados en la inactivación de coliformes fueron satisfactorios. También se decidió trabajar con el

H₂O₂ debido que proporciona una generación extra de radicales [•]OH, que aceleran el proceso de inactivación de coliformes.

El tratamiento primario, coagulación, sedimentación y filtración, remueve gran cantidad de sólidos disueltos en el agua, mayores al 50%. También se analizó, que en un 88% aproximadamente los coliformes iniciales, lo que ayuda a que el proceso fotocatalítico se cumpla más rápidamente y que la radiación incida mejor en el reactor.

Mediante el análisis estadístico, se logro optimizar los factores evaluados. Para la inmovilización de TiO₂ en alginato de calcio, los valores óptimos fueron: 0.2 g/L de TiO₂, 29.9 mg/L de H₂O₂ y 310 nm de radiación UV, y para el sistema con TiO₂ inmovilizado en piedra pómez: 0.89 g/L de TiO₂, 19.76 mg/L de H₂O₂ y 310 nm de radiación UV.

Para los dos procesos fotocatalíticos evaluados (TiO₂ inmovilizado en alginato de calcio y piedra pómez) se encontró que se puede utilizar como alternativa para tratamiento de aguas contaminadas con coliformes totales y fecales. Para las condiciones óptimas obtenidas mediante análisis, Statgraphics, la desinfección total de coliformes totales y fecales se presentó en un tiempo de 60 minutos. Se encontró que el catalizador no pierde foto-actividad en ninguno de los procesos evaluados (inmovilizado en piedra pómez y en alginato de calcio).

La radiación solar puede ser utilizada como una alternativa como fuente de radiación UV para el tratamiento de agua natural por medio de fotocatalisis heterogénea. Esta es una fuente natural que no tiene costo y es atractivo para ser aplicados en zonas rurales donde los sistemas de tratamiento de agua tradicional son costosos.

3.9 BIBLIOGRAFÍA

Bandala E.R., Pelaez M.A., Dionysiou D.D., Gelover S., Garcia J., Macias D. "Degradation of 2,4-dichlorophenoxyacetic acid (2,4-D) using cobalt-peroxymonosulfate in Fenton-like processes." *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 186 (2007): 357-363.

Dorothee Spuhler, Julian Andres Rengifo-Herrera, Cesar Pulgarin. "The effect of Fe²⁺, Fe³⁺, H₂O₂ and the photo-Fenton reagent at near neutral pH on the solar disinfection (SODIS) at low temperatures of water containing Escherichia coli K12." *Applied Catalysis B: Environmental* 96 (2010): 126–141.

Duffy E.F., Al Touati F., Kehoe S.C., McLoughlin O.A., Gill L.W., Gernjak W., Oller I., Maldonado M.I., Malato S., Cassidy J., Reed R.H., McGuigan K.G. "A novel TiO₂-assisted solar photocatalytic batch-process disinfection reactor for the treatment of biological and chemical contaminants in domestic drinking water in developing countries." *Solar Energy* 77 (2004): 649–655.

Dunlop P.S.M., Ciavola M., Rizzo L., Byrne J.A. "Inactivation and injury assessment of Escherichia coli during solar and photocatalytic disinfection in LDPE bags." *Chemosphere* 85 (2011): 1160–1166.

Enciclopedia Encarta 2000. 1993 – 1999 Microsoft Corporation.

Fernandez P., Blanco J., Sichel C., Malato S. "Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors." *Catalysis Today* 101 (2005): 345–352.

Fukushima, M., Tatsumi, K. "Degradation characteristics of humic acid during photo-Fenton processes." *Environ. Sci. Technol* 35 (2001): 3683 - 3690.

Gelover Silvia, Gomez Luis A., Reyes Karina, Leal Ma. Teresa. "A practical demonstration of water disinfection using TiO₂ films and sunlight." *Water research* 40 (2006): 3274 – 3280.

Gomes Ana I., Vitor J.P. Vilar, Rui A.R. Boaventura. "Synthetic and natural waters disinfection using natural solar radiation in a pilot plant with CPCs." *Catalysis Today* 144 (2009): 55–61.

Goslan, E.H., Gurses, F., Banks, J., Parsons, S.A. " An investigation into reservoir MON reduction by UV photolysis and advanced oxidation processes. ." *Chemosphere* 65 (2006): 1113 - 1119.

Mahmoud Farshbaf Dadjour, Chiaki Ogino, Susumu Matsumura, Nobuaki Shimizu. "Kinetics of disinfection of Escherichia coli by catalytic ultrasonic irradiation with TiO₂." *Biochemical Engineering Journal* 25 (2005): 243–248.

Meng Nan Chong, Bo Jin, Christopher W.K. Chow, Chris Saint. "Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review." *Water research* 44 (2010): 2997-3027.

Moncayo-Lasso, A., Sanabria, J., Pulgarin, C., Benitez, N. "Simultaneous E. coli inactivation and MON Oxidation in river water via Photo-Fenton process at natural pH in solar CPC reactor. A new way for enhancing solar disinfection of natural water." *Chemosphere* 77 (2009): 296 - 300.

Montgomery, D. *Design and analysis of experiments*. Fifth. Wiley and Sons, 2005.

Murray, C.A., Parsons, S.A. "Removal of NOM from drinking water: Fenton's and photo-Fenton's processes." *Chemosphere* 54 (2004): 1017 - 1023.

Nikos Lydakakis-Simantiris, Despina Riga, Eleftheria Katsivela, Dionissios Mantzavinos, Nikolaos P. Xekoukoulotakis. "Disinfection of spring water and secondary treated municipal wastewater by TiO₂ photocatalysis." *Desalination* 250 (2010): 351–355.

Pignatello, J.J., Oliveros, E., Mackay, A. "Advanced oxidation processes for organic contaminant destruction based on the fenton reaction and related chemistry." *Crit. Rev. Environ. Sci. Technol* 31 (2006): 1 - 84.

Rincón Angela-Guiovana, Pulgarin Cesar. "Effect of pH, inorganic ions, organic matter and H₂O₂ on E. coli K12 photocatalytic inactivation by TiO₂ Implications in solar water disinfection." *Applied Catalysis B: Environmental* 51 (2004): 283–302.

Sciacca Frederic, Juliana A. Rengifo-Herrera, Joseph Wethe, Cesar Pulgarin. "Dramatic enhancement of solar disinfection (SODIS) of wild Salmonella sp. In PET bottles by H₂O₂ addition on natural water of Burkina Faso containing dissolved iron." *Chemospher* 78 (2010): 1186–1191.

STATGRAPHICS PLUS FOR WINDOWS 5.1. United States: Statistical Graphics Corp, 1999 - 2007.

Wist J., J. Sanabria, C. Dierolf, W. Torres, C. Pulgarin. "Evaluation of photocatalytic disinfection of crude water for drinking-water production." *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 147 (2002): 241–246.

RESUMEN

En este capítulo, se presentará el diseño conceptual de la planta de potabilización de agua con tratamiento primario y desinfección, por medio de fotocatalisis heterogénea, basándose en la revisión bibliográfica y los ensayos experimentales a escala de laboratorio. Se presentan los diagramas de entradas y salidas, de bloques y de flujo del proceso. También se ilustrarán los equipos diseñados para la planta con sus dimensiones y parámetros establecidos, de acuerdo al caudal de diseño seleccionado. Por último, se presentará un análisis de costos de la planta.

4. DISEÑO CONCEPTUAL

Se realizó un diseño conceptual de una planta de potabilización de agua, utilizando los métodos tradicionales de potabilización de agua, floculación, sedimentación y filtración, acoplado al proceso fotocatalítico heterogénea estudiado en los capítulos anteriores. Para los métodos tradicionales se seleccionaron aquellos equipos que en la literatura mostraron menores costos de construcción, operación y mantenimiento. Para el proceso fotocatalítico, se empleó captadores parabólicos compuestos, con TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio debido a que mostro los mejores resultados. Se hizo un estudio de los materiales y diseño que involucraran un tratamiento de bajo costo para que sea competitivo a los métodos de desinfección de microorganismo existentes. El diseño de la planta se realizó de acuerdo a un estudio de implementación de una planta de potabilización para la vereda Graciano, ubicada al noreste de la ciudad de Medellín, en el municipio de Barbosa, zona rural fuera del casco urbano. A partir de este trabajo, se asignó el caudal de diseño para la planta de potabilización, con la finalidad de ejecutar los respectivos cálculos de los equipos que se utilizaron en el diseño.

4.1 CAUDAL DE DISEÑO

El caudal para el diseño de la planta de potabilización fue seleccionado de un trabajo previo realizado para la vereda Graciano de un diseño conceptual de una planta de potabilización. El caudal es de 1.83L/s.

4.2 DIAGRAMA DE ENTRADAS Y SALIDAS

En la Figura 4. 1 se muestra el diagrama de entradas y salidas de la planta de potabilización de agua: Está conformado por las entradas que se ubican a la izquierda del diagrama, en el centro se encuentra el proceso y al lado derecho se

encuentran las salidas. En este diagrama no se incluyen corrientes de servicio, solamente reactivos y productos. (Turton *et al.*, 2003).

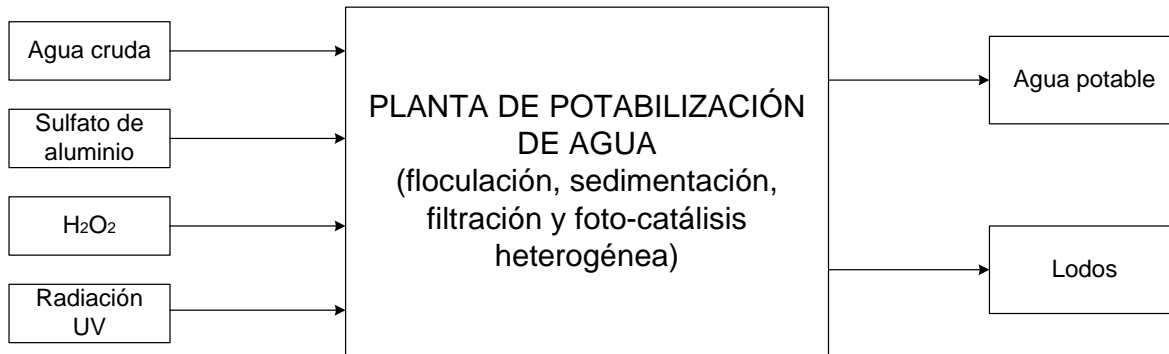


Figura 4. 1 Diagrama de entradas y salidas del proceso

4.3 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

El proceso consta de dos partes principales: el proceso de remoción de sólidos suspendidos en el agua y el proceso fotocatalítico para la desinfección de coliformes totales y fecales. A continuación se describen cada una de las etapas aplicadas para la potabilización de agua.

4.3.1 Mezcla rápida

Tiene el propósito de dispersar rápida y uniformemente el coagulante a través de toda la masa o flujo de agua.

4.3.2 Coagulación

El proceso consiste en la adición de un coagulante (sulfato de aluminio) para la formación de un floc fácilmente sedimentables. La coagulación prepara el agua para la sedimentación, incrementa considerablemente la eficiencia del sedimentador y su función principal es desestabilizar, agregar y unir las sustancias coloidales presentes en el agua. El proceso remueve turbiedad, color, bacterias, algas y otros organismos planctónicos (Romero, 2002).

4.3.3 Sedimentación

Mediante este proceso se remueven las partículas sólidas generadas en la coagulación debido a la fuerza de la gravedad; denominado también clarificación o espesamiento. Se emplea principalmente para remover sólidos suspendidos sedimentables, remoción de material orgánico y biomasa (Romero 2002).

4.3.4 Filtración

El proceso de filtración se emplea para obtener agua cristalina y clara. Aunque cerca del 90% de la turbiedad y el color son removidos por la coagulación y la sedimentación, una cierta cantidad de floc no se sedimenta en el tanque y requiere su remoción. Se trabajó con medios porosos como: antracita y arena, los cuales remueven el material suspendido, como turbiedad, floc, metales oxidados, microorganismos y otros. La remoción de microorganismos es de gran importancia puesto que muchos de ellos son extremadamente resistentes a la desinfección, además ayuda a disminuir la concentración inicial de coliformes (Romero 2002).

4.3.5 Proceso de desinfección

El proceso de desinfección de coliformes totales y fecales, es realizado mediante fotocatalisis heterogénea, utilizando un foto-reactor parabólico compuesto con TiO_2 inmovilizado en alginato-Ca.

4.4 DIAGRAMA DE BLOQUES DE PROCESO

En la Figura 4. 2, se muestra el diagrama de bloques del proceso de tratamiento de agua, el cual ilustra las etapas del proceso con los flujos de operación más importantes. En el diagrama se observa que el proceso consta de 6 etapas, con una corriente de entrada de sulfato de aluminio, que su función principal es servir como coagulante para la formación de floc en el floculador, y una corriente de H_2O_2 como fotocatalizador. Como subproducto podemos ver los lodos, que son formados en la etapa de sedimentación.

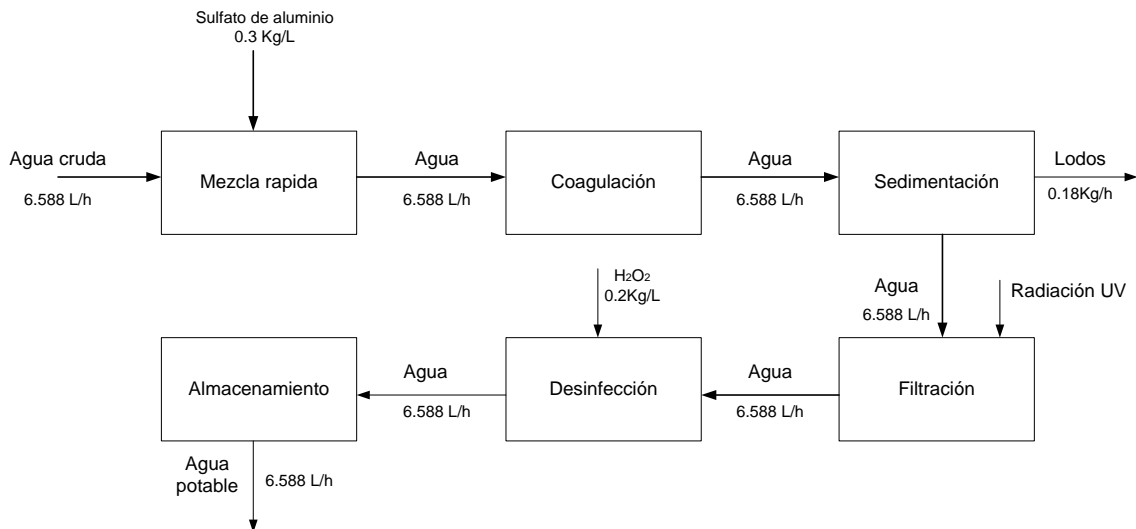


Figura 4. 2 Diagrama de bloques planta de tratamiento

4.5 DIAGRAMA DE FLUJO DE PROCESO (PFD)

En la Figura 4. 3, se muestra el diagrama de flujo del proceso (PFD) de la planta de tratamiento, el cual ilustra el sistema del proceso. Estos diagramas son los más utilizados para el diseño conceptual y es de gran importancia porque permiten entender y comprender el proceso (Turton *et al.*, 2003). En el diagrama de flujo se muestran las siguientes unidades:

M – 101: Tanque para el almacenamiento con un agitador mecánico para la mezcla del coagulante en agua.

V – 101: Válvula dosificadora, su función es regular el flujo de coagulante de acuerdo a su concentración y a la turbiedad del agua.

M – 102: Mezclador estático en línea, su propósito es dispersar homogéneamente el coagulante en el agua a tratar.

FL – 101: Floculador por paletas, se utiliza para aglomerar las partículas.

S – 101: Sedimentador convencional rectangular, utilizado para la remoción de sólidos sedimentables.

F – 101: Filtro rápido con lecho mixto de antracita y arena, para remover la turbidez.

C – 101: Captador parabólico compuesto, utilizado para la inactivación de coliformes presentes en el agua.

T – 101: Tanque de almacenamiento, para almacenar el agua potable.

4.6 DIMENSIONAMIENTO DE EQUIPOS.

4.6.1 M – 101 Tanque mezclador y de almacenamiento para el coagulante

Para la aplicación de sulfato de aluminio, se utilizó un tanque con un agitador mecánico para disolver la cantidad de sulfato de aluminio necesaria para la concentración requerida, como se muestra en la Figura 4. 3. Para dosificar la cantidad se emplea una válvula reguladora para el caudal de diseño seleccionado. La solubilidad del sulfato de aluminio tipo B comercial en agua es de 31.3 gramos por litro de solución (Proquimsa). Para el dimensionamiento del equipo se establece una concentración de trabajo de 28 g/L (0.0272% en peso) (Medina, 2011). De acuerdo con esta concentración de trabajo, para adquirir una concentración de 45 mg/L en el floculador, se requiere un flujo de 10.59 L/h. Para un tiempo de trabajo de 8 horas, tiempo establecido por lotes para la preparación del coagulante, se necesita un tanque mínimo de 84 Litros. Por este motivo se decide diseñar un tanque con capacidad de 90 Litros.

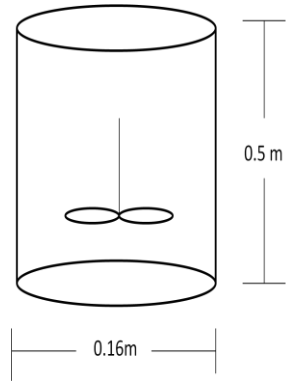


Figura 4. 3 Tanque para dosificación del coagulante

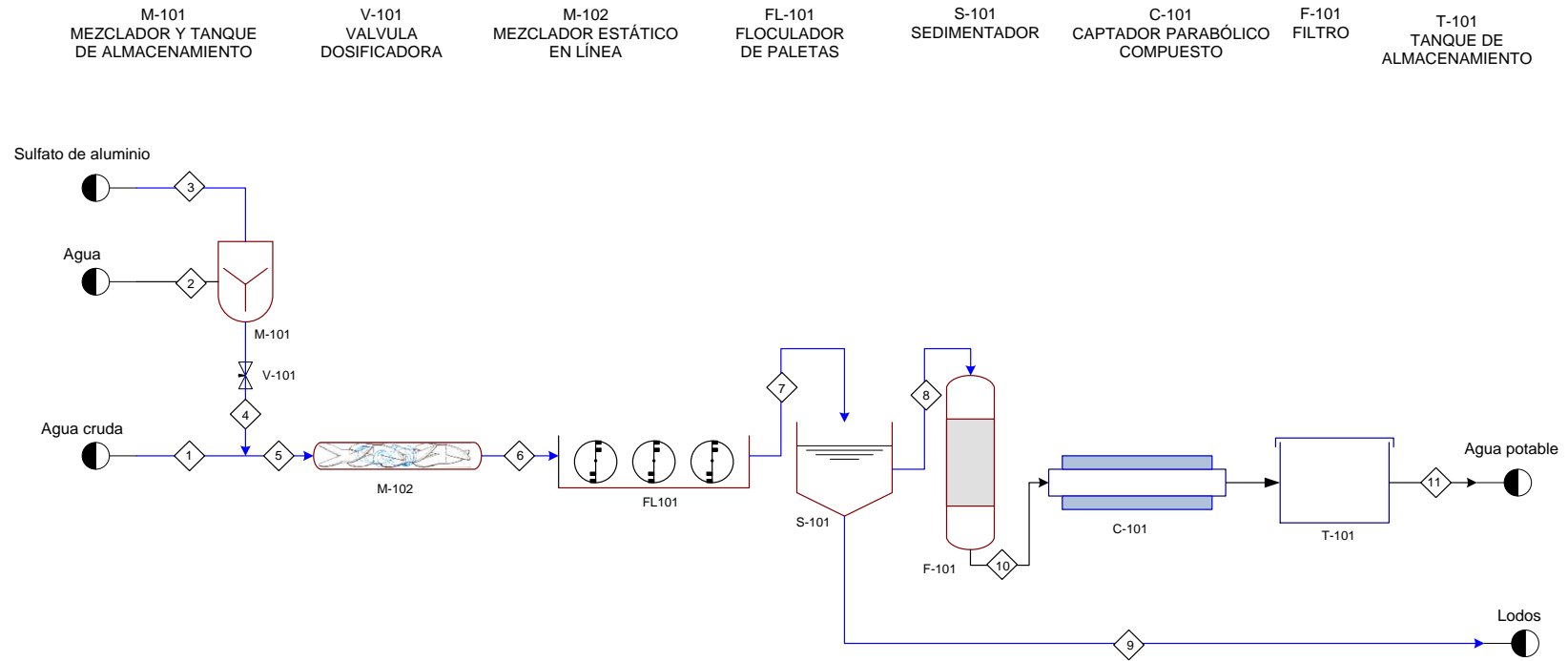


TABLA DE CORRIENTES											
Corriente	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Temperatura (°C)	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Presión (atm)	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84
Flujo volumétrico (L/h)	6588	10.7	N.A.	10.7	6588	6588	6588	6588	N.A.	6588	6588
Flujo másico (Kg/h)	6588	10.8	0.3	10.8	6588	6588	6588	6588	0.17	6588	6588
Composición											
Agua	1	1	N.A.	0.96	1	1	1	1	0	1	1
sulfato de aluminio	0	0	1	0.04	0	0	0	0	0	0	0
Lodos	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0

Figura 4. 4 Diagrama de flujo del proceso

4.6.2 M – 102: Mezclador estático

Para esta etapa se decidió utilizar para el diseño un mezclador estático, el cual está constituido por barras, perfiles o láminas corrugadas, instaladas dentro de una tubería, que forman una rejilla alargada y continua. Esta configuración produce una gran intensidad de turbulencia en una longitud deseada y originan una mezcla de alta eficiencia, con poca pérdida de energía y sin el uso de partes móviles. En la Figura 4. 5, se muestra un mezclador en línea tipo estático (Komax).



Figura 4. 5 Mezclador estático (Komax)

4.6.3 F – 101: Floculador de paletas giratorias

Para esta etapa se opta por el diseño de un floculador con paletas giratorias, con dimensiones de 2.5 m de largo, 2.1 m de ancho y 0.6 m de profundidad. Estas dimensiones fueron seleccionadas con el objetivo de aproximarnos al tiempo de residencia en la etapa de floculación obtenidos en los ensayos experimentales de laboratorio (tiempo de retención: 30 min). El equipo consiste en un agitador con 3 ejes horizontales perpendiculares a la dirección del flujo. Cada eje tiene dos ruedas de paletas de 0.5 m de diámetro, con el eje a 0.3 m sobre el piso. Cada rueda tiene cuatro paletas de 0.9 m de largo y 0.05 m de ancho, opuestas de dos en dos. Las paletas están separadas 0.05 m entre sí, con sus ejes a 0.25 m y 0.1 m respectivamente al eje de rotación. Los ejes rotan a 3 RPM, se supone un coeficiente de arrastre de 1.5 y la velocidad del agua puede considerarse como $\frac{1}{4}$ de la velocidad de las paletas. Se supone una temperatura de 20°C (Arboleda 2000).

Para el diseño se realizaron los siguientes cálculos:

El área de la sección transversal de tanque:

$$a = ancho * profundidad \quad (4.1)$$

$$a = 2.1m * 0.6m = 1.26m^2$$

Área de paletas en movimiento en la sección transversal:

$$a_p = \#paletas * \#ruedas * Largo\ de\ paleta * ancho\ paleta \quad (4.2)$$

$$a_p = 4 * 2 * 0.9m * 0.05 = 0.72$$

Área total de paletas en el floculador:

$$Ap = 3 * 0.72m^2 = 2.16m^2$$

La potencia aplicada a las paletas será:

$$P = \frac{C_D * \rho * A * \sum v^3}{2} \quad (4.3)$$

$$P = \frac{1.5 * 1000 * 1.08 * [0.078^3 + 0.023^3]}{2} = 0.4Kw$$

Dónde;

P: Potencia disipada de la mezcla, W

C_D: Coeficiente de arrastre

ρ: Densidad, Kg/m³

A: Área transversal de las paletas, m².

v: Velocidad de las paletas, m/s; generalmente menor de 1 m/s

El tiempo de retención:

$$t = \frac{V}{Q} \quad (4.4)$$

$$t = \frac{3.15m^3}{0.1098m^3/min} = 28.69min$$

El diseño del equipo y las dimensiones se muestran en la Figura 4. 6.

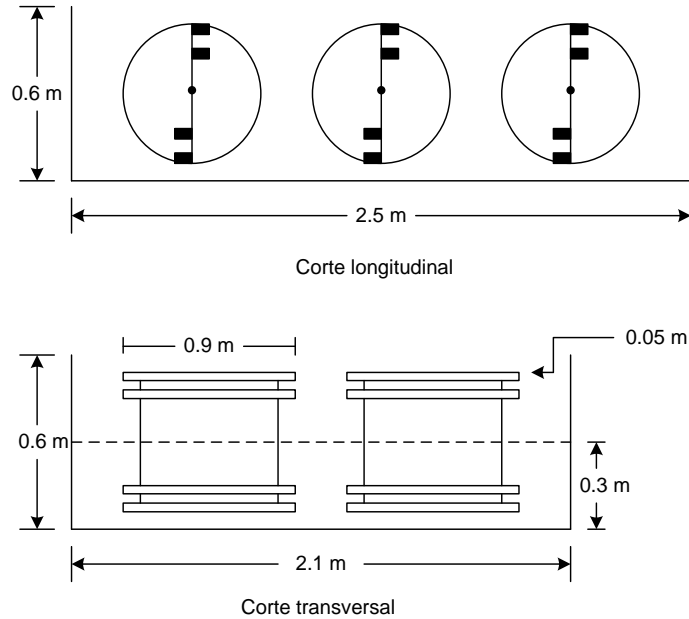


Figura 4. 6 Diseño del floculador

4.6.4 S – 101: Sedimentador convencional rectangular

Se utilizó un sedimentador convencional rectangular. Para el diseño del equipo se tuvieron en cuenta la carga superficial, periodo de detención, profundidad, velocidad horizontal de escurrimiento y relación largo – profundidad (Arboleda 2000).

- **Carga superficial.**

La carga superficial es la velocidad crítica mínima de sedimentación Q/A , que se espera que en promedio tenga un porcentaje (70 – 90%). A falta de datos experimentales, puede adoptarse especificaciones de tipo general. Según azevedo Netto (1972), los flóculos de sulfato de aluminio sedimentan con una velocidad comprendida entre 0.015 y 0.070 cm/s, o sea entre 13 y 60 m/día. Por tanto, podría concluirse que la carga superficial debería variar entre 13 y 60 $m^3/m^2/d$. Para instalaciones pequeñas con operación precaria, se sugiere una carga superficial de 20–30 $m^3/m^2/d$. Partiendo de este parámetro, se calcula la carga superficial, seleccionando una longitud del sedimentador de 5 m y un ancho de 1 m.

$$Carga\ superficial = \frac{Q}{A} \tag{4.5}$$

$$Carga\ superficial = \frac{158.112\ m^3/d}{5m^2} = 31.62\ m^3/m^2/d$$

- **Forma del sedimentador**

El sedimentador que se escogió fue de forma rectangular, son los más usados para plantas de tratamiento de agua.

- **Velocidad horizontal y relación largo-profundidad de la zona de sedimentación**

La velocidad horizontal produce dos efectos; ayuda a la floculación de los sólidos suspendidos dentro del decantador y por otro lado, arrastra y resuspende los floculos ya sedimentados o que están por sedimentar. Según ensayos experimentales, se encontró que para el floc de sulfato de aluminio, la velocidad horizontal óptima podría estar alrededor de 0.5 cm/s, o menos. Para el cálculo de la altura del sedimentador, partiendo de la longitud y ancho ya mencionados, se trabajó con la siguiente ecuación (4.6) (Arboleda Tomo I, 2000):

$$\frac{L}{h} = \frac{v_h}{v_{sc}} \quad (4.6)$$

Para el cálculo del valor L/h se calculo a partir de la Figura 4. 7.

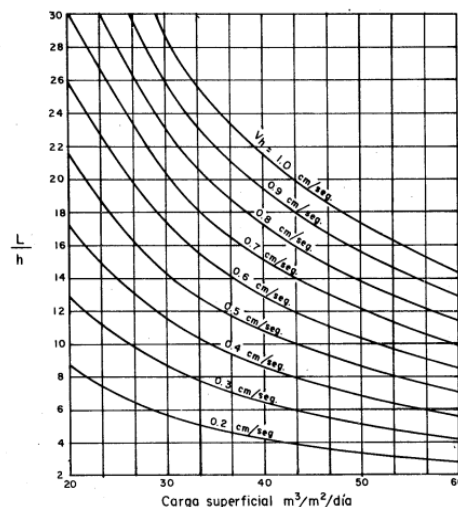


Figura 4. 7 Gráfico para calcular la carga superficial (Arboleda 2000)

Para una carga superficial de 31 m³/m²/día y una velocidad de 0.5 cm/s, escogida como velocidad óptima de la formación de floc con sulfato de aluminio, el valor L/h es igual a 14. Teniendo en cuenta estos parámetros de diseño, la altura para el diseño del equipo da como resultado 0.3571m.

- **Diseño del equipo.**

Para propósitos teóricos, se acostumbra a dividir el tanque de sedimentación en 4 zonas; zona de entrada, zona de salida, zona de lodos y zona de asentamiento. En la Figura 4. 8, se muestra el diseño del equipo.

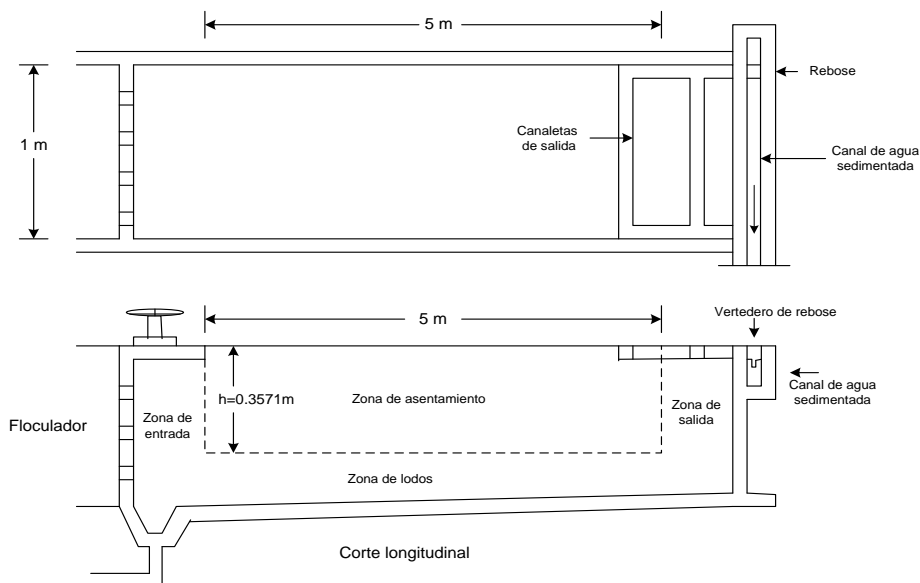


Figura 4. 8 Diseño del equipo sedimentador de paletas giratorias

4.6.5 F – 101 Filtro de lecho mixto

Para la selección del filtro, se hizo un análisis de los diferentes filtros existentes con la finalidad de determinar cuál de estos se adecuaba más al sistema de tratamiento que se está planteando. En la Tabla 4. 1, se muestran algunas características de diferentes filtros que nos ayudaron a seleccionar el equipo.

Tabla 4. 1 Comparación entre diferentes tipos de filtro (Romero 2002)

Características	Filtro rápido con lecho mixto (Arena y antracita)			Filtro rápido con lecho simple			Filtro lento con lecho simple			
	gpm/p2	4	6	10	1.5	2	3	0.12	0.16	0.24
Carga superficial de filtración	m ³ /m ² /d	235	350	590	87.5	117.5	176	7	9.33	14
	m ³ /m ² /h	9.8	14.6	24.6	3.6	4.9	7.3	0.3	0.39	0.58
	Velocidad de filtración	cm/seg	0.27	0.405	0.683	0.101	0.136	0.203	0.0081	0.0108
Profundidad del lecho filtrante	30 - 45 cms de grava 45 - 60 cms de antracita 15 - 30 cms arena			30 - 45 cms de grava 60 - 75 cms de arena			30 cms de grava 90 - 110 cms de arena			
Drenaje	Falsos fondos o similares			Tuberías metálicas perforadas o placas porosas, falsos, fondos, etc.			Tuberías perforadas de gres o cemento			

Lavado	Invertiendo el flujo con agua proveniente de un tanque elevado o una bomba. Velocidad de lavado: 0.6 - 1m/min	Invertiendo el flujo a presión con agua proveniente de un tanque de lavado o una bomba. Velocidad de lavado: 0.8 - 1.2 m/min	Raspando la superficie de la arena
Perdida de carga	De 20 cms hasta 2.7 m max.	De 30 cms hasta 2.7 m max.	De 16 cm hasta 1.2 m max.
Tiempo entre limpieza	12 - 48 horas	24 - 48 - 72 horas	20 - 30 - 60 días
Penetración del floc	Profunda	5 cm superiores (mayor cantidad)	Superficial
Cantidad de agua usada en el lavado	1 - 3% de agua filtrada	1 - 6% del agua filtrada	0.2 - 0.6% del agua filtrada
Tratamiento previo del agua	Coagulación, floculación y sedimentación	Coagulación, floculación y sedimentación	Ninguno o prefiltración
Costo de construcción	Más bajo que el de los filtros rápidos de arena	Más bajo que el de los filtros lentos	Alto
Costo de operación	Igual al de los filtros rápidos de arena	Más alto que el de los filtros lentos	Bajo
Área ocupada por los filtros	1/2 a 1/5 de los filtros rápidos de arena	Menor que el de los filtros lentos	Mas grande que la de los filtros rápidos de arena
Turbiedad y color del efluente	< 10 UT 80% del tiempo < 20 UC	< 5 UT 80% del tiempo < 10 UC	< 20 UT 80% del tiempo < 10 UC

En la Tabla 4. 1, se observa que para todas las características, el filtro rápido con lecho mixto de antracita y arena es el más efectivo y menos costoso para el proceso de filtración. También se ha registrado en la literatura (Romero 2002), que los medios dobles son capaces de remover turbiedad, bacterias coliformes, etc., que los lechos de antracita o arena sola. A partir de esto se decide diseñar un filtro de lecho mixto de antracita y arena.

- **Características de los materiales del lecho múltiple**

Arena

La arena que se usa en los filtros rápidos es de menos de 2 mm de diámetro y está compuesta de material silíceo con una dureza de 7 en la escala de Mohs y un peso específico menor de 2 (Arboleda 2000).

Antracita

La antracita debe tener una dureza de 2.7 o mayor en la escala de Mohs y su peso específico no debe ser menor de 1.4. El contenido de carbón libre no debe ser menor del 85% del peso. La antracita se usa en tamaños efectivos entre 0.6 y 1.4mm. Para los lechos múltiples se utiliza más comúnmente un tamaño efectivo entre 0.8 y 1.4 mm (Arboleda 2000).

- **Tamaño y peso específico del grano**

Los medios con los que se trabajan son: 0.8 a 1.4 mm tamaño efectivo (TE) de antracita (peso específico 1.4 – 1.55) sobre 0.45 a 0.6 mm de arena (peso específico 2.6 – 2.65). Más frecuentemente 0.8 a 1 mm (TE) de antracita sobre 0.5 – 0.6 mm de arena. Cuanto mayor sea el tamaño de la antracita, mayor tendencia habrá de obtener efluentes de baja calidad (Arboleda 2000). Existen varias combinaciones de los tamaños efectivos de antracita y arena, que se comportan bien con el lavado y producen una adecuada intermezcla. Teniendo en cuenta estas combinaciones y los datos mencionados anteriormente, se decide trabajar con un tamaño efectivo de 0.9 mm de antracita y 0.55 de arena (Arboleda, Tomo II, 2000).

- **Espesor de cada lecho**

Los estudios muestran que a medida que se aumenta la proporción de antracita y se disminuye la de arena, la pérdida de carga en el filtro, para la misma longitud de carrera, decrece proporcionalmente. Esto se debe a que la antracita tiene una mayor porosidad que la arena, lo que permite filtrar con menor pérdida de carga inicial, y retener una mayor cantidad de floc en los poros (Arboleda, Tomo II, 2000). Los estudios realizados por la asociación para la Investigación sobre el Agua en Inglaterra (WRA) muestran como un lecho de antracita comercial colocado sobre un lecho de arena la pérdida es menor, sin embargo, a partir de 60% de volumen de antracita, la velocidad con que se produce la pérdida disminuye (Arboleda, Tomo II, 2000). Por este motivo, en lechos convencionales mezclados, no resulte económico hacer la profundidad de la antracita mayor del 60% del volumen total. A partir de este análisis, se realizara el diseño con un volumen de antracita del 60% y de arena del 40%.

- **Soporte del lecho inferior.**

Para el soporte de filtros se puede aplicar un lecho de grava, que evita que este se escape por los drenes ó un sistema de drenaje con orificios menores a 1 mm. Para este filtro se decidió trabajar con los sistemas de drenajes menores a 1 mm, que pueden ser boquillas o placas porosas.

- **Dimensiones del equipo.**

Para el cálculo de las dimensiones del equipo, primero se calculo la carga superficial de acuerdo con los parámetros establecidos para un filtro rápido con

lecho mixto (Tabla 4. 1). De acuerdo al caudal y el área superficial podemos calcular la carga superficial especificada para este tipo de filtros. Seleccionando un largo de 0.8 m y ancho de 0.8 m, para una rea superficial de 0.64 m², la carga superficial para un caudal de 1.83 L/s (158.112m³/día) es:

$$Carga\ superficial = \frac{158.112\ m^3/dia}{0.64m^2}$$

$$Carga\ superficial = 247.05\ m^3/m^2/dia$$

Como vemos, la carga superficial calculada con el área superficial seleccionada, se encuentra dentro del rango de cargas superficiales especificadas para este tipo de filtros (Tabla 4. 1). Para calcular la profundidad del filtro, depende de la clasificación del filtro. Para filtros mixtos como es el caso, se utiliza:

Arena: (E (tamaño efectivo) = 0.45 a 0.55 mm, profundidad; 0.2 a 0.4 m)

Antracita: (E=0.9 a 1.4 mm, profundidad; 0.3 a 0.55 m)

De acuerdo a estos rangos estándar identificados en la literatura (Arboleda 2000) y teniendo en cuenta que el porcentaje de antracita con respecto al volumen total se recomienda de 60%, se decide diseñar el equipo con una profundidad total para los lechos de 0.45 m de antracita y 0.3 m de arena. Los filtros generalmente operan con una profundidad de agua sobre el lecho entre 1.5 y 2 m, la altura mínima utilizada es de 0.5 m dependiendo de la pérdida de carga en el recorrido (Ratnakaya, 2009). Suponiendo que la perdida no es tan alta y que mínimo tiene que ser de 0.2 m para estos tipos de filtro (Tabla 4. 1), se decide diseñar el equipo con un profundidad de agua sobre el lecho de 0.8 m. En la Figura 4. 9, se muestra el diseño del equipo.

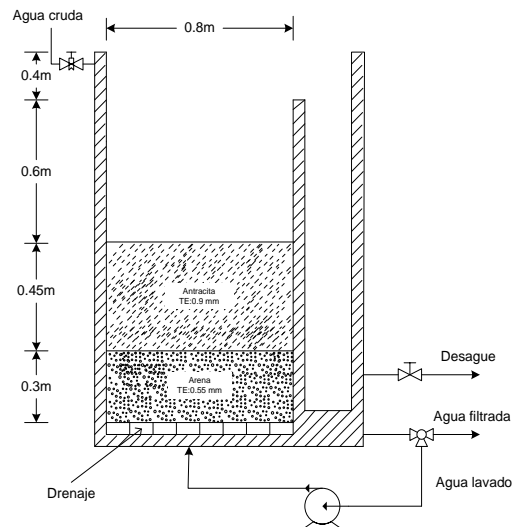


Figura 4. 9 Filtro mixto de antracita y arena

4.6.6 D – 101: Captador parabólico compuesto (CPCs)

Para el diseño del Foto-reactor se tuvieron en cuenta los resultados experimentales descritos para el ensayo solar en el capítulo 3. Para el dimensionamiento de los tubos de vidrio para el equipo de desinfección, se partió del tiempo total para inactivación de coliformes, el flujo y tiempo de residencia de la muestra en el equipo. El tubo de vidrio utilizado en el ensayo solar a escala de laboratorio tenía las siguientes dimensiones:

Diámetro interno: 0.024 m

Longitud: 0.5 m

Volumen del equipo: 226.19 cm³

De acuerdo al flujo utilizado (1.4 ml/s) y el volumen del tubo de vidrio podemos calcular el tiempo de residencia de la muestra en que está en contacto con la radiación solar y el catalizador:

$$\text{Tiempo de residencia} = \frac{\text{Volumen}}{\text{Flujo}} \quad (4.7)$$

$$\text{Tiempo de residencia} = \frac{226.19\text{mL}}{1.4\text{mL/s}} = 161.56 \text{ s}$$

Para mantener la misma proporción de recirculación en el equipo en la etapa de desinfección para el diseño conceptual, se calcula la relación volumen del tanque de alimentación contra volumen del tubo de vidrio en el ensayo a escala de laboratorio:

$$\text{Relacion de volúmenes} = \frac{\text{Volumen de alimentación}}{\text{Volumen de tubo de vidrio}} \quad (4.8)$$

$$\text{Relacion de volúmenes} = \frac{2000\text{mL}}{226.19\text{mL}} = 8.84$$

Esta relación nos indica que el volumen del tanque de alimentación debe ser 8.84 veces mayor que el volumen total de tubos propuestos para el diseño del equipo. Teniendo en cuenta que el área superficial necesaria para la desinfección por medio de fotocátalisis solar requiere gran espacio para el equipo, debido a que necesitan gran cantidad de tubos, se decide construir dos tanques de alimentación, donde uno se utilizará para la recirculación de la muestra en los tubos y el otro para almacenar el agua proveniente del tratamiento primario, con la finalidad de obtener un sistema de tratamiento de manera continua. Con la construcción de estos dos tanques podemos garantizar que todo el proceso es continuo y se disminuye el área necesaria para la instalación de los tubos de vidrio para el equipo de desinfección. Se seleccionaron tubos de borosilicato de 10 cm de diámetro interno con una longitud de 3 m, acoplados por codos en las partes

superior e inferior para determinar la trayectoria del agua por todo el equipo. En la Figura 4. 10, se muestra los tubos con su captador parabólico correspondiente.



Figura 4. 10 Tubo de boro silicato con su CPC

Determinadas las dimensiones de los tubos, se calcula el numero de tubos necesarios que cumplan con la capacidad de agua que se tratará para la desinfección. Para un caudal de 1.83L/s (caudal de diseño) y teniendo en cuenta que el tiempo necesario para la desinfección es de 90 minutos (capitulo 2), se pueden calcular los tanques de alimentación y los numero de tubos de acuerdo con la relación de volúmenes calculados anteriormente. Para el caudal de diseño, transcurridos los 90 minutos, el volumen de agua a tratar es de 9882 L. A partir de este volumen se diseñan los tanques de alimentación y almacenamiento, cada uno con un volumen de 4941 L (mitad del volumen total de agua) con el propósito de cumplir con el volumen total. Con la relación de volúmenes (8.84), se calcula el volumen total de agua que deben pasar por los tubos. Teniendo en cuenta que la capacidad de los tubos es de 23.56 L y que el volumen total de los tubos es de 617.625 L (mitad del volumen total/8.84), el numero de tubos necesarios son de 23.72, aproximados a 24 tubos. En la Figura 4. 11, se muestra un esquema del diseño del equipo.

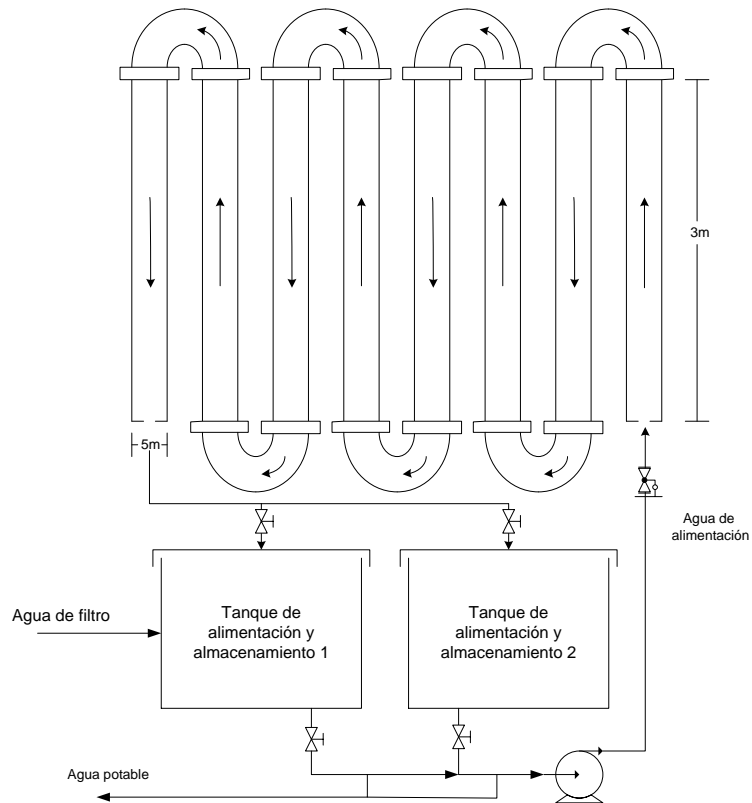


Figura 4. 11 Diseño del foto-reactor.

Se debe tener en cuenta que la plataforma de los tubos tiene que estar inclinada 6° , que corresponde a la latitud de Medellín.

4.7 DISTRIBUCIÓN DE LA PLANTA

En la Figura 4. 12, se muestra la distribución de la planta de acuerdo a las dimensiones de los equipos ya mencionados.

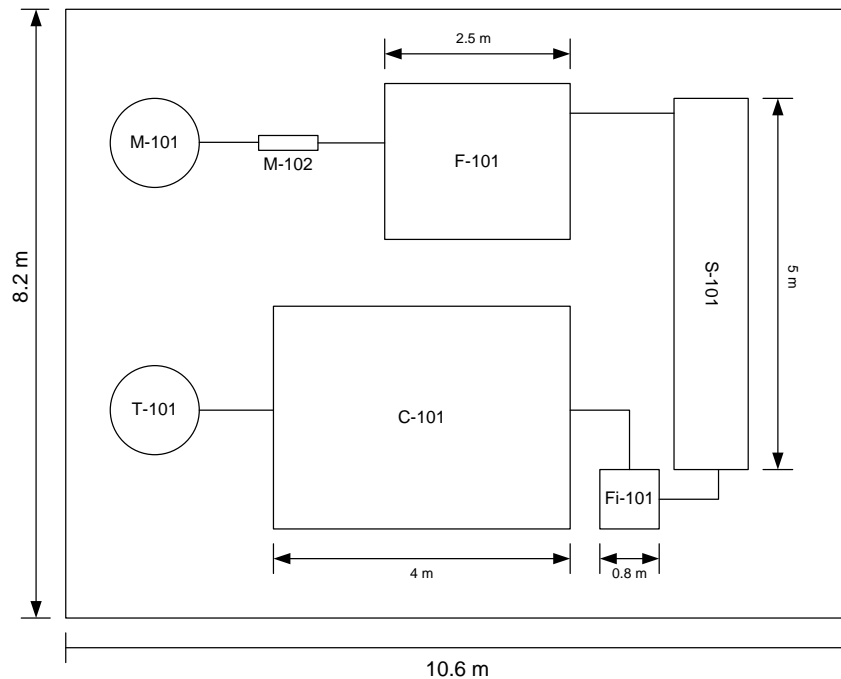


Figura 4. 12 Distribución de la planta

4.8 COSTOS

4.8.1 Costos de equipos e instalación

Para las etapas de coagulación, sedimentación y filtración se decidió cotizar con una empresa encargada del diseño y construcción de plantas de potabilización. El tipo de planta seleccionada para este tratamiento fue por caída de presión con un costo de \$21'000.000, que incluye la instalación y puesta en marcha del proceso. Para el proceso de desinfección, se cotizaron los tubos de vidrios, las laminas de acero brillante, los tanques y la bomba para la recirculación. Los tubos cotizado son de borosilicato 3.3, con diámetro interno de 10 cm y longitud de 3 m. Para cada tubo del equipo de desinfección diseñado, se necesita aproximadamente láminas de 3 m de largo y 1 m de ancho. En la Tabla 4. 2 se muestran los costos de cada uno de los materiales necesarios.

Tabla 4. 2 Costos de los materiales del CPCs

Material	Costo unitario	Cantidad	Costo total
Tubos de vidrio	\$472.000	24	\$11'328.000
CPC	\$27.000/m ²	72	\$1'944.000
Tanque	\$2'300.000/unid	2	\$4'600.000
Bomba	\$730.000/unid	1	\$730.000
Tubería CPVC	\$48.000/m ²	10	\$ 480.000

Válvula de bola	\$40.000/unid	2	\$ 80.000
Termómetro de caratula	\$115.000/unid	2	\$ 230.000
Soporte	\$1'000.000/unid	1	\$1'000.000
Total			\$20'392.000

4.8.2 Costos de insumos

Para el proceso de potabilización se requieren los siguientes insumos:

Sulfato de aluminio tipo B: 870 \$/Kg. Teniendo en cuenta el flujo másico registrado en el diagrama de bloques (0.3 Kg/h) se calculo la cantidad de sulfato de aluminio necesaria para un mes. Dióxido de titanio Degussa P-25: 14.900 \$/Kg. Partiendo que la concentración de TiO₂ es 4.67 mg/g de perlas, se calculó el consumo de TiO₂, considerando cambio del lecho mensual, de acuerdo a los experimentos donde se evaluó el reuso del catalizador. La cantidad de TiO₂ requerida para la elaboración del lecho es de 0.52 Kg/mes. El precio del H₂O₂ a una concentración del 50% es de \$1.607/Kg. Se calculo el costo mensual teniendo en cuenta la cantidad requerida para la desinfección, la cual corresponde a 0.197 Kg/h. En la Tabla 4. 3 se muestran los costos totales de insumo.

Tabla 4. 3 Costos de insumos.

INSUMO	VALOR (\$/mes)
Dióxido de titanio	23.840
Sulfato de Aluminio	62.640
Peróxido de hidrogeno	455.828
TOTAL	542.308

4.8.3 Costos de operación

Los costos de operación corresponden a los costos de la mano de obra directa y el costo de energía para el funcionamiento de los equipos. Para los costos de operación, se trabajara con un solo operario para un turno en el día, encargado del funcionamiento de la planta, mantenimiento de los equipos y lavado de filtro. El valor a pagar será un salario mínimo vigente con algunas prestaciones legales. En la Tabla 4. 4, se especifica el valor total a pagar al empleado.

Tabla 4. 4 Costo de operación empleado

DESCRIPCION	VALOR (\$/mes)	ARTÍCULO
SMLV	566.700	Articulo 145 C.S.T.
Auxilio de transporte	67.800	Articulo 145 C.S.T.

Cesantías	52.875	Art. 249 C.S.T
Prima de servicios	52.875	Art. 306 C.S.T
Salud	48.200	Ley 1122 del 2007 Art. 10
TOTAL	788.450	

Los equipos de la planta que necesitan energía para su funcionamiento son: el floculador y la bomba para la recirculación de agua en el equipo de desinfección. La potencia requerida por el floculador es de 0.4 KW. Teniendo en cuenta que el costo de la energía es de 286.91\$/kW-h se calcula el costo mensual necesario para el floculador, para un consumo diario de 8 horas. Para la bomba de recirculación en el equipo de desinfección, se cotizo una bomba centrífuga con un caudal de 35 L/min, con un consumo de 370 W (0.5 Hp). Igual que para el floculador, se tiene el mismo costo de energía y las mismas horas de operación. Teniendo los datos para calcular los costos en el floculador y la bomba, se ilustra en la Tabla 4. 5 los costos totales de operación.

Tabla 4. 5 Costos de operación.

DESCRIPCIÓN	VALOR (\$/mes)
Sueldo empleado	788.440
Floculador	27.543
Bomba	25.477
TOTAL	841.460

4.8.4 Costos indirectos

Estos costos representan principalmente costos de transporte para el abastecimiento de algunos materiales requeridos para la operación o el funcionamiento de la planta. Por concepto de costos indirectos se fija presupuesto de \$100.000 pesos mensuales.

4.8.5 Costos totales

Los costos totales mensuales corresponden a la suma de los costos de equipos e instalación, costos de insumos, costos de operación y costos indirectos. Para el costo de los equipos e instalación se utilizó el método de depreciación por línea recta (ecuación 4.9). Se supone un valor de desecho de cero y una vida útil de la planta de 25 años (Turton *et al.*, 2003)

$$Depreciación = \frac{Costo - Valor desecho}{Vida Útil} \quad (4.9)$$

Se presenta en la Tabla 4. 6 los costos totales mensuales:

Tabla 4. 6 Costos totales mensuales

Costos	Valor (\$)
Equipo e instalación	137.996
Insumos	542.308
Operación	841.460
Indirectos	100.000
TOTAL	1'621.764

La Figura 4. 13, muestra el porcentaje de cada ítem en el costo total. Vemos que el costo más alto corresponde al costo de operación.

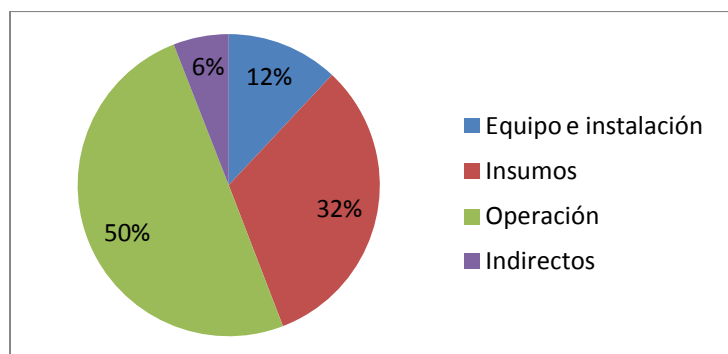


Figura 4. 13 Porcentajes de cada ítem.

En la tabla 4.7 se muestra un resumen del costo total de la planta.

Tabla 4. 7 Resumen costo total de la inversión

Costo	Valor
Equipos e instalación (\$)	41.390.000
Costos fijos: (\$/mes)	1.383.768
Insumos	542.308
Operación	841.460
Costos variables: (\$/mes)	100.000
Indirectos	100.000
Costo de la inversión	44.357.356

4.9 CONCLUSIONES

Se realizó el diseño conceptual de la planta de potabilización de agua partiendo de un caudal de diseño de 1.83 L/s, dato registrado de un estudio donde se hizo el

diseño conceptual para la vereda Graciano. Con el caudal de diseño se efectuó el dimensionamiento del equipo y el diseño de toda la planta, diseñada a partir de un proceso continuo. Para el tratamiento primario, que incluyen las etapas de mezclado rápido del coagulante, floculación, sedimentación y filtración, se seleccionaron los equipos de mezclador estático, floculador de paletas giratorias, sedimentador rectangular convencional y filtro de lecho mixto de antracita y arena, respectivamente. Para el proceso de desinfección de coliformes fecales y totales, se diseñó un sistema de captadores parabólicos compuestos, con dos tanques de alimentación, que funcionan también para recirculación del agua en el equipo y permiten que el área requerida para la construcción del equipo sea menor, cumpliendo con el proceso continuo diseñado en el tratamiento primario. Los costos totales para el diseño de la planta están compuestos por los costos de equipos e instalación, costos de insumos, costos de operación y costos indirectos. El costo más representativo fue el costo de operación con un 50% sobre el costo total mensual de \$1'685.775.

4.10 BIBLIOGRAFÍA

Arboleda, Valencia Jorge. *Teoría y práctica de la purificación del agua*. Tercera Edición. Vol. 1. Bogota: Mc Graw Hill, 2000.

Medina, Arroyave Jose David. «Diseño conceptual de una planta de potabilización para una población rural antioqueña.» Tesis de grado, Ingeniería de procesos, Universidad Eafit, Medellín, 2011.

«Ministerio de Hacienda y Crédito Público. Inversiones en Agua.» <http://www.eclac.org/drni/noticias/noticias/3/39973/IrmaGuevaraFajardo.pdf> (último acceso: 12 de Marzo de 2012).

PLATAFORMA SOLAR DE ALMERIA. *Instalaciones de detoxificación y desinfección solar*. <http://www.psa.es/webesp/instalaciones/quimica.php> (último acceso: 18 de 07 de 2012).

Ratnayaka D, Brandt J., Johnson M. *Twort's Water Supply*. Sexta edición. Gran Bretaña: Editorial Elsevier, 2009.

REGLAMENTO TÉCNICO DEL SECTOR DEL AGUA POTABLE Y SANEAMIENTO BÁSICO - RAS. «Ministerio de Desarrollo Económico, Dirección de Agua Potable y Saneamiento Básico.» Bogotá, 2000.

Romero, Rojas jairo alberto. *Purificación del agua*. Bogota: Escuela Colombiana de Ingeniería, 2000.

Turton Richard, Bailie Richard C, Whiting Wallace B, Shaeiwitz Joseph A. (2003).. 2ª edición. *Analysis, Synthesis and Design of Chemical Processes*. Segunda edición. 2003.

5.1 CONCLUSIONES GENERALES.

- 5.1.1 Los foto-reactores contruidos de lecho fluidizado y lecho fijo utilizando TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio y piedra pómez, respectivamente, operaron eficientemente para el tratamiento de agua natural de la quebrada la Volcana.
- 5.1.2 Por un diseño de experimentos preliminar donde se evaluaron algunos factores: aire, TiO_2 , H_2O_2 , Fe^{3+} y radiación UV, encontramos que los valores más significativos en la inactivación de coliformes fueron el TiO_2 , H_2O_2 y la radiación UV.
- 5.1.3 Se encontró que la inmovilización de TiO_2 en alginato de calcio y piedra pómez fue exitosa, debido a que en los análisis de microscopia electrónica de barrido (SEM) y en la espectrometría de fluorescencia de rayos x (XRF) el TiO_2 estaba fijado correctamente en estos sustratos.
- 5.1.4 De acuerdo al diseño de experimentos Box-Benhken, las condiciones de operación óptimas del proceso de desinfección para el sistema trabajado con TiO_2 inmovilizado en alginato de calcio fueron: 0.2 g/L de TiO_2 , 30 mg/L de H_2O_2 y 310 nm de radiación UV y para el sistema con TiO_2 inmovilizado en piedra pómez fueron: 0.89 g/L de TiO_2 , 19.8 mg/L de H_2O_2 y 310 nm de radiación UV.
- 5.1.5 Se concluyó que el mejor soporte para inmovilizar el TiO_2 es el alginato de calcio, debido a que la inactivación total de coliformes se dio en un tiempo menor que para los ensayos utilizando piedra pómez.
- 5.1.6 Utilizando las condiciones óptimas encontradas en el diseño de experimentos, el captador parabólico compuesto (CPCs) construido, trabajado con radiación solar, mostró ser eficiente, alcanzando una inactivación total de coliformes para una energía UV acumulada de 2 kJ/L aproximadamente.
- 5.1.7 A partir del diseño conceptual realizado de la planta de potabilización, incluyendo los costos de equipos e instalación, insumos, operación e indirectos, se obtuvo un costo total de la inversión de \$44.357.356.