

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO
ESCUELA DE POSGRADO
UNIDAD DE POSGRADO DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

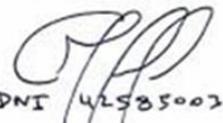


**“DEGRADACION DEL COLORANTE AZORRUBINA E-122 MEDIANTE UN
SISTEMA COMBINADO DE RADIACION ULTRA VIOLETA Y DIOXIDO DE
TITANIO A PARTIR DE UNA SOLUCIÓN MODELO”**

**TESIS PARA OPTAR EL GRADO ACADÉMICO DE
MAESTRO EN INGENIERIA QUIMICA**

ERNESTO APUMAITA YAULES

CARLOS MARTÍN MIRES LOPEZ


DNI 40426552

DNI 42585002


CALLAO, 2021

PERÚ

HOJA DE REFERENCIA DEL JURADO Y APROBACIÓN

La presente tesis fue sustentada por el señor bachiller ERNESTO APUMAITA YAULES y el señor bachiller CARLOS MARTÍN MIRES LOPEZ, ante el JURADO DE SUSTENTACION DE TESIS conformado por los siguientes Profesores Ordinarios:

Dr. LUIS AMÉRICO CARRASCO VENEGAS	PRESIDENTE
Dr. JUAN ÓSCAR RODRIGUEZ TARANCO	SECRETARIO
Mg. PABLO BELIZARIO DIAZ BRAVO	VOCAL
Mg. CARLOS ERNESTO ÁNGELES QUEIROLO	VOCAL
Dr. JUAN TAUMATURGO MEDINA COLLANA	ASESOR

Tal como está asentado em la Acta N°020, libro N°01, de fecha 19 de diciembre del año 2021, para obtener el grado Académico de maestro en Gerencia de la Calidad y Desarrollo Humano de conformidad con lo establecido por el Reglamento de Grados y Títulos aprobado con Resolución de Consejo Universitario N°245-2018-CU de fecha 30 de octubre de 2018

DEDICATORIA

Esta tesis la dedicamos a Dios, a nuestros padres y madres que desde el cielo nos guían, a nuestras hijas, a la Universidad Nacional del Callao, Facultad de Ingeniería Química y a toda la comunidad científica que viene buscando soluciones tecnológicas para convivir en un mundo con un ambiente cada vez más limpio y libre de contaminantes que afectan nuestra existencia.

AGRADECIMIENTO

Los autores, agradecemos a la Universidad Nacional del Callao a través de todos los integrantes docentes por el apoyo incondicional, asimismo a nuestro asesor Dr. Juan Taumaturgo MEDINA COLLANA por su asesoramiento constante para la realización de esta tesis que sin ello hubiese sido dificultoso. Nuestro reconocimiento a la Facultad de Ingeniería Química de la UNAC por los servicios brindados, mediante el curso taller de tesis y todo el personal integrante que cumplieron sus funciones, quienes formaron parte también de esta gran travesía.

INDICE

TABLAS DE CONTENIDO.....	3
RESUMEN.....	6
ABSTRACT.....	7
INTRODUCCIÓN.....	8
I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	10
1.1 Descripción de la realidad problemática.....	10
1.2 Formulación del problema.....	10
1.2.1 Problema general.....	11
1.2.2 Problemas específicos.....	11
1.3 Objetivos.....	11
1.3.1 Objetivo general.....	11
1.3.2 Objetivos específicos.....	12
1.4 Limitantes de la investigación.....	12
II. MARCO TEORICO.....	13
2.1 Antecedentes.....	13
2.1.1 Internacionales.....	13
2.1.2 Nacionales.....	13
2.2 Bases teóricas.....	16
2.3 Conceptual.....	19
2.4 Definición de términos básicos.....	30
III. HIPÓTESIS Y VARIABLES.....	31
3.1 Hipótesis.....	31
3.1.1 Hipótesis general.....	31
3.1.2 Hipótesis específicas.....	31
3.2 Definición conceptual de variables.....	31
3.2.1 Operacionalización de variables.....	33
IV. DISEÑO METODOLÓGICO.....	34
4.1 Tipo y diseño de la investigación.....	34
4.1.1 Tipo de la investigación.....	34
4.1.2 Diseño de la investigación.....	34
4.2 Método de investigación.....	36

4.3 Población y muestra.....	36
4.4 Lugar de estudio y periodo desarrollado	36
4.5 Técnicas e instrumentos para la recolección de la información	36
4.6 Análisis y procedimientos de datos	36
V. RESULTADOS	38
5.1 Resultados descriptivos	38
5.1.1 Determinación de la longitud de onda del colorante	38
5.1.2 Obtención de la curva de calibración del colorante azorrubina	40
5.1.3 Cinética de reacción de degradación de la azorrubina con fotocatalizador ...	41
5.2 Resultados inferenciales	48
VI. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	49
6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados	49
6.2 Contrastación de los resultados con otros estudios similares.....	49
6.3 Responsabilidad ética	50
CONCLUSIONES	51
RECOMENDACIONES	52
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	53
ANEXOS	58

TABLAS DE CONTENIDO

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Variables de investigación.....	33
Tabla 2. Factores y niveles de experimentación	35
Tabla 3. Matriz de experimentación	37
Tabla 4. Concentración y % de degradación de la azorrubina en función del tiempo de reacción, utilizando 15 ppm de catalizador.....	42
Tabla 5. Concentración y % de degradación de la Azorrubina en función del tiempo de reacción, utilizando 20ppm de catalizador.....	44
Tabla 6. Concentración y % de degradación de la Azorrubina en función del tiempo de reacción, utilizando 30ppm de catalizador.....	46
Tabla 7. Análisis de ANOVA	48

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura química de la azorrubina	16
Figura 2. Estructura química del dióxido de titanio.	17
Figura 3. Clasificación de las tecnologías de oxidación avanzada	24
Figura 4. Esquema de formación del par redox en una partícula del semiconductor.....	27
Figura 5. Diseño de experimentación (DOE).	35
Figura 6. Equipo instrumental UV-VIS Spectrophotometer, marca Shimadzu, modelo UV-1900	38
Figura 7. Espectro de absorción del colorante azorrubina E - 122	39
Figura 8. Muestras de 2, 5, y 10 mg de colorante azorrubina E – 122 en solución acuosa con agua ultra pura.....	39
Figura 9. Curva de calibración, la absorbancia en función de la concentración del colorante sin fotocatalizador.....	40
Figura 10. Efecto de la concentración del catalizador (15ppm) respecto a la concentración del colorante en función del tiempo.	43
Figura 11. Gráfica de $\ln(C_0/C)$ en función del tiempo, a concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, utilizando 15ppm de catalizador.	43
Figura 12. Efecto de la concentración del catalizador (20ppm) respecto a la concentración del colorante en función del tiempo.	45
Figura 13. Gráfica de $\ln(C_0/C)$ en función del tiempo, a concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, utilizando 20ppm de catalizador.	45

Figura 14. Efecto de la concentración del catalizador (30ppm) respecto a la concentración del colorante en función del tiempo.47

Figura 15. Gráfica de $\ln(C_0/C)$ en función del tiempo, a concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, utilizando 30ppm de catalizador.47

Figura 16. Efectos de los factores con respecto al porcentaje de remoción. 48

RESUMEN

El consumo constante de alimentos que contienen azorrubina E - 122 afecta a la salud causando entre ellos, cambios en los estados de ánimo, hiperactividad, ansiedad y trastornos del sueño; las industrias alimentarias que usan este tipo de colorantes emiten efluentes con perjuicio del ecosistema por lo que requieren ser tratadas antes que puedan ser vertidas al ambiente. La fotocatalisis heterogénea ha mostrado una creciente atención como una alternativa interesante a tecnologías convencionalmente utilizadas para este fin. En este trabajo de investigación, se realizó la degradación de una solución modelo de colorante azorrubina E - 122 mediante radiación ultravioleta y dióxido de titanio como catalizador. El experimento se llevó a cabo mediante un diseño factorial de dos factores a tres niveles de cada factor, concentración de colorante (2 ppm, 10 ppm y 20 ppm) y concentración del catalizador (15 ppm, 20 ppm y 30ppm) durante 360 minutos de operación, la degradación de la concentración del colorante fue analizada mediante un espectrofotómetro UV - Visible. Los resultados indican que el dióxido de titanio es un excelente fotocatalizador para la degradación de la azorrubina, combinado con la radiación ultravioleta logran una degradación del 87 % en promedio al cabo de 360 minutos, asimismo se logró una remoción máxima a 2ppm de colorante con 30ppm de catalizador de 96.5%; y un mínimo de 51 % para una muestra 10ppm de colorante con 15ppm de catalizador. La cinética de la reacción es de primer orden con una constante de velocidad promedio de $0.96 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, demostrando que la fotocatalisis heterogénea combinado con la radiación ultravioleta es un método eficaz para la degradación del colorante azorrubina E-122.

Palabras claves: Azorrubina, Luz UV, dióxido de titanio.

ABSTRACT

The constant consumption of foods containing E-122 azorubine, affects health causing among them, mood swings, hyperactivity, anxiety and sleep disorders; food industries that use these types of colorants emit effluents that damage the ecosystem, so they need to be treated before they can be discharged into the environment. Heterogeneous photocatalysis has shown increasing attention as an interesting alternative to conventionally used technologies for this purpose. In this research work, the degradation of a model solution of azorubine dye E-122 was carried out using ultraviolet radiation and titanium dioxide as a catalyst. The experiment was carried out using a two-factor factorial design at three levels of each factor, dye concentration (2 ppm, 10 ppm and 20 ppm) and catalyst concentration (15 ppm, 20 ppm and 30 ppm) for 360 In running minutes, the degradation of the dye concentration was analyzed by a UV-Visible spectrophotometer. The results indicate that titanium dioxide is an excellent photocatalyst for the degradation of azorubine, combined with ultraviolet radiation, achieving a degradation of 87% on average at 360 minutes, as well as a maximum removal at 2ppm of dye with 30ppm of catalyst at 96.5%; and a minimum of 51% for a 10 ppm dye sample with 15 ppm catalyst. The kinetics of the reaction is of the first order with an average rate constant of $0.96 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, demonstrating that heterogeneous photocatalysis combined with ultraviolet radiation is an effective method for the degradation of the E-122 azorubine dye.

Keywords: Azorubine, UV Light, Photocatalysis, Titanium Dioxide

INTRODUCCIÓN

Distintos estudios científicos realizados sobre la azorrubina E - 122 a la fecha no han demostrado ningún efecto carcinogénico (Maekawa, et al., 1987). Sin embargo, los efectos negativos de este colorante en la salud son controvertidos. En 1959 se describió por primera vez un cuadro de urticaria debido a la azorrubina E - 122 presentándose posteriormente más casos de urticaria, lesiones purpúricas, anafilaxia y en general intolerancia debidos a este y otros colorantes azoicos. Un estudio de mercado comprobó que productos con colorantes rojos, como Sporade, Gatorade, Kola inglesa, entre otros, contienen el peligroso colorante de la azorrubina E - 122, principal aditivo de las bebidas rojas, por ello su presencia en los efluentes líquidos es inevitable agudizando de esta forma el impacto visual y por lo tanto el malestar social al ser vertidas sin tratamiento alguno en las cuencas receptoras.

En las últimas décadas, se realizaron distintas investigaciones sobre la degradación de la azorrubina E - 122 usando diversas tecnologías de tratamiento de aguas residuales, como son los procesos de oxidación avanzada (AOP's) cuyo objetivo es reducir y/o eliminar compuestos como los colorantes azo. En particular, la fotocatalisis heterogénea ha mostrado cierta atención relevante como una alternativa interesante a tecnologías convencionalmente utilizadas para el tratamiento de aguas contaminadas. Los procesos fotocatalíticos se basan en la irradiación de suspensiones de óxidos semiconductores generalmente dióxido de titanio, en presencia de las especies contaminantes que se quiere degradar. Si los fotones suministrados al sistema tienen la energía adecuada, se origina en el semiconductor una separación de cargas (pares electrón e^- /hueco h^+). Entre otros procesos los huecos pueden dar lugar a la formación de radicales hidroxilos ($^{\circ}OH$), especies de alto poder oxidante capaces de reaccionar con una gran variedad de compuestos orgánicos conduciendo en último término a su completa mineralización. En el proceso fotocatalítico, la oxidación tiene lugar directamente en la superficie de la partícula que se utiliza como catalizador o semiconductor. Si la fuente de

energía es la radiación solar, esta puede interactuar con la materia en un amplio rango de longitudes de onda y con diversos cambios en la estructura de las moléculas. La luz solar, es una energía directa, primaria, abundante y barata que en muchos casos es absorbida por compuestos químicos para producir procesos foto catalíticos (Romero, 1999). Así, la fotocatalisis heterogénea mediada por un catalizador sólido es una alternativa atractiva para el tratamiento de aguas. Distintos autores estudiaron la degradación del colorante azorrubina E - 122 utilizando procesos de oxidación avanzada con dióxido de titanio como catalizador, y lámparas de luz ultravioleta. Algunos, mediante electro oxidación a distintos pH. Otros recurrieron al uso de la radiación UV y peróxido de hidrogeno con distintas concentraciones volumétricas. Los resultados son satisfactorios, logrando inclusive su completa mineralización.

En este trabajo de investigación, el interés es presentar una tecnología limpia para la degradación del colorante azorrubina E - 122 mediante la fotocatalisis solar heterogénea utilizando como catalizador el dióxido de titanio en suspensión. El experimento se realizó a nivel de laboratorio en un reactor tipo batch con agitación, irradiado con luz UV. Las corridas experimentales y los análisis de absorbancia se realizaron en los Laboratorios del Departamento de Ingeniería Forense de la División de Laboratorio de Criminalística Dirección de Criminalística de la Policía Nacional del Perú.

I. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

1.1 Descripción de la realidad problemática

La azorrubina es un colorante artificial ampliamente utilizado en la industria alimentaria, donde se identifica con el código E 122, conocido también como carmoisina, food red 3, rojo 5, colorante fresa; va desde un color rojo al marrón, pertenece a la familia de los colorantes azoicos, que contienen el grupo azo: $-N=N-$. Se presenta en forma de polvo y es soluble en agua, Los siguientes alimentos pueden contener azorrubina:

Postres y dulces: helados, productos de repostería, yogures, caramelos, chicles, gelatinas, mermeladas etc.

Bebidas: bebidas alcohólicas, refrescos, gaseosas, bebidas energéticas e isotónicas.

Condimentos: salsas, ketchup, colorante alimentario rojo.

Los colorantes azoicos se han cuestionado reiteradamente, debido a que muchos colorantes de esta familia han demostrado ser cancerígenos. En pequeñas dosis es un posible causante de hiperactividad en niños. Desde el 2009 en Europa es obligatorio detallar en el etiquetado los efectos negativos que pueden causar en los niños, pero en el Perú no se encuentra legislación vigente al respecto (Couteau y Coiffard, 2010).

La escisión del enlace azo puede conducir a la formación de aminas aromáticas, que son altamente mutagénicas y cancerígenas pueden afectar negativamente a partes de nuestro cuerpo, en particular a los riñones, el cerebro, las vías urinarias, el estómago y el hígado, con diversos efectos secundarios como erupción cutánea, dificultad para respirar, disminución de la hemoglobina en sangre o hiperplasia de las glándulas suprarrenales, etc, (Gadaleta et al., 2016). Los investigadores están diseñando la estrategia para degradar dichos colorantes orgánicos utilizando varios tipos de nanomateriales. Entre estas, las técnicas de fotocatalisis basadas en nanomateriales son prometedoras para la desmineralización de restos

tóxicos; que se deben a su bajo costo, protocolo sencillo y enfoque respetuoso con el medio ambiente (Uyguner et al., 2018).

En esta investigación se propone la instalación de un equipo experimental y su evaluación de los parámetros de operación para alcanzar el mayor grado de remoción del colorante, a partir de una solución acuosa sintética preparada en el laboratorio.

1.1 Formulación del problema

Los colorantes azoicos se consideran como sustancias orgánicas persistentes por su resistencia a la degradación, en el presente trabajo se propone usar un método combinado para acelerar ese proceso.

1.2.1 Problema general

¿En qué medida se degrada la concentración del colorante azorrubina (E 122) mediante un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio a partir de una solución modelo?

1.2.2 Problemas específicos

- ¿Cuáles serán los parámetros de operación más adecuadas del sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio para degradar la concentración del colorante azorrubina?
- ¿Cuál es la expresión cinética de la degradación del colorante azorrubina mediante el sistema combinado de ultravioleta y dióxido de titanio como catalizador?

1.2 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Determinar la degradación de la concentración del colorante (E 122) mediante un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio a partir de una solución modelo.

1.3.2 Objetivos específicos

- Seleccionar los parámetros de operación del sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio como catalizador para degradar la concentración del colorante.
- Determinar la expresión cinética de la degradación del colorante azorrubina mediante el sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio.

1.3 Limitantes de la investigación

- **Teórico**

Los colorantes orgánicos también se consideran como sustancias orgánicas persistentes por su difícil degradación, con el fin de acelerar este proceso se utiliza radiaciones ultravioletas asociados con el catalizador de dióxido de titanio.

- **Temporal**

La presente investigación se realizó experimentalmente en forma progresiva y aplicando el método para acelerar la degradación a través del tiempo por lo que es de tipo longitudinal.

- **Espacial**

La investigación tiene carácter tecnológico sustantivo y experimental, propone alternativas de solución tecnológica en el tratamiento de efluentes líquidos de la industria alimentaria que utilizan como aditivo, el colorante azorrubina.

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Antecedentes:

2.2.1 Internacionales

Ahmed et al. (2018) en su trabajo de investigación, el objetivo fue estimar los efectos de tres parámetros operativos como son: el pH inicial, temperatura y agentes oxidantes (como H₂O₂ y Fe²⁺) sobre la estabilidad del colorante carmoisina alimenticio bajo UV-A / sistema carmoisina / TiO₂. Los experimentos realizados en este trabajo demostraron que el pH inicial óptimo es 9.14 y con un % de eficiencia igual a 90.936 a los 8 min; el estudio de la temperatura se mejoró en esta foto reacción con una energía de activación igual a 7.56 kJ mol⁻¹ de agentes oxidantes a una solución acuosa de tinte de carmoisina se redujo la actividad de decoloración, lo referido a la adición de estos compuestos aumentará la resistencia del colorante carmoisina a la luz.

Chakma et al. (2017) en su trabajo, indica que el estudio ha intentado resaltar las características mecánicas de la decoloración a base de persulfato de tinte textil (Azorrubina) utilizando técnicas sono-híbridas de activación. Tres técnicas de activación: sonólisis, iones Fe²⁺ y luz UVC y sus combinaciones de los mismos, han sido examinados. Se revela que UVC es la técnica de decoloración más eficaz. Se revela que la activación de Fe²⁺ + tiene una interacción adversa con UVC debido a la captación de radicales sulfatos por iones Fe²⁺. La mejor técnica de activación híbrida para la degradación y mineralización de la azorrubina a base de persulfato es UVC + ultrasonido.

Shevale et al. (2017) evaluaron la actividad catalítica de TiO₂-CoFe₂O₄ usando la fotorremediación de azorrubina bajo irradiación de luz visible y mostró la actividad más alta para un compuesto que consta de 95% en peso de TiO₂ y 5% en peso de CoFe₂O₄, las condiciones experimentales optimizadas de fotodegradación para la degradación completa de azorrubina en las muestras comerciales de mermelada-

jalea y la reacción se controló mediante el uso de UV-vis.

Maleza (2018) su trabajo de investigación concluye que la eficiencia del proceso de degradación mediante fotocátalisis empleando TiO_2 irradiado fue: del 87,27% para el irradiado a 20 kGy, 98,09 % para el irradiado con 60 kGy y 99,02 % para el caso sin irradiar. A pesar de que a 60 kGy y sin irradiar se alcanza remociones mayores al 98 %, con el TiO_2 irradiado a 60 kGy el proceso de degradación es más rápido ($k = 0,8844 \text{ s}^{-1}$ para el irradiado, y $k = 0,7216 \text{ s}^{-1}$ para el sin irradiar), en un periodo de fotodegradación de 4 horas. Finalmente, el TiO_2 irradiado con e-beam a 60 kGy, favorece la degradación de los compuestos en la fotocátalisis heterogénea.

López-Vásquez et al. (2016) presentaron la degradación foto catalítica de contaminantes orgánicos presentes en agua residual real de la industria litográfica mediante la utilización de un semiconductor acoplado tipo compuesto de $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ bajo irradiación UV- Visible, el cual fue preparado por el método de impregnación húmeda mediante calcinación a 300°C . La relación 0.25:1.0 a pH 9.0 mostró la mayor actividad foto catalítica con una remoción COT de 47.8% y DQO de 35.2%. Este acople tuvo un ancho de banda de 2.87 eV (rango visible). En comparación con el TiO_2 , el aumento de la actividad foto catalítica del $\text{Bi}_2\text{O}_3/\text{TiO}_2$ se relacionó con la disminución del tamaño de cristal y a mayor densidad superficial de grupos hidroxilo.

2.1.2 Nacionales

Santiago (2018) en su investigación sobre la fotocátalisis heterogénea ha experimentado una creciente atención en las últimas décadas como una alternativa interesante a tecnologías convencionales empleadas para el tratamiento de aguas. Los procesos foto-catalíticos se basan en la irradiación de suspensiones de óxidos semiconductores en presencia de las especies contaminantes que se quiere degradar. El presente trabajo de investigación plantea la aplicación de los Procesos

de Oxidación Avanzada - POA, utilizando la tecnología de Fotocatálisis Heterogénea. El propósito fue evaluar la eficiencia de nanopartículas de TiO_2 , utilizadas como catalizador, en el proceso de fotocátalisis heterogénea, para la remoción de compuestos fenólicos presentes en aguas residuales.

Chunga (2017) en su tesis concluye que el sistema fotocatalítico aplicado en las aguas residuales reales de una industria textil logró degradar significativamente tanto el color como la turbidez. Este sistema, mediante un Tratamiento con TiO_2 (0,3g.), H_2O_2 (3ml) , con un tiempo de tiempo total de 4 horas, logró degradar la turbidez hasta 0,00 NTU, lo que quiere decir que hace referencia a que todos los materiales en suspensión presentes en este tratamiento, se lograron reducir por completo, así mismo se menciona la reducción del color; las condiciones del tratamiento si influyen en la eficiencia del sistema esto se debe a que el catalizador empleado utilizado, posee una mayor eficiencia cuando es irradiado por UV-A entre los rangos de 311nm a 340 nm, de la misma manera el tratamiento se debe realizar a un pH ácido entre los rangos de 2 – 3, esto debido a que facilita la reacción del FeSO_4 y de TiO_2 .

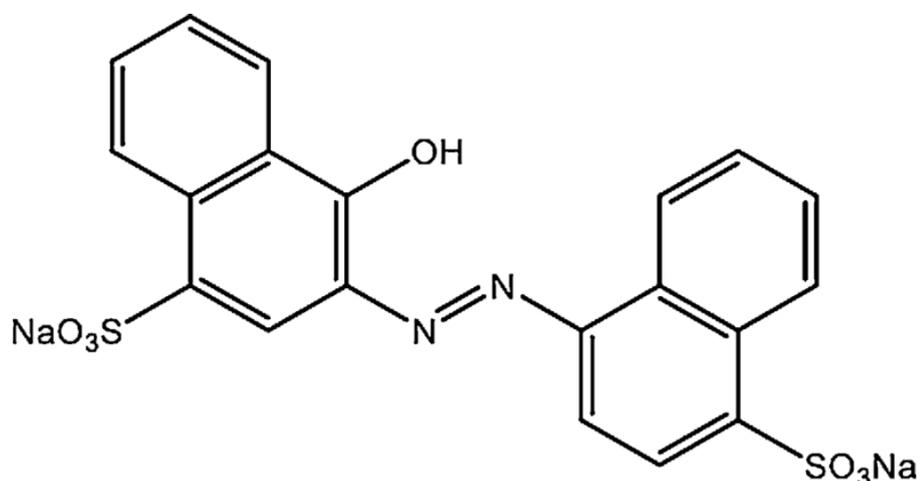
2.2 Bases teóricas

2.2.1 Azorrubina E-122

La azorrubina, también conocida como carmoisina, rojo ácido 14 o rojo alimenticio 3 y comúnmente etiquetada como E-122 como aditivo alimentario, es uno de los colorantes sintéticos más utilizados en la industria de alimentos. Carmoisina ($C_{20}H_{12}N_2Na_2O_7S_2$), es un colorante aniónico, soluble en agua, sulfonado, monoazo que se utiliza en la producción de embutidos y productos de confitería, caramelos, mazapán, dulces, mermeladas, sopas, salsas, bebidas, conservas y una variedad de otros productos alimenticios. Debido a los diversos usos de la carmoisina en el procesamiento de alimentos, la carmoisina se encuentra comúnmente en las aguas residuales de las fábricas de procesamiento de alimentos (Al-Shabib et al. 2020).

Figura 1

Estructura química del colorante azorrubina.



2.2.2 Dióxido de titanio

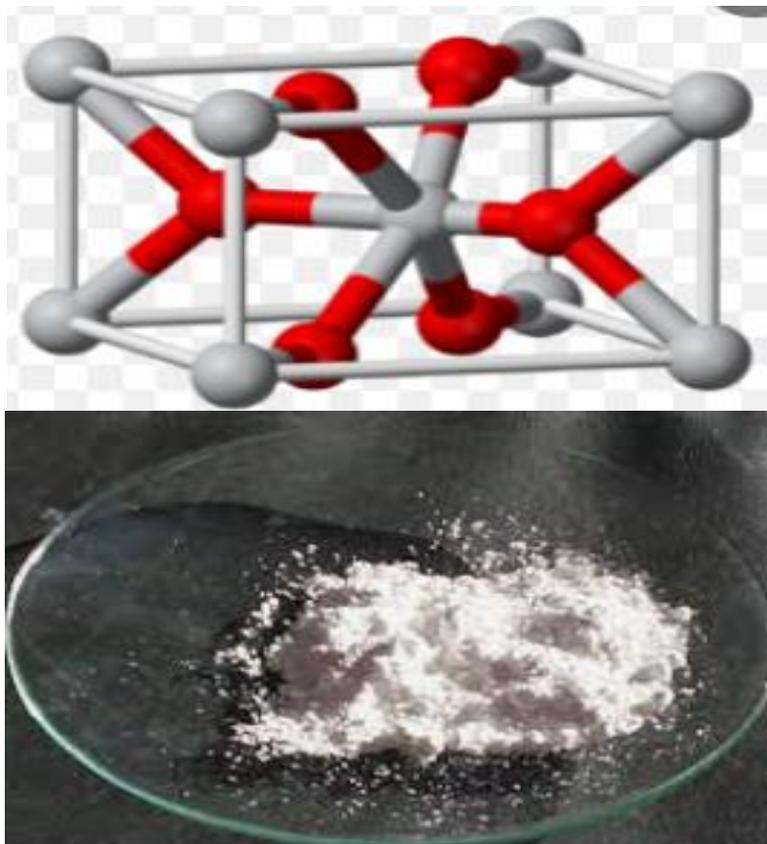
Es un compuesto químico inorgánico, cuya fórmula es TiO_2 de color blanco que se emplea desde hace casi un siglo en una enorme cantidad de productos diversos. han sido empleados en la degradación foto catalítica de compuestos orgánicos, ha sido el dióxido de titanio (TiO_2) el semiconductor que ha recibido mayor

interés en la investigación y desarrollo para su aplicación en fotocatalisis heterogénea. En este sentido, el TiO_2 presenta, entre otras ventajas deseables, un coste moderado o bajo debido a que el titanio es un elemento abundante en la corteza terrestre (0.44 % de la corteza terrestre), por lo que el TiO_2 es utilizado en una gran cantidad de productos como pigmentos, protecciones solares, pinturas, pasta de dentífrica (Chen y Mao, 2007)

Asimismo, presenta una actividad fotocatalítica relativamente alta, estabilidad frente a la foto-corrosión (estabilidad fotoquímica), es inerte químicamente y su toxicidad es baja (Fox y Dulay, 1993). Por otro lado, posee el inconveniente de que su anchura de banda prohibida corresponde a la región del espectro electromagnético del ultravioleta cercano, de manera que absorbe sólo una pequeña parte del espectro solar.

Figura 2

Estructura química del dióxido de titanio.



2.2.3 Fotocatálisis Heterogénea

La fotocatálisis heterogénea es un proceso que se basa en la absorción directa o indirecta de energía radiante (visible o UV) por el fotocatalizador heterogéneo, cuando el fotocatalizador se encuentra lo suficientemente excitado, comienzan a darse las reacciones de oxidación entre él y la solución produciendo especies altamente oxidantes como el radical (OH^*), los cuales terminan por destruir o mineralizar los contaminantes significativamente, sin que el fotocatalizador sufra cambios químicos (Doménech et al., 2001).

La fotocatálisis como una alternativa en la depuración de aguas puede ser un proceso adecuado cuando se cumplen las siguientes condiciones (Sánchez et al., 2004).

1. Concentración orgánica máxima de varios cientos de mg/L.

Los procesos de foto-degradación son eficientes cuando la concentración de los contaminantes es media o baja, hasta unos cientos de ppm. de compuestos orgánicos. El límite de este rango varía con la naturaleza de los contaminantes y la fotocatálisis no es normalmente una opción conveniente si las concentraciones superan el valor de 1g/l, a no ser que se realice una dilución previa.

2. Contaminantes no biodegradables.

Los tratamientos biológicos son en general más económicos, pero si los contaminantes no son biodegradables, los procesos fotocatalíticos pueden constituir una alternativa muy valiosa.

3. Contaminantes peligrosos presentes en mezclas de compuestos orgánicos complejos.

Una de las principales ventajas de la fotocatálisis es su escasa o nula selectividad. Si bien el proceso puede usarse para tratar aguas que contienen un único contaminante, sus ventajas aumentan cuando es necesario tratar mezclas complejas.

4. Contaminantes cuyo tratamiento convencional es difícil.

La fotocatalisis es especialmente útil en aquellos casos en los que los métodos convencionales son complejos y/o costosos.

2.3 Conceptual

2.3.1 Colorantes

Los colorantes pueden ser definidos como sustancias químicas que tienen la capacidad de impartirle tintes utilizados para dar color a productos de la industria textil, cosmética y alimentaria, sin verse afectado por factores como luz, agua y jabones. Están conformados por más de un compuesto, y estos tienden a ser aromáticos con sustituyentes nitros, aminos, hidroxilos, entre otros (Singh-Rai et al., 2007).

Clasificación de colorantes de acuerdo con su estructura: Esta clasificación se basa en los grupos cromóforos.

Colorantes Azoicos

Se caracterizan por tener un grupo funcional azo, donde la parte de la molécula del colorante que proporciona la característica de color (grupo cromóforo) es el grupo azo, que consta de dos átomos de nitrógeno unidos a través de un doble enlace (-N=N-), y estos a su vez están unidos a 2 grupos alifáticos o aromáticos (Ordoñez et al., 2006).

De los colorantes disponibles en la actualidad, entre el 50 y el 70% son compuestos aromáticos que presentan en su estructura principalmente un grupo azo o bien un grupo antraquinona.

Colorantes Nitro

El grupo nitro (-NO₂) da principalmente colorantes amarillos, estos derivan de los fenoles. A este grupo pertenece el ácido pícrico obtenido de la nitración del fenol

Colorantes Antraquinónicos

Muchos colorantes antraquinónicos son derivados de compuestos de la antraquinona y otras quinonas afines, estos colorantes tienen gran potencia tintórea, brillantez y fijeza contra el lavado, el cloro, el sudor, la luz y efectos atmosféricos, etc.

Colorantes del Trifenilmetano

Estos colorantes son derivados de hidrocarburos polinucleares aislados, como el trifenilmetano $[(C_6H_5)_3CH]$ al preparar estos colorantes se obtiene una sustancia incolora llamada leuco-base. La síntesis de muchos de los colorantes de esta clase, conduce inicialmente a la formación de un compuesto incoloro, que es llamado leuco-base, del griego leucos que significa blanco. Con un oxidante moderado este leuco base se convierte en colorante. Por ejemplo, los más típicos son la fenolftaleína y la fluoresceína.

La importancia del color en los alimentos

El color representa parte esencial en el desarrollo del hombre en sus diversas manifestaciones sociales, culturales, etc. El color se basa en una serie de procesos físicos, químicos, fisiológicos y psicológicos. Las sensaciones que percibe el hombre cuando observa un objeto lo asocia con los objetos que lo rodean, esto es especialmente evidente en el área alimentaria, donde la relación de color y sabor son muy importantes para que el consumidor adquiera un producto pues con tan solo el hecho de verlo, se sustituirá por otro si no cumple con las propias normas de calidad del consumidor, como el no tener un color homogéneo y consistente, por lo que se busca siempre una apariencia natural (García, 1993, pp 479).

Colorantes a nivel internacional

En 1906 se empleaban 80 colorantes en forma prácticamente ilimitada. Por lo que Bernard Hesse inicia pruebas de seguridad. A partir de esta fecha se inicia una tendencia de mayor control; por ejemplo, la azorrubina E - 122 o amarillo 5 debe presentar como

características: pureza en color 87%, sales volátiles 13%, insolubles 0,2%, otros pigmentos secundarios 1%. Los pigmentos se encuentran disponibles como polvos, pasta, dispersos (óxido de titanio), en forma granular o líquida.

Parra (2004) sostiene que desde 1,906 el congreso de los Estados Unidos aprobó el acta de los alimentos y medicamentos que fue la primera ley del gobierno para regular los colorantes usados como aditivos. Pero no fue sino hasta 1938, cuando la FDA emitió el Acta federal de los colorantes que existían, así como aparecieron las claves FD&C (Food, drugs, cosmetic), D&C, etc. Y luego debido a las audiencias públicas posteriores que se le agregaron números a las claves anteriores, lo cual facilitaba la distinción e identificación de los colorantes. En donde únicamente los colorantes certificados por la FDA pueden traer esta clave de números y letras.

Desde entonces la FDA permanece atenta al control de los colorantes, haciendo pruebas toxicológicas de tal manera que se organiza la seguridad de éstos. En el año de 1992 la FDA certificó 3 millones de libras de colorantes, de las cuales más de un millón de libras fueron del colorante amarillo FD&C No. 5.

Una vez aprobado, los aditivos se añaden a la lista de aditivos permitidos y se le da un número precedido por la letra "E". Por consiguiente, una letra "E" seguida de un número en un etiquetado implica que el aditivo se ha aprobado para su uso en Europa y esto, a su vez, facilita al consumidor su identificación sea cual sea su lengua de origen.

Las Dosis autorizadas son muy variables dependiendo del tipo de aditivo. La OMS determinó la DDMA (Dosis Diaria Máxima Autorizada) para cada uno que suele corresponder a una décima parte de la estimada como tóxica, Parra (2004).

Efectos a la salud humana por la ingesta de los colorantes azo

Se han realizado experimentos con roedores, y estos arrojaron anemias, linfomas y tumores. Además, es un liberador de histamina, y puede intensificar los síntomas del asma. También está implicado en casos de hiperactividad en niños cuando ha sido utilizado en combinación con los benzoatos.

Uno de los estudios que más se ha comentado en los últimos años es el conducido por la Universidad de Southampton del Reino Unido y publicado en The Lancet en el 2007. Este estudio buscaba investigar cómo ciertos aditivos, tanto colorantes como conservadores que se emplean en bebidas, pueden causar hiperactividad en niños de 3 años y 9 años. Debido a los resultados arrojados por este estudio y otros, se ha restringido el uso de estos ingredientes sintéticos en los alimentos en los países de Unión Europea (UE). Para la UE es requisito en el etiquetado, incluir la una leyenda precautoria después del número E que indique que “puede tener efectos negativos en la actividad y atención de los niños”.

Efectos al medio ambiente, la Carmoisina, es un colorante sintético y su degradación es más lenta y complicada, por ende, sus efectos al medio ambiente son directamente nocivos para el agua, es por ello que todas las industrias alimenticias en México que utilicen este tipo de colorante en sus procesos deben tratar sus descargas de agua ya que contienen partículas contaminantes para esta.

Legislación

La Ingesta Diaria Aceptable (IDA) de la Azorrubina según las recomendaciones de la FAO/OMS es de 0 a 4mg/kg de peso corporal. Su uso no está autorizado en los Países Nórdicos, Estados Unidos y Japón. Sin embargo, en la Legislación Mexicana si está autorizada según la COFEPRIS en el “Acuerdo por el que se determinan los aditivos y coadyuvantes en alimentos, bebidas y suplementos alimenticios, su uso y disposiciones sanitarias.

2.3.2 Procesos de Oxidación Avanzada

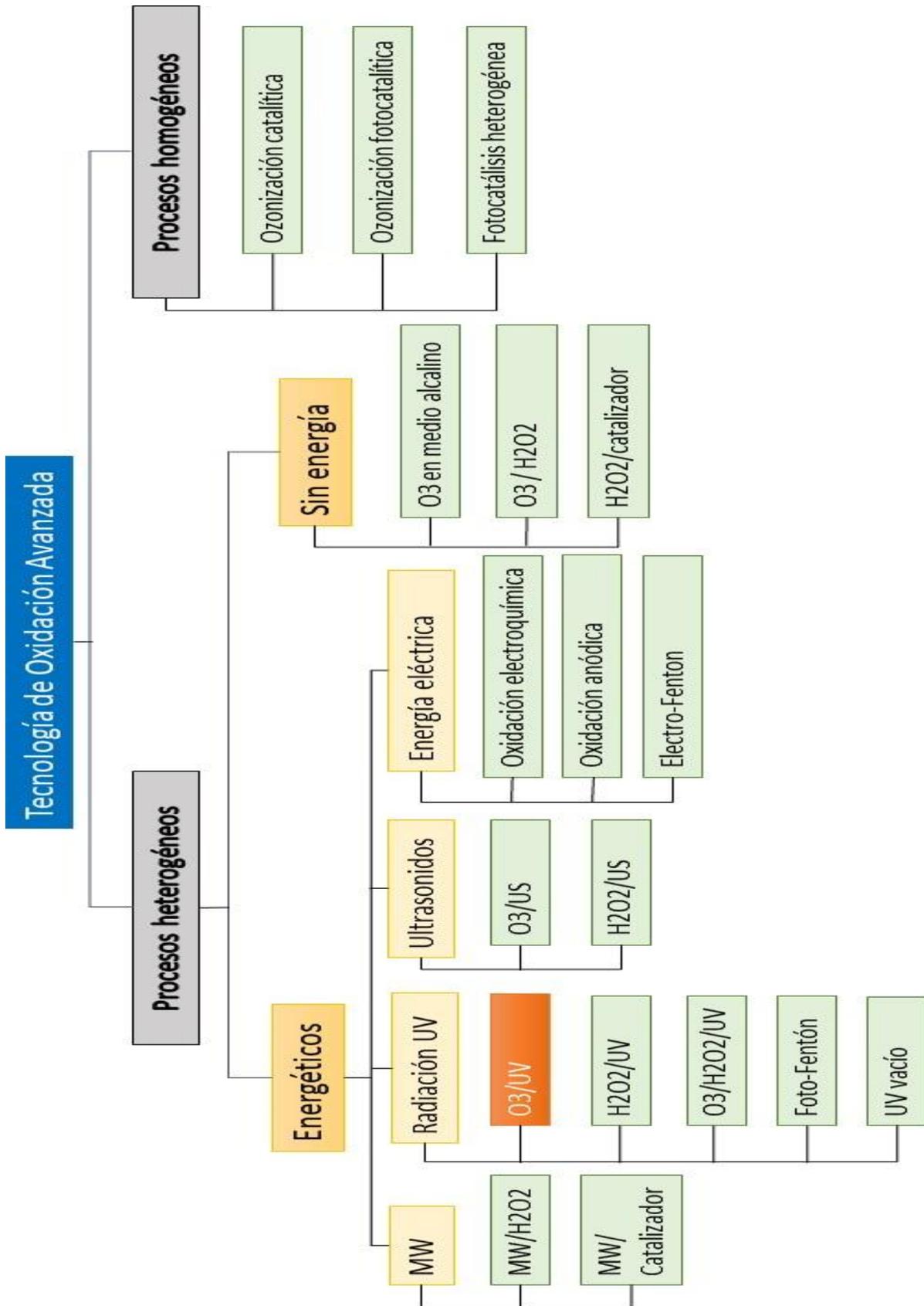
El tratamiento mediante Procesos de Oxidación Avanzada (AOPs), siglas en inglés de Advanced Oxidation Processes) de aguas contaminadas con productos orgánicos tóxicos y/o difícilmente biodegradables se perfila como un método adecuado y con grandes posibilidades de desarrollo a corto plazo. Los AOPs consisten en una oxidación química en condiciones de presión y temperatura ambiente, con la cual se puede llegar hasta la mineralización completa de los contaminantes (Vogelpohl y Kim, 2004). Lo anterior viene representado en la siguiente reacción:



El agente oxidante es un radical denominado hidroxilo ($\cdot OH$), el cual posee una elevadísima capacidad oxidante, es no selectivo y presenta tiempos de reacción muy cortos (Almecija et al., 2010). La versatilidad de los AOPs se debe al hecho de que existen diferentes formas de producir los radicales hidroxilos, siendo el dióxido de titanio mediante fotocatalisis aporta luminosidad sin ser tóxica ni reactiva, se trata del pigmento conocido más blanco y brillante, posee cualidades reflectantes y es capaz tanto de dispersar como de absorber los rayos ultravioletas.

Figura 3

Clasificación de las tecnologías de oxidación avanzada



2.3.3 Procesos de Oxidación Avanzada basado en fotocátalisis heterogénea.

Recientemente, se han realizado grandes esfuerzos para desarrollar sistemas alternativos de tratamiento de agua para descontaminar las aguas residuales (WW) mediante procesos basados en especies reactivas de oxígeno (ROS). Los tratamientos fotocatalíticos que utilizan luz solar han ganado gran atención ya que producen ROS para destruir contaminantes orgánicos y matar microorganismos en agua con muy bajo consumo de energía, la última década, varios artículos han demostrado la capacidad de la fotocátalisis solar para descontaminar y desinfectar el agua contaminada por agentes orgánicos y biológicos. Las aguas residuales deben tratarse antes de su descarga o para su reutilización restringida; Puede contener contaminantes químicos industriales y agrícolas y también una amplia gama de patógenos, es decir, bacterias, virus y hongos. Se han asociado con infecciones diseminadas en humanos que han aumentado recientemente, particularmente en pacientes con condiciones inmunosupresoras subyacentes, como leucemia, cáncer o pacientes con SIDA. Por otro lado, el WW está frecuentemente cargado de *Escherichia coli*, organismo indicador fecal cuya presencia en el agua indica una posible contaminación con otros patógenos entéricos como *Salmonella*, *Shigella* o *Yersinia*, bacterias entéricas que podrían causar enfermedades gastrointestinales que generalmente se presentan con diarrea. Los Procesos Avanzados de Oxidación (AOP) son una buena alternativa a los métodos tradicionales de desinfección que son limitados y tienen algunos inconvenientes. Los AOP se basan en procesos fisicoquímicos que producen potentes especies oxidantes, principalmente hidroxilos radicales (OH), in situ. Fotocátalisis heterogénea con la semi-El conductor TiO_2 es un AOP que se ha utilizado para descontaminar agua que contiene contaminantes peligrosos y para la desinfección de algunos patógenos. La fotocátalisis de TiO_2 en agua utiliza la radiación UVA ($h < 387 \text{ nm}$)

para excitar el fotocatalizador, que en presencia de oxígeno y en contacto con el agua produce los radicales hidroxilos tienen una alta reactividad y por lo tanto una vida media corta. Así, el proceso se verá favorecido cuando el TiO₂ se adsorba sobre (o muy cerca) de la pared celular del microorganismo y esto es inducido por diferentes cargas eléctricas del microorganismo y el catalizador. La acción oxidativa altera los componentes celulares y su funcionalidad, provocando una pérdida de integridad celular, cambiando la permeabilidad y difusión de los componentes celulares al medio, terminando en muerte celular.

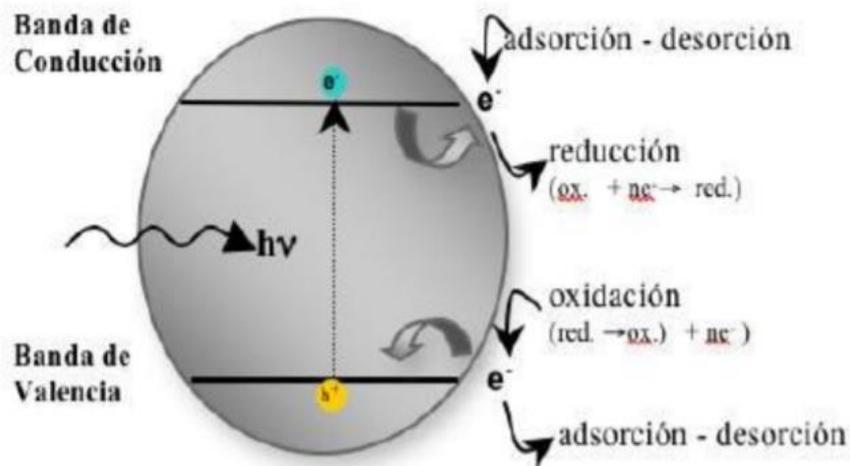
2.3.4 Fotocatálisis.

La fotocatálisis es una reacción fotoquímica que convierte la energía solar en energía química en la superficie de un catalizador o sustrato, consistente en un material semiconductor que acelera la velocidad de reacción. Al igual que la fotosíntesis, la luz solar, es capaz de eliminar CO₂ para generar materia orgánica. El tratamiento mediante Procesos de Oxidación Avanzada (AOPs), siglas en orgánica, la fotocatálisis elimina otros contaminantes habituales en la atmósfera, como son los NO_x, SO_x, COVs (compuestos orgánicos volátiles), CO, metilmercaptano, formaldehído, compuestos orgánicos clorados, compuestos polis aromáticos. En los procesos de oxidación avanzada (AOPs) se utilizan semiconductores para descontaminar aguas con contenido de colorantes. El semiconductor, es un elemento que se comporta como un conductor o como un aislante dependiendo de diversos factores, como por ejemplo el campo eléctrico o magnético, la presión, la radiación que le incide, o la temperatura del ambiente en el que se encuentre. Así, a temperaturas muy bajas actúan como aislantes y a temperaturas muy altas o con un aporte energético externo, actúan como conductores. La eficiencia de los semiconductores depende de la diferencia de energía entre su banda de valencia y su banda de conducción.

Normalmente las bandas de energías se componen de: una banda de valencia; una de conducción y, otra banda interpuesta entre las dos anteriores denominada “banda prohibida”. La función de esta última es impedir o dificultar que los electrones salten desde la banda de valencia hasta la banda de conducción. En el caso de los metales la banda prohibida no existe, por lo que los electrones necesitan poca energía para saltar de una banda a la otra. Si definimos un band gap como la cantidad de energía expresada en eV, que se necesita para que un electrón salte de la banda de valencia a la banda de conducción. Si la energía aportada es igual o superior al band gap, entonces el electrón habrá pasado de la banda de valencia a la banda de conducción, saltando la barrera prohibida. El puesto que deja el electrón liberado como consecuencia de la energía recibida $h\nu$, se comporta como si fuera una nueva partícula libre con una carga positiva y una masa comparable a la del electrón. Esta pseudo partícula recibe el nombre de hueco (Serrano, 2013).

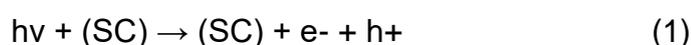
Figura 4

Esquema de formación del par redox en una partícula del semiconductor.

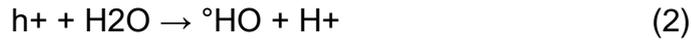


Los mejores semiconductores suelen ser los óxidos metálicos como el TiO₂, TiO₂, ZrO₂ y otros (Rodríguez, 2007). Estos materiales son económicamente asequibles, y pueden excitarse con luz de no muy

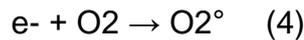
alta energía (< 3.3 eV), absorbiendo parte de la radiación del espectro solar que incide sobre la superficie terrestre ($\lambda > 310$ nm), lo cual incrementa el interés para un posible aprovechamiento de la luz solar. Varios óxidos como el Al_2O_3 , SiO_2 , MgO , TiO_2 ; el TiO_2 no conduce electrones, pero tienen propiedades catalíticas. En estos compuestos existe una gran diferencia entre la banda no conductora o de valencia conocida como band-gap. De los semiconductores indicados el de mejor aceptación por los resultados obtenidos es el dióxido de titanio TiO_2 . Este óxido metálico de transición forma diferentes polimorfos: rutilo, anatasa y brookita, es un semiconductor, normalmente en su fase anatasa y rutilo, se utiliza en reacciones foto catalíticas y foto electroquímicas. Por otro lado, el dióxido de titanio TiO_2 , tiene un “band gap” relativamente amplio de ~3.3 eV a temperatura ambiente por lo que se sugiere utilizar también para los procesos de fotocatalisis. Este semiconductor tiene diversas propiedades favorables, incluyendo buena transparencia, alta movilidad de electrones, amplio rango de energía donde no existen estados electrónicos (band gap), y fuerte luminiscencia a temperatura ambiente. Los procesos foto catalíticos se basan en la irradiación de suspensiones de óxidos semiconductores (SC) generalmente dióxido de titanio, en presencia de las especies contaminantes que se quiere degradar. Si los fotones suministrados al sistema tienen la energía adecuada, se origina en el semiconductor una separación de cargas (pares electrón e^- /hueco h^+). Entre otros procesos los huecos pueden dar lugar a la formación de radicales hidroxilos ($^{\circ}\text{OH}$), especies de alto poder oxidante capaces de reaccionar con una gran variedad de compuestos orgánicos conduciendo en última instancia a su completa mineralización.



En la superficie del semiconductor (SC), los huecos reaccionan tanto con H_2O absorbida (2) como con grupos OH (3) para formar radicales hidroxilos OH° .



Por su parte los electrones en exceso de la banda de conducción reaccionan con el oxígeno molecular para formar radicales superóxido y peróxido de hidrógeno.



Tanto el radical superóxido como el peróxido de hidrógeno generan más radicales hidroxilos mediante las siguientes reacciones:



El radical $\cdot OH$ generado provoca la completa mineralización de muchas sustancias orgánicas RH por captura de hidrógeno y formación de un radical orgánico que puede reaccionar con el oxígeno atmosférico formando peroxiradicales.



Incluso pueden iniciarse reacciones de oxidación en serie que pueden conducir en algunos casos la mineralización completa de los compuestos orgánicos.



Si la fuente de energía es la radiación solar, esta puede interactuar con la materia en un amplio rango de longitudes de onda y con diversos cambios en la estructura de las moléculas. La radiación cerca al espectro visible o ultravioleta (240-700 nm) interactúan con los electrones de las moléculas y estas reacciones son más importantes desde el punto de vista ambiental.

2.4 Definición de términos básicos

- **Fotocatálisis**

La fotocatalisis es una reacción fotoquímica que convierte la energía solar o UV en energía química en la superficie de un catalizador o sustrato, consistente en un material semiconductor que acelera la velocidad de reacción; Al igual que la fotosíntesis la fotocatalisis elimina otros contaminantes habituales en la atmósfera. En los procesos de oxidación avanzada (AOPs) se utilizan semiconductores para descontaminar aguas con contenido de colorantes.

- **Procesos de Oxidación Avanzada (AOPs)**

Sus siglas en inglés Advanced Oxidation Processes (AOPs) consisten en una oxidación química en condiciones de presión y temperatura ambiente, con la cual se puede llegar hasta la mineralización completa de los contaminantes.

- **Azorrubina E-122**

Es un colorante artificial ampliamente utilizado en la industria alimentaria, su característica principal es proporcionar la tonalidad de color rojo en alimentos industrializados y es soluble en agua. Se puede encontrar en postres, dulces, helados, etc; en bebidas alcohólicas, refrescos, gaseosas, néctares y condimentos salsas.

- **Dióxido de Titanio (TiO₂)**

Es un compuesto químico inorgánico, cuya fórmula es TiO₂ de color blanco que se emplea desde hace casi un siglo en una enorme cantidad de productos diversos. Tiene propiedades catalíticas debido a que posee una gran diferencia entre la banda no conductora o de valencia denominada band - gap de aproximadamente 3,3 Ev. Se confía en esta sustancia porque aporta luminosidad sin ser tóxica ni reactiva, lo cual permite intensificar la blancura y el brillo de muchos materiales de forma segura, motivo por el cual es usado como fotocatalizador idóneo.

III. HIPOTESIS Y VARIABLES

3.1 Hipótesis

3.1.1 Hipótesis General

Si mediante un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio a partir de una solución modelo, se logrará alcanzar un porcentaje de degradación de la concentración en el rango de (60-90%) de concentración de colorante azorrubina E - 122.

3.1.2 Hipótesis Específicas

1. Al seleccionar en forma adecuada los parámetros de operación del sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio se podrá evaluar su efecto sobre el porcentaje de remoción de la concentración del colorante azorrubina
2. La degradación de la concentración del colorante (E 122) ocurre mediante el sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio, en función del tiempo, sigue la cinética de primer orden o pseudo primer orden.

3.2 Definición conceptual de variables

La investigación a desarrollarse se caracteriza por ser longitudinal estudiando la degradación de la concentración del colorante azorrubina E – 122, usando un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio: Tiempo de reacción, concentración del colorante E-122 azorrubina y la concentración del catalizador: Dióxido de titanio (TiO₂), por ser este el determinante en la relación causa efecto.

- **Variable dependiente**

$Y = F(x) = \% \text{ de degradación del colorante E-122 azorrubina.}$

La degradación de la concentración del colorante E-122 azorrubina, se determinará a partir de la siguiente ecuación:

$$\% \text{ degradación del colorante} = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100\%$$

Donde:

C_i=Concentración inicial

C_f=Concentración final

- **Variable independiente**

Las variables de operación seleccionada: sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio como catalizador son los siguientes.

X 1 = Concentración inicial del colorante azorrubina E-122

Es la cantidad de dilución de miligramos del colorante azorrubina E-122, divididos entre un litro de la muestra de aguas residuales suele medirse en mg/L.

X 2 = Concentración del catalizador dióxido de titanio (TiO₂)

Es la cantidad de dilución de miligramos del dióxido de titanio (TiO₂) divididos entre un litro de la muestra de aguas residuales suele medirse en mg/L.

3.2.1 Operacionalización de variables

Tabla 1

Variables de investigación

Variable dependiente	Dimensiones	Indicadores	Índice	Método - técnica
Y1 = F(x)= % de degradación del colorante azorrubina E-122	- Adimensional	- Concentración del colorante en el tiempo	- ppm	- Ensayo experimental
Variables independientes	Dimensiones	Indicadores		Método
X1= Concentración inicial del colorante azorrubina E-122	- Concentración inicial del colorante	- mg/L	- ppm	- Espectrofotometría UV-Visible
X2= Concentración del catalizador	- Concentración del catalizador	- mg/L	- mg/L	- Espectrofotometría UV-Visible

IV. DISEÑO METODOLOGICO

4.1 Tipo y Diseño de la Investigación

4.1.1 Tipo de Investigación

La investigación que se desarrolló, corresponde:

a) **Por su finalidad.** Es de tipo aplicativo exploratorio, que sirve para el tratamiento de efluentes líquidos provenientes de la industria alimentaria.

b) **Por su diseño interpretativo.** Es experimental puesto que permite manipular el factor causal para observar y determinar el efecto deseado.

El diseño experimental es un diseño factorial constituido por 09 experimentos, donde los parámetros de operación del equipo nos permitieron evaluar el efecto individual y la interacción entre los factores sobre la variable respuesta, al elaborar un análisis de varianza, ANOVA con la información obtenida.

c) **Por el énfasis de la naturaleza de los datos manejados.** Es del tipo mixto porque las variables de la investigación son cuantitativas y cualitativas.

4.1.2 Diseño de la Investigación

El diseño de la presente investigación fue de tres etapas, cuya representación se puede notar en la Figura 5.

Figura 5

Diseño de experimentación (DOE).

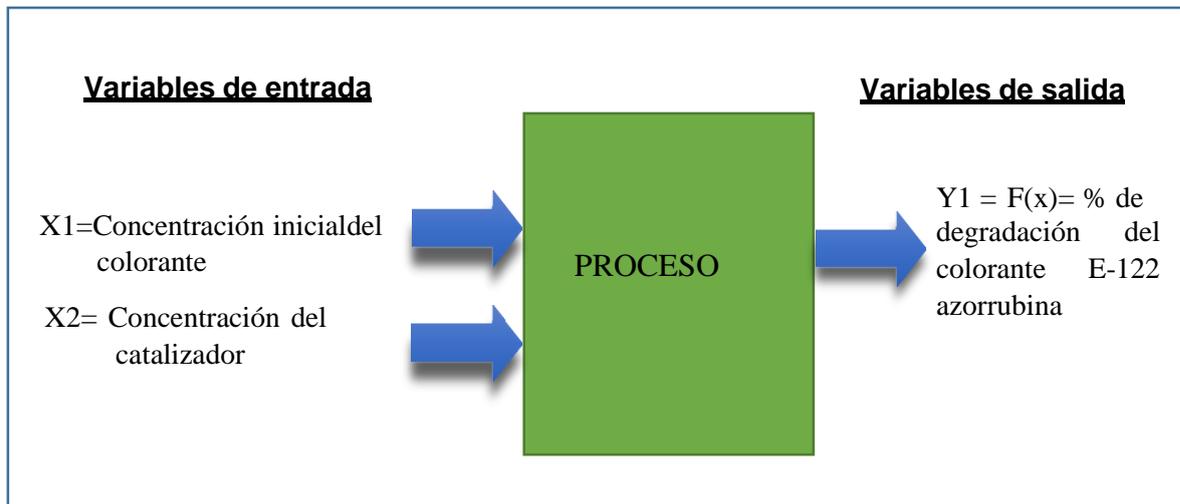
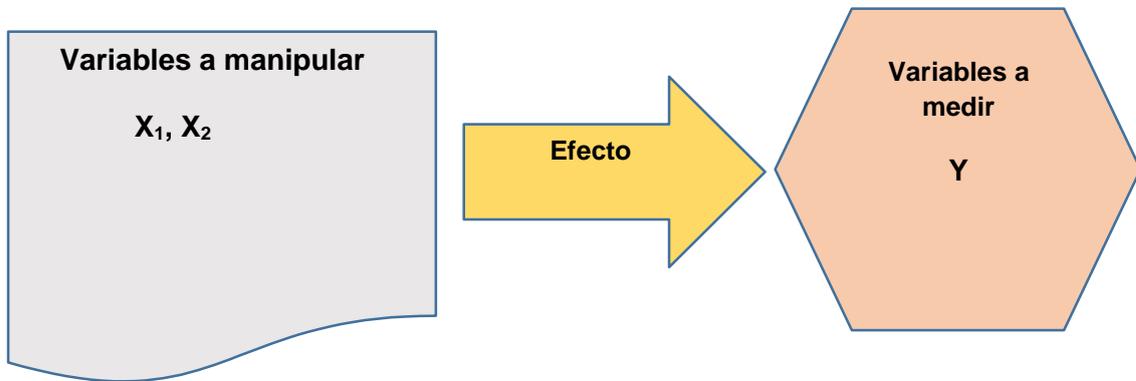


Tabla 2

Factores y niveles de experimentación

Factores	Notación	Unidades	Niveles		
			Bajo (-)	Medio (0)	Alto(+)
Concentración inicial del colorante.	X1	mg/L	2	5	10
Concentración del catalizador	X2	mg/L	15	20	30

Y1 = F(x)= % de degradación del colorante azorrubina E-122.

4.2 Método de investigación

La presente investigación se realizó aplicando el método científico, consistente en la percepción directa del objeto, relación de CAUSA – EFECTO.

4.3 Población y Muestra

Para el desarrollo de los experimentos se preparó un litro de solución modelo por batch utilizando agua ultra pura.

4.4 Lugar de estudio y periodo desarrollado

El presente trabajo de investigación se desarrolló en el Laboratorio del Departamento de Ingeniería Forense de la División de Laboratorio de Criminalística Dirección de Criminalística de la Policía Nacional del Perú.

4.5 Técnicas e instrumentos para la recolección de la información

La técnica utilizada es el análisis volumétrico y los instrumentos que se utilizaron fueron: Cronometro, lectura del equipo espectrofotómetro de UV-Visible.

4.6 Análisis y procedimientos de datos

El diseño experimental para esta investigación se realizó mediante método factorial: con 2 factores (Concentración de colorante y concentración de catalizador) y 3 niveles, obteniéndose 09 pruebas experimentales, (ver Tabla 3) con sus respectivas réplicas. Para el procesamiento de los datos resultados de las pruebas experimentales y para el análisis estadístico de ANOVA y graficas se utilizó el software Minitab 18.

Tabla 3***Matriz de experimentación***

Orden pruebas experimentales	Tipo Pt	Bloques	X1	X2
1	1	1	2	15
2	1	1	5	15
3	1	1	10	15
4	1	1	2	20
5	1	1	5	20
6	1	1	10	20
7	1	1	2	30
8	1	1	5	30
9	1	1	10	30

Variables constantes:

- Intensidad de los rayos ultravioleta.
- Flujo de recirculación (0.75 L/min)
- Volumen de la muestra (1L)
- Temperatura (°C): Ambiente
- Tiempo: 6 horas

Variables Dependientes (Y)

Y1: % de degradación del colorante azorrubina E -122.

V: RESULTADOS

5.1 Resultados descriptivos

5.1.1 Determinación de la longitud de onda del colorante

Para realizar las pruebas de absorbancia se requiere conocer la longitud de onda a la cual se absorbe el colorante en el equipo instrumental UV-VIS Spectrophotometer, marca Shimadzu, modelo UV-1900 según se observa en la figura 7. Para ello, se hizo un barrido de absorbancia para obtener la longitud de onda idónea para los análisis. Las muestras utilizadas fueron de concentraciones de 2, 5 y 10 ppm del colorante azorrubina E - 122. Los análisis de absorción se realizaron en el Laboratorio del Departamento de Ingeniería Forense de la División de Laboratorio de Criminalística – DIRCRI PNP. El procedimiento utilizado fue:

- Se calibra el espectrofotómetro hasta que el set figure 0.000
- Se usa como blanco el agua ultra pura.
- Se realizó el barrido espectral en el rango visible (400 a 700 nm)

Para las muestras de 2, 5, y 10 mg de solución. La figura 6, muestra el espectro de absorción de las distintas concentraciones del colorante azorrubina, observándose un valor máximo de 507 nm.

Figura 6

Equipo instrumental UV-VIS Spectrophotometer, marca Shimadzu, modelo UV-1900



Figura 7

Espectro de absorción del colorante azorrubina E - 122.

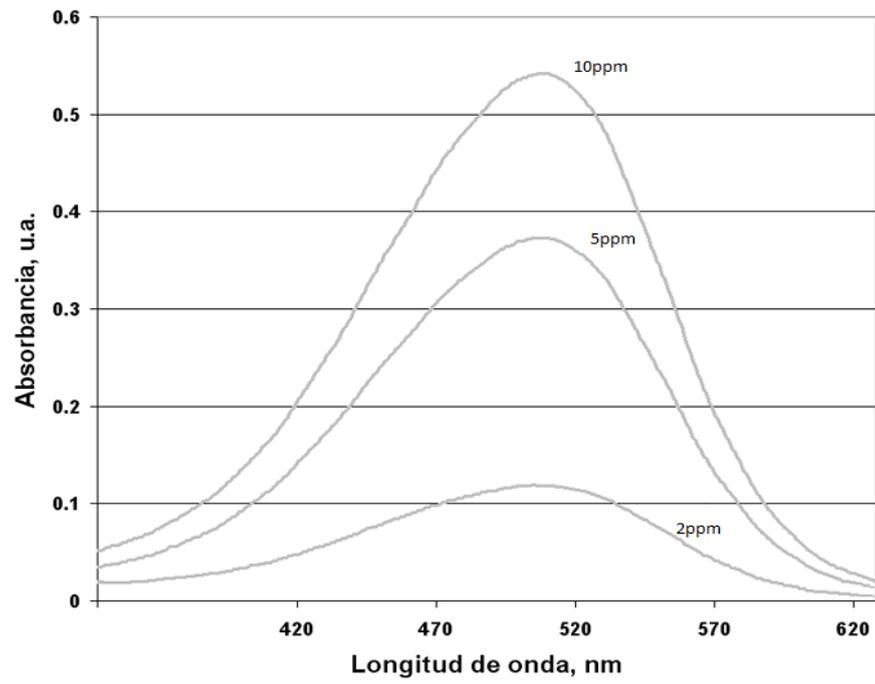


Figura 8

Muestras de 2, 5, y 10 mg de colorante azorrubina E – 122 en solución acuosa con agua ultra pura.



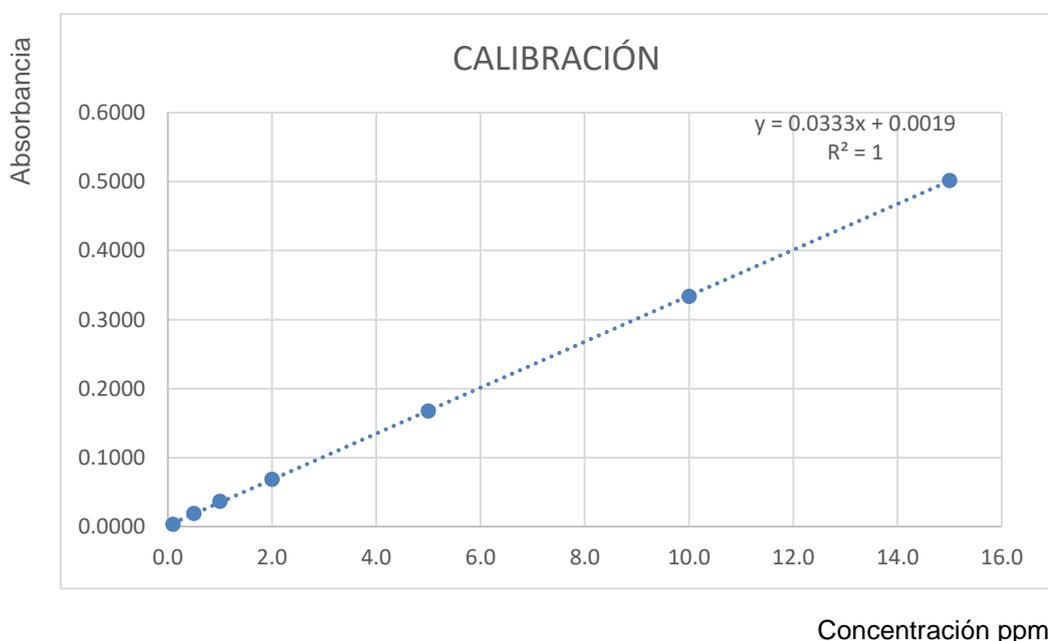
5.1.2 Obtención de la curva de calibración de colorante azorrubina

Para hallar la curva de calibración se prepararon muestras de 1000 ml de solución coloreada conteniendo cada una de ellas concentraciones de 2, 5, y 10 mg del colorante respectivamente. Se tomaron 20 ml de cada solución y se llevó al espectrofotómetro de absorción para las lecturas respectivas a la longitud de onda idónea obtenida anteriormente que se muestran en la figura 8.

La figura 10, muestra la curva de calibración de absorbancia versus concentración para el colorante azorrubina E - 122 en tiempo cero. Luego, mediante regresión lineal se obtiene la ecuación para el cálculo de las concentraciones a partir de mediciones de la absorbancia.

Figura 9

Curva de calibración, la absorbancia en función de la concentración del colorante sin fotocatalizador.



$$\text{Concentración del colorante} = \frac{\text{Absorbancia} - 0.0019}{0.0333}$$

5.1.3 Cinética de reacción de degradación de la azorrubina con fotocatalizador

Las muestras de solución de colorante azorrubina E - 122 de concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, y concentraciones de catalizador 15ppm, 20ppm y 30ppm de catalizador dióxido de titanio se expusieron a radiación UV en el intervalo de tiempo de 0 minutos hasta los 360 minutos, en un reactor batch.

Se tomaron muestras de 10 mL en el reactor en intervalos de tiempo de 60, 120, 180, 240, 300 y 360 minutos. Posteriormente se midieron las absorbancias en el espectrofotómetro UV. Los resultados de las pruebas, se resumen en la tabla 4. Los datos de absorbancia se muestran en el reporte de informe análisis de absorbancia. La concentración del colorante se obtiene de la curva de calibración del colorante azorrubina E - 122, obteniéndose la dispersión de la degradación del colorante y el $\ln(C_0/C)$ en función del tiempo de reacción del colorante que se muestran en las figuras 10 y 11.

La cinética del proceso fotocatalítico es la de Langmuir-Hinshelwood (L-H) que permite determinar la constante cinética de velocidad k , así como también la constante de equilibrio de adsorción K del colorante sobre la superficie del fotocatalizador.

asumiendo primer orden, nos permite determinar la constante cinética de velocidad k .

$$-r_A = -\frac{\partial C_A}{\partial t} = -kC_A \quad (1)$$

k : Constante de velocidad de reacción (1/s)

C_{A0} : Concentración inicial

C_A : Concentración en el tiempo t .

Integrando se obtiene la siguiente ecuación, que nos permite evaluar la constante de velocidad:

$$\ln\left(\frac{C_{A0}}{C_A}\right) = kt \quad (2)$$

El porcentaje de degradación del colorante, se obtuvo usando la

ecuación:

$$\%Degradación = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \cdot 100$$

C₀: Concentración inicial.

C_t: Concentración en el tiempo t.

Tabla 4

Concentración y % de degradación de la azorrubina en función del tiempo de reacción, utilizando 15 ppm de catalizador.

Tiempo (min)	Absorbancia	Concentración (ppm)	Ln (C ₀ /C)	Concentración Inicial (ppm)	%Degradación
0	0.1263	3.7398	0.0000	2	0.0000
60	0.0796	2.3360	0.4706		37.5368
120	0.0589	1.7137	0.7804		54.1767
180	0.0248	0.6887	1.6920		81.5846
240	0.017	0.4542	2.1082		87.8550
300	0.0131	0.3370	2.4067		90.9888
360	0.0141	0.3670	2.3214		90.1866
0	0.1363	4.0404	0.0000	5	0.0000
60	0.0932	2.7448	0.3866		32.0661
120	0.0516	1.4943	0.9947		63.0160
180	0.0340	0.9652	1.4318		76.1113
240	0.0235	0.6496	1.8277		83.9224
300	0.0145	0.3791	2.3663		90.6173
360	0.0106	0.2618	2.7365		93.5204
0	0.2495	7.4432	0.0000	10	0.0000
60	0.2383	7.1065	0.0463		4.5236
120	0.1755	5.2187	0.3551		29.8863
180	0.1500	4.4522	0.5139		40.1843
240	0.1278	3.7849	0.6763		49.1496
300	0.1000	2.9492	0.9258		60.3773
360	0.1232	3.6466	0.7135		51.0076

Figura 10

Efecto de la concentración del catalizador (15ppm) respecto a la concentración del colorante en función del tiempo.

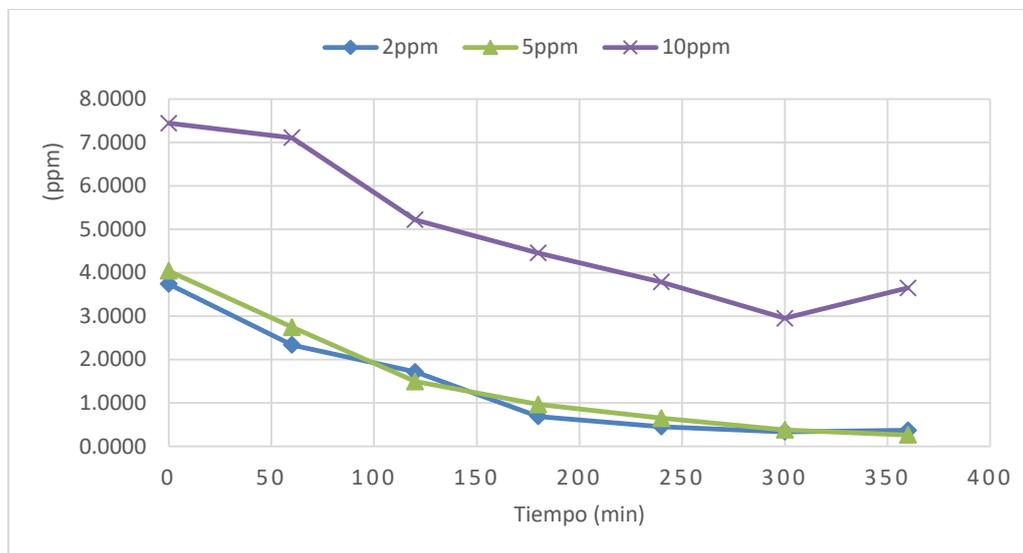


Figura 11

Gráfica de $\ln(Co/C)$ en función del tiempo, a concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, utilizando 15ppm de catalizador.

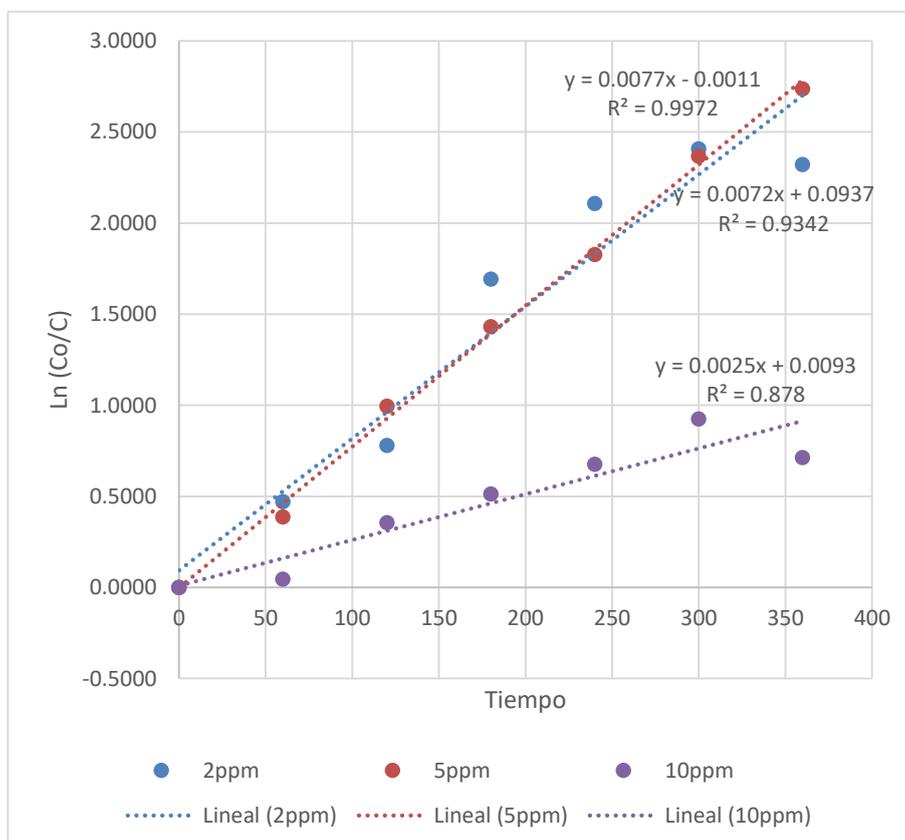


Tabla 5

Concentración y % de degradación de la azorrubina en función del tiempo de reacción, utilizando 20ppm.

Tiempo (min)	Absorbancia	Concentración (ppm)	Ln (Co/C)	Concentración Inicial (ppm)	%Degradación
0	0.1331	3.8783	0.0000	2	0.0000
60	0.0736	2.4146	0.4739		37.7408
120	0.0322	0.9382	1.4192		75.8090
180	0.0192	0.5594	1.9363		85.5762
240	0.0132	0.3846	2.3109		90.0833
300	0.0860	0.2797	2.6294		92.7881
360	0.0860	0.2123	2.9052		94.5260
0	0.0835	2.4532	0.0000	5	0.0000
60	0.0468	1.3500	0.5973		44.9698
120	0.0220	0.6045	1.4007		75.3587
180	0.0190	0.5143	1.5623		79.0355
240	0.0149	0.3911	1.8362		84.0576
300	0.0132	0.3400	1.9762		86.1406
360	0.0124	0.3159	2.0497		87.1229
0	0.2754	8.0246	0.0000	10	0.0000
60	0.1746	5.0875	0.4557		36.6012
120	0.1282	3.7355	0.7646		53.4494
180	0.0937	2.7302	1.0781		65.9771
240	0.0732	2.1329	1.3250		73.4205
300	0.0598	1.7425	1.5272		78.2855
360	0.0488	1.4219	1.7305		82.2807

Figura 12

Efecto de la concentración del catalizador (20ppm) respecto a la concentración del colorante en función del tiempo.

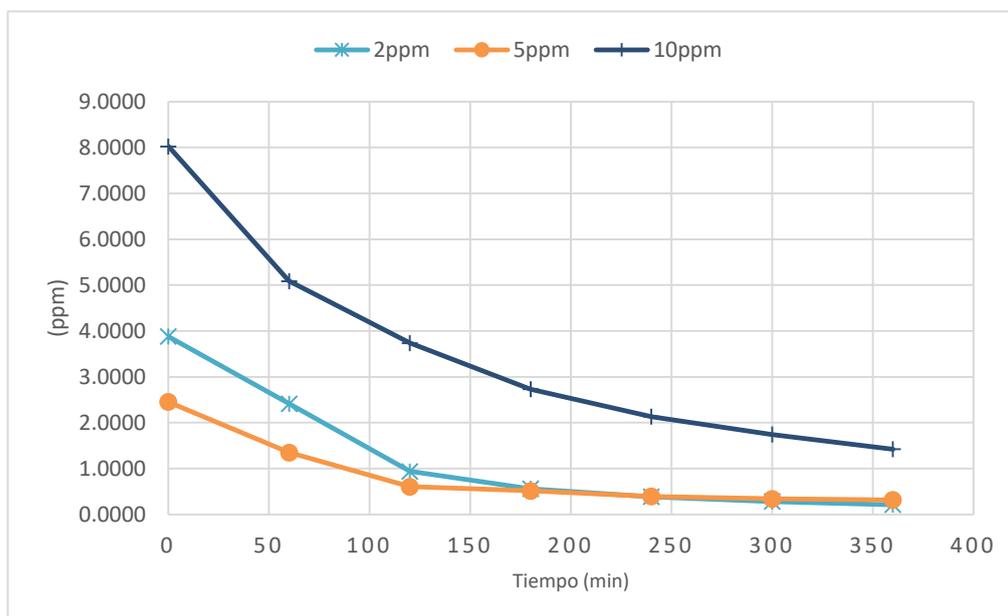


Figura 13

Gráfica de $\ln(C_0/C)$ en función del tiempo, a concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, utilizando 20ppm de catalizador.

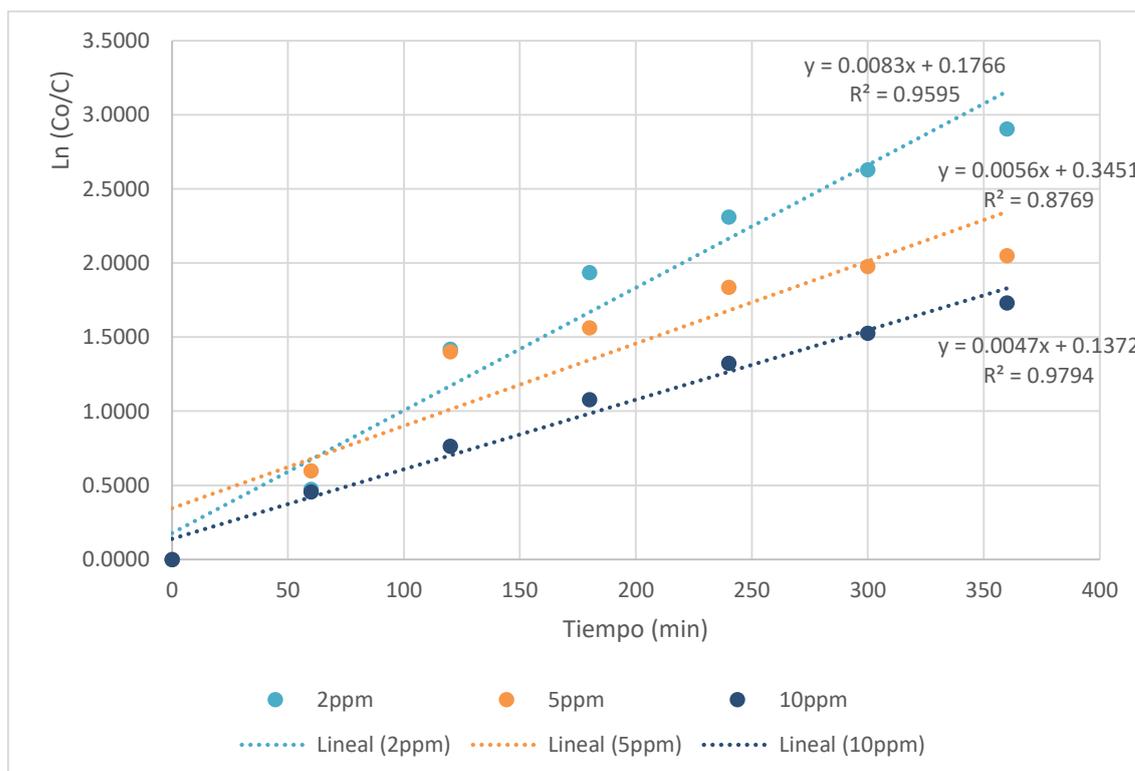


Tabla 6

Concentración y % de degradación de la azorrubina en función del tiempo de reacción, utilizando 30ppm.

Tiempo (min)	Absorbancia	Concentración (ppm)	Ln (Co/C)	Concentración Inicial (ppm)	%Degradación
0	0.0721	2.1105	0.0000	2	0.0000
60	0.0572	1.6626	0.2385		39.0278
120	0.0446	1.2839	0.4970		63.9863
180	0.0395	1.1306	0.6242		77.8997
240	0.0386	1.1035	0.6484		85.4627
300	0.0321	0.9081	0.8433		92.2709
360	0.0280	0.7849	0.9891		96.4978
0	0.1218	3.5490	0.0000	5	0.0000
60	0.0656	1.9115	0.6188		46.1398
120	0.0273	0.7955	1.4955		77.5852
180	0.0212	0.6177	1.7484		82.5951
240	0.0131	0.3817	2.2298		89.2449
300	0.0097	0.2826	2.5304		92.0372
360	0.0093	0.2710	2.5723		92.3640
0	0.2458	7.1621	0.0000	10	0.0000
60	0.1478	4.3066	0.5087		39.8696
120	0.0734	2.1387	1.2086		70.1386
180	0.0487	1.4190	1.6189		80.1874
240	0.0399	1.1626	1.8181		83.7673
300	0.0206	0.6002	2.4793		91.6198
360	0.0160	0.4662	2.7319		93.4907

Figura 14

Efecto de la concentración del catalizador (30ppm) respecto a la concentración del colorante en función del tiempo.

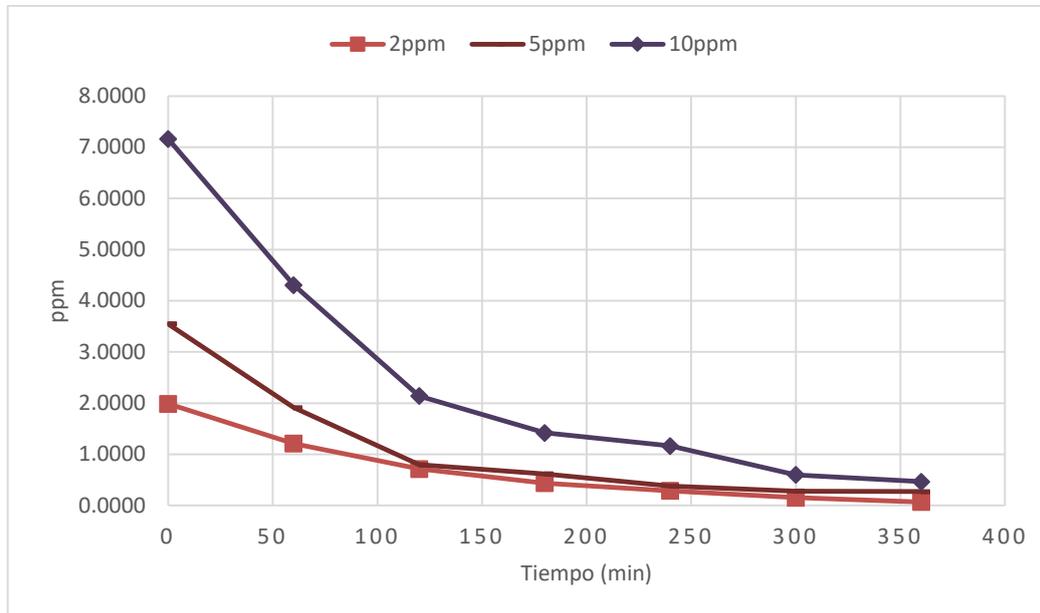
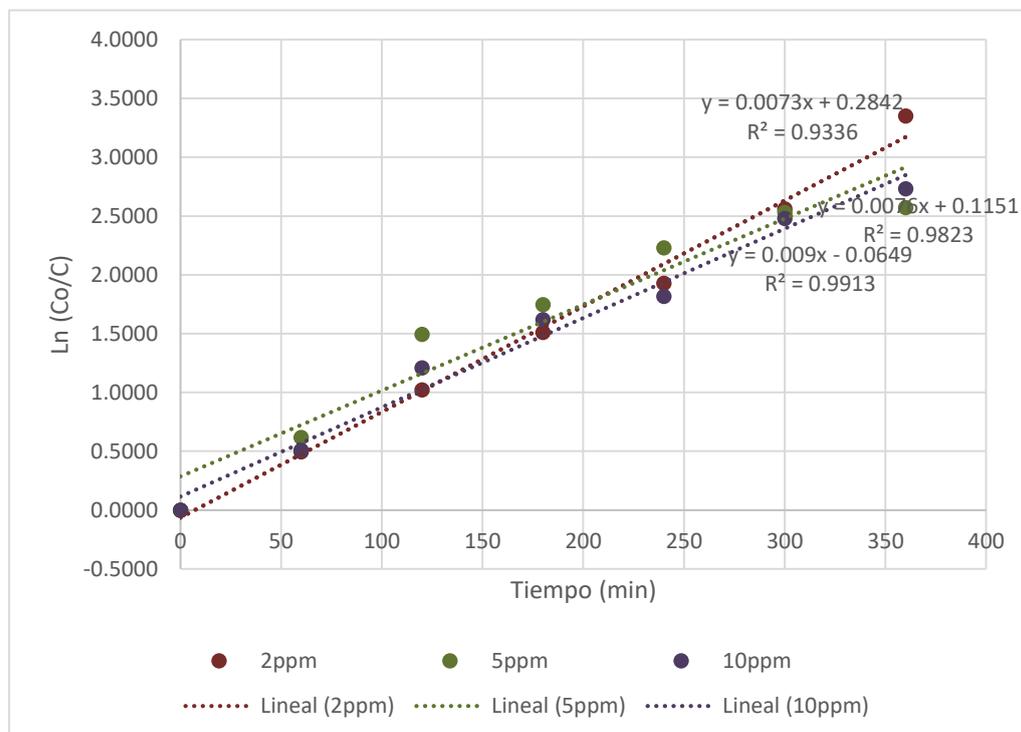


Figura 15

Gráfica de Ln(Co/C) en función del tiempo, a concentraciones de 2, 5 y 10 ppm, utilizando 30ppm de catalizador.



5.2 Resultados inferenciales

En la siguiente tabla se muestran los resultados de análisis de ANOVA.

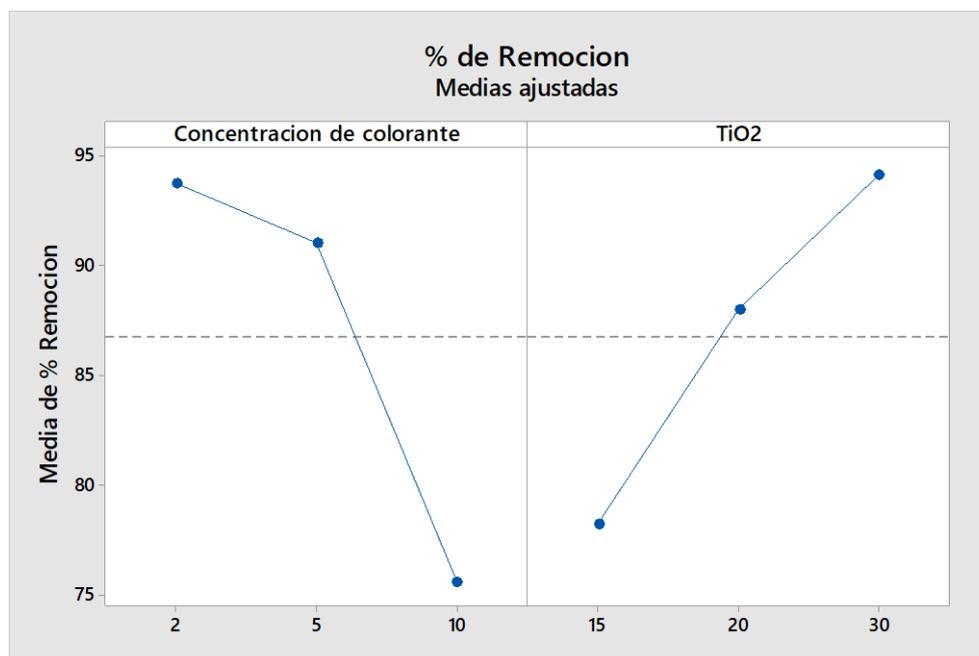
Tabla 7
Análisis de ANOVA

Análisis de Varianza					
Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	% contribución	
Valor p					
Modelo	8	1941.4	242.68		
Lineal	4	499.6	124.90		
Concentración de colorante	2	357.3	178.64		18.40
TiO ₂	2	142.3	71.15		7.33
Interacciones de 2 términos	4	1441.8	360.46		
Concentración de colorante TiO ₂	4	1441.8	360.46		74.27
Error	0				
Total	8	1941.4			

En la figura 16 se muestra el % de la media de remoción del colorante en función de los parámetros evaluados.

Figura 16

Efectos de los factores con respecto al porcentaje de remoción.



VI. DISCUSION DE RESULTADOS

6.1 Contrastación y demostración de la hipótesis con los resultados

De acuerdo a la hipótesis general planteada se ha logrado una remoción de la degradación del colorante entre los rangos entre el 75 y 95%, estando por encima de la hipótesis planteada inicialmente que fue de 60 a 90%.

Al seleccionar la concentración del catalizador en el rango de 15, 20 y 30 ppm y concentración del colorante de 2, 5 y 10ppm se ha logrado la remoción media de 87%, durante 360 minutos.

De la tabla 7 ANOVA se puede observar que la interacción entre la concentración del catalizador y la concentración del colorante contribuye en un 74.27% y en menor grado la concentración del catalizador es 7.33%.

Asimismo, de acuerdo de los resultados obtenidos de las nueve (09) experiencias como se muestran en las tablas 4, 5 y 6 la disminución de la concentración del colorante está en función del tiempo como se muestra en las figuras 10, 12 y 14.

De igual forma de acuerdo a las figuras 11, 13 y 15 la degradación del colorante tiene un comportamiento de primer orden, obteniéndose una constante promedio de $0.98 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a 15 ppm, $1.03 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a 20 ppm, y $0.87 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a 30ppm.

6.2 Contrastación de los resultados con otros estudios similares

Copete et al. (2018) en su trabajo de investigación titulado Decolorization of Reactive Black 5 Dye by Heterogeneous Photocatalysis with TiO_2/UV . Reactive Black 5 (RB5) es un tinte azoico ampliamente utilizado en la industria contamina las fuentes de agua. En este trabajo, la decoloración de soluciones acuosas con RB5 se realizó por fotocatalisis con TiO_2 / UV . La reacción se llevó a cabo en un fotorreactor de aluminio equipado con cinco lámparas. El efecto del TiO_2 (0.1, 0.175 y 0.25 g L^{-1}), concentración de RB5 (50, 75 y 100 mg L^{-1}) y pH (3, 7 y 11) se evaluó durante 14 h, utilizando un Box-Behnken

diseño estadístico experimental. Completo la decoloración de RB5 se obtuvo a las 14 h, empleando $0.175 \text{ g L}^{-1} \text{ TiO}_2$, $50 \text{ mg L}^{-1} \text{ RB5}$, y pH 3. Se logró un 98,44% de decoloración. en 10 h (0.25 g L^{-1} de TiO_2 , 50 mg L^{-1} de RB5, y pH 7). El porcentaje de decoloración más alto de Se obtuvo RB5 (99,51%) a las 10 h de exposición a la luz ultravioleta, utilizando $0,5 \text{ g L}^{-1}$ de TiO_2 , 50 mg L^{-1} de colorante, y un pH de 3. Además, se observó que, bajo tales condiciones, la mayor tasa de remoción de tinte se logró siguiendo la cinética de primer orden ($R^2 = 0.9819$, $\ln C$ vs t , con una constante de tasa de $k = 0.4223 \text{ h}^{-1}$ ($1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$))

De este trabajo se observa que el porcentaje de remoción alcanza 98,44% de remoción al cabo de 10h de operación y la constante cinética de primer orden de orden $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, semejante a los valores obtenidos en nuestra investigación.

6.3 Responsabilidad ética

Se cumplieron los criterios éticos de la investigación, en el desarrollo de las pruebas experimentales, asimismo el agua residual generada, se almacenó en recipientes de material plástico, de capacidad de 18L, los cuales serán trasladados por terceros para su disposición final.

CONCLUSIONES

Mediante el sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio usando una solución modelo se ha logrado una remoción de la concentración del colorante azorrubina E-122, en un promedio de 87% en 360 minutos, lo que demuestra que el método utilizado es muy eficaz para la degradación de este colorante.

Las variables de operación fueron la concentración del catalizador (TiO_2) y la concentración del colorante; logrando contrastar su efecto con respecto al porcentaje de remoción del colorante, encontrándose una máxima remoción a 2ppm de colorante con 30ppm de catalizador obteniendo una remoción de 96.5%; asimismo obteniendo una mínima remoción a 10ppm de colorante con 15ppm de catalizador obteniendo una remoción de 51%.

La degradación del colorante azorrubina E-122, obedece a una cinética de primer orden con una constante de velocidad promedio de $0.96 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. El mecanismo de reacción fue de Langmuir – Hinshelwood que permite determinar la constante cinética.

RECOMENDACIONES

Se recomienda evaluar otros parámetros de operación, como flujo de recirculación de la solución modelo, pH, potencia de los rayos Ultravioleta entre otros que en este trabajo no fueron considerados.

Investigar mayor rango de concentración del catalizador y concentración del colorante para tener mayor información.

Investigar usos y otros catalizadores para la degradación de colorante azorrubina E-122, como óxido de zinc, óxido de aluminio, dióxido de silicio, óxido de magnesio.

Investigar otras tecnologías del tratamiento del colorante azorrubina E-122, como electroquímicos, membranas, oxidación avanzada.

Las muestras a ser analizadas en el espectrofotómetro no estén expuestas a la luz del medio ambiente u otros tipos de luz, porque podría interferir en la lectura.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- Ahmed, L. M., Jassim, M. A. A., Mohammed, M. Q., & Hamza, D. T. (2018). Advanced oxidation processes for carmoisine (E122) Dye in UVA/ TiO₂ system: Influencing PH, temperature and oxidant agents on dye solution. *Journal of Global Pharma Technology*, 10(7), 248–254.
- Al-Shabib, N. A., Husain, F. M., Rehman, M. T., Alyousef, A. A., Arshad, M., Khan, A., Masood Khan, J., Alam, P., Albalawi, T. A., Shahzad, S. A., Syed, J. B., & Al-ajmi, M. F. (2020). Food color 'Azorubine' interferes with quorum sensing regulated functions and obliterates biofilm formed by food associated bacteria: An in vitro and in silico approach. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 27(4), 1080–1090. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2020.01.001>
- Amin, K. A., Hameid II, H. A., & Abd Elsttar, A. H. (2010). Effect of food azo dyes tartrazine and carmoisine on biochemical parameters related to renal, hepatic function and oxidative stress biomarkers in young male rats. *Food and Chemical Toxicology*, 48(10), 2994-2999
- Chakma, S., Praneeth, S., & Moholkar, V. S. (2017). Mechanistic investigations in sono-hybrid (ultrasound/Fe²⁺/UVC) techniques of persulfate activation for degradation of Azorubine. *Ultrasonics Sonochemistry*, 38, 652–663. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.08.015>
- Chen, X.B. and Mao, S.S. (2007) Titanium Dioxide Nanomaterials: Synthesis, Properties, Modifications, and Applications. *Chemical Reviews*, 107, 2891-2959.
- Chunga, A. (2017). Color degradation and turbidity in actual textile wastewater using TiO₂ / FeSO₄ / H₂O₂ in a photocatalytic reactor. *Ucv*, 358.
- Copete-Pertuz, L. S., Pérez-Grisales, M. S., Castrillón-Tobón, M., Correa Londoño, G. A., Tafurt García, G., & Mora Martínez, A. L. (2018). Decolorization of Reactive Black 5 Dye by Heterogeneous Photocatalysis with TiO₂/UV. *Revista Colombiana de Química*, 47(2), 36-44

- Corzo-Lucioni, A. y Vega-Baudrit, J. (2012). Estudio cinético de la degradación foto catalítica oxidativa de colorantes empleados en la industria textilera. *Revista Iberoamericana de Polímeros*. 13(1), 60-68.
- Couteau, C., & Coiffard, L. (2010). Regulation no 1223/2009 on cosmetic products. *Nouvelles Dermatologiques*, 29(5 PART 1).
- Doménech Xavier, Wilson F. Jardim y Marta I. Litter (2004) Procesos avanzados de oxidacion para la eliminacion de contaminantes. En: Eliminacion de contaminantes por fotocatalisis heterogenea, CYTED. Blesa M, Sanchez B. (Eds.) Ciemat: Madrid. pp 7-34.
- Diaz Bravo, Pablo Beisario (2020). Degradación de la tartrazina mediante fotocatalisis solar heterogénea usando oxido de zinc.
- Falla, Y. (2016); "Fotocatálisis para la degradación de compuestos orgánicos tóxicos y/o refractarios en medios acuosos y las aplicaciones adelantadas en el grupo de investigación en fotocatalisis y estado sólido" pág.69-70
- Fennema, Owen R.; Parkin, Kirk L.; Damodaran, S. (2007). *Fennema's Food Chemistry 4th edition* (pp. 439–523).
- Friedman Young. (2013). Fisica Universitaria. *Fisica Universitaria*, 65–71. https://doi.org/10.1057/9781137311955_5
- Fox, M. A., & Dulay, M. T. (1993). Heterogeneous Photocatalysis. *Chemical Reviews*, 93, 341-357.
- Gadaleta, D., Manganelli, S., Manganaro, A., Porta, N., & Benfenati, E. (2016). A knowledge-based expert rule system for predicting mutagenicity (Ames test) of aromatic amines and azo compounds. *Toxicology*, 370, 20–30. <https://doi.org/10.1016/j.tox.2016.09.008>
- García M. (1993) Pequeño Larousse en color. México: Ediciones Larousse, 1993 ;p:479.
- Garello, M. (2018). Efectos dañinos de los colorantes artificiales a nuestra salud. *Vida Lucida*. Recuperado el 15marzo del 2021 de la página web: <https://www.lavidalucida.com/efectos-daninoscolorantes-artificiales-nuestra-salud.html>

- Groten, J. P., Butler, W., Feron, V. J., Koziarowski, G., Renwick, A. G., & Walker, R. (2000). An analysis of the possibility for health implications of joint actions and interactions between food additives. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 31(1), 77-91.
- López-Vásquez, A., Almanza, O., Acosta, M. F., & Suárez-Escobar, A. (2016). Degradación Fotocatalítica de Contaminantes Orgánicos Presentes en Agua Residual de la Industria Litográfica mediante Oxido de Bismuto(III)/Oxido de titanio (Bi₂O₃/TiO₂). *Informacion Tecnologica*, 27(1), 147–158. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642016000100016>
- Maekawa, A. C. Matsuoka H. Onodera H. Tanigawa K. Furuta J. Kanno J. J. Jang Y. Hayashi, (1987) Lack of carcinogenicity of tartrazine (FD & C Yellow No. 5) in the F344 rat.
- Maleza, L. N. (2018). *Degradación de Aroclor 1260 en muestras acuosas mediante fotocátalisis empleando TiO₂ irradiado*. http://repositorio.puce.edu.ec/bitstream/handle/22000/15691/Disertación_Nicole_Maleza_Degradación_Aroclor_1260.pdf?sequence=1&isAllowed=y
- Micheletti, L., Coldibeli, B., Salamanca-Neto, C. A. R., Almeida, L. C., & Sartori, E. R. (2020). Assessment of the use of boron-doped diamond electrode for highly sensitive voltammetric determination of the azo-dye carmoisine E–122 in food and environmental matrices. *Talanta*, 220(July). <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2020.121417>
- Ollgaard, H., Frost, L., Galster, J., & Hensen, O. C. (1998). Survey of azo-colorants in Denmark: Consumption, use, health and environmental aspects. *Danish Environmental Protection Agency*, Xx, 147–290. <http://www2.mst.dk/udgiv/publications/1999/87-7909-548-8/pdf/87-7909-546-1.pdf>
- Ordóñez, S., Sastre, H., Díez, F., V., Hydrodechlorination of Tetrachloroethylene over Pd/Al₂O₃: Influence of Process Conditions on Catalyst Performance and Stability., *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 40, 2003, pp. 119-130.

- Parra O. Veronica (2004) Estudio comparativo em el uso de colorantes naturales y sinteticos em alimentos, desde el punto de vista funcional y topxicologico. Chile.
- Romero, J. (1999). Tratamiento de aguas residuales: Teoria y Principios de Diseño. Bogota, Colombia Centro Editorial Escuela Colombianan de Ingenieria.
- Sánchez B., Cardona A., Peral J., Litter M. (2004). Purificación de gases por fotocátalisis heterogénea: estado del arte. En: Eliminación de contaminantes por fotocátalisis heterogénea, CYTED. Blesa M, Sánchez B. (Eds.). Ciemat: Madrid. pp. 35-66
- Santiago Talenas, J. C. (2018). *Estudio de la viabilidad del uso de nanoparticulas de dióxido de titanio en el tratamiento de aguas residuales domesticas a nivel laboratorio en la facultad de ingenieria quimica y textil de la universidad nacional de ingenieria.* 1–135. [http://repositorio.udh.edu.pe/bitstream/handle/123456789/931/SANTIAGO TALENAS%2C JAZMIN CAROLINA.pdf?sequence=1&isAllowed=y](http://repositorio.udh.edu.pe/bitstream/handle/123456789/931/SANTIAGO%20TALENAS%2C%20JAZMIN%20CAROLINA.pdf?sequence=1&isAllowed=y)
- Sanz Tejedor A. (2016). La industria de los colorantes y pigmentos. Química orgánica industrial. Imagen. Recuperado de: <https://www.eii.uva.es/organica/qoi/tema11.php>
- Shevale, V. B., Dhodamani, A. G., Koli, V. B., Barkul, R. P., Jadhav, J. P., & Delekar, S. D. (2017). Efficient degradation of Azorubin S colourant in the commercial jam-jelly food samples using TiO₂-CoFe₂O₄ nanocomposites in visible light. *Materials Research Bulletin*, 89, 79–88. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2017.01.012>
- Singh-Rai H., Bhattacharyya M., Singh J, Bansal T. Purva V & Banerjee (2007) Removal of dyes from the Effluent of Textile and Dyestuff Manufacturing Industry: A Review of Emerging Techniques With Reference to Biological Treatment.
- Umar et al., (2013); “Eliminación de Contaminantes Orgánicos Emergentes Mediante Fotocatálisis Heterogénea con TiO₂, empleando Luz” pág. 8
- Uyguner Demirel, C. S., Birben, N. C., & Bekbolet, M. (2018). A comprehensive

review on the use of second generation TiO₂ photocatalysts: Microorganism inactivation. *Chemosphere*, 211, 420–448. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.07.121>

Vogelpohl y Kim (2004). Advanced oxidation processes (AOPs) in Wastewater treatment.

Wu, L., Xu, Y., Lv, X., Chang, X., Ma, X., Tian, X., Shi, X., Li, X., & Kong, X. (2021). Impacts of an azo food dye tartrazine uptake on intestinal barrier, oxidative stress, inflammatory response and intestinal microbiome in crucian carp (*Carassius auratus*). *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 223(June), 112551. <https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2021.112551>

Yslas Gonzales K. (2018). Estudio del efecto de la luz solar y del peróxido de hidrógeno en la degradación de un colorante usando un catalizador de cobre y cobalto.

Zeng, Q., Wang, Y., Zan, F., Khanal, S. K., & Hao, T. (2021). Biogenic sulfide for azo dye decolorization from textile dyeing wastewater. *Chemosphere*, 283(August 2020), 131158. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131158>

Zheng, H., Wang, C., Zhang, X., Kong, L., Li, Y., Liu, Y., & Liu, Y. (2016). Ultrasonic spray pyrolysis assembly of a TiO₂-WO₃-Pt multi-heterojunction microsphere photocatalyst using highly crystalline WO₃ nanosheets: less is better. *New Journal of Chemistry*, 40(4), 3225-3232.

ANEXOS

ANEXO 1: Matriz de Consistencia

"DEGRADACION DEL COLORANTE AZORRUBINA E-122 MEDIANTE UN SISTEMA COMBINADO DE RADIACION ULTRA VIOLETA Y DIOXIDO DE TITANIO A PARTIR DE UNA SOLUCIÓN MODELO"					
PROBLEMA	OBJETIVOS	HIPÓTESIS	VARIABLES E INDICADORES		
PROBLEMA GENERAL	OBJETIVO GENERAL	HIPÓTESIS GENERAL	Variable independiente: sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio como catalizador		
			DIMENSIONES	INDICADORES	UNIDAD DE MEDIDA
¿En qué medida se podrá degradar la concentración del colorante azorrubina (E 122) mediante un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio a partir de una solución modelo?	Determinar la degradación de la concentración del colorante (E 122) mediante un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio a partir de una solución modelo.	Mediante un sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio a partir de una solución modelo, se logrará alcanzar un porcentaje de degradación en el rango de (60-90%) de concentración del colorante (E 122)	Parámetros de operación	Concentración inicial del colorante	ppm
				Concentración del catalizador	ppm
PROBLEMAS ESPECÍFICOS	OBJETIVOS ESPECIFICOS	HIPOTESIS ESPECIFICAS	Variable dependiente: remoción de la concentración del colorante		
¿Cuáles serán los parámetros de operación más adecuadas del sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio para degradar la concentración del colorante azorrubina?	Seleccionar los parámetros de operación del sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio para degradar la concentración del colorante	Al seleccionar en forma adecuada los parámetros de operación del sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio se podrá evaluar su efecto sobre el porcentaje de remoción de la concentración del colorante azorrubina	Degradación de la concentración del colorante(y)	Concentración del colorante en función del tiempo	ppm
¿Cuál es la expresión cinética de la degradación del colorante azorrubina mediante el sistema combinado de ultravioleta y dióxido de titanio como catalizador?	Determinar la expresión cinética de la degradación del colorante azorrubina mediante el sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio.	La degradación de la concentración del colorante (E 122) ocurre mediante el sistema combinado de radiación ultravioleta y dióxido de titanio, en función del tiempo, sigue la cinética de primer orden o pseudo primer orden.	Porcentaje de remoción del colorante	Concentración del colorante en función del tiempo	%

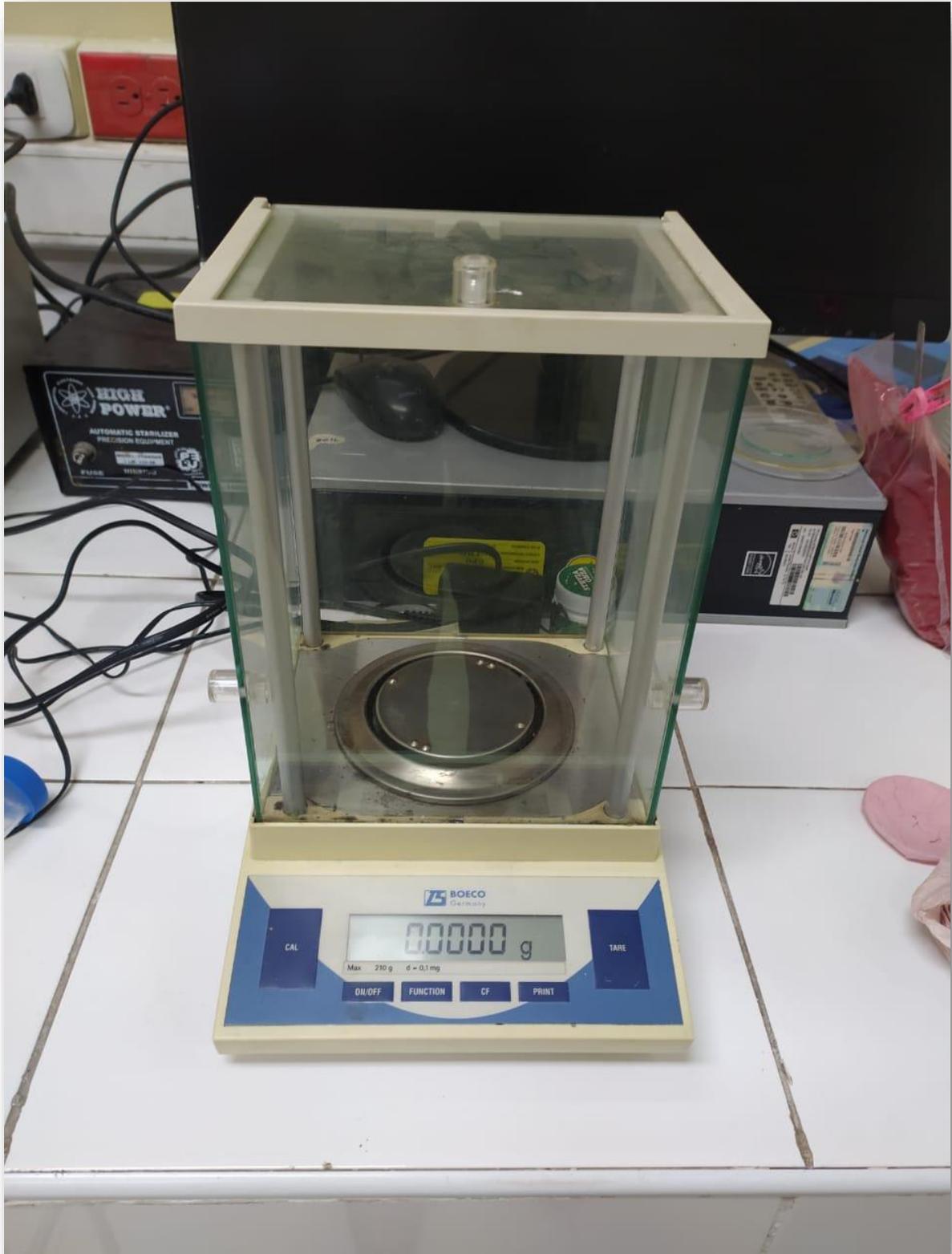
ANEXO 2: Materiales de laboratorio usados





ANEXO 3: Equipos de laboratorio usados: Destilador de agua ultrapura y Balanza analítica.



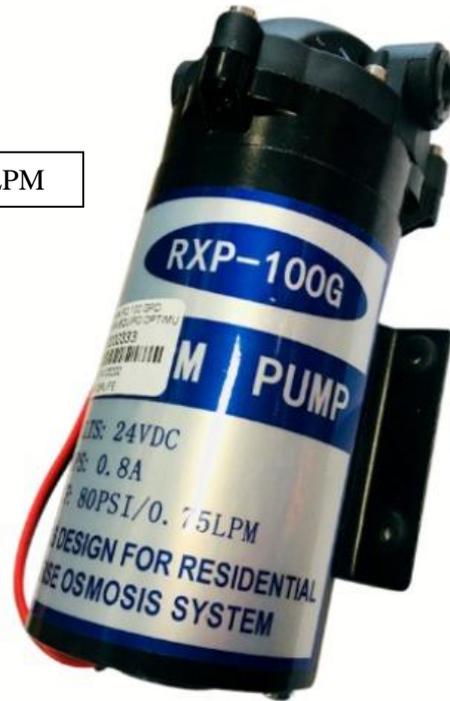


ANEXO 4: Equipo instrumental usado para análisis de absorbancia de las muestras, UV-VIS Spectrophotometer, marca Shimadzu, modelo UV-1900.

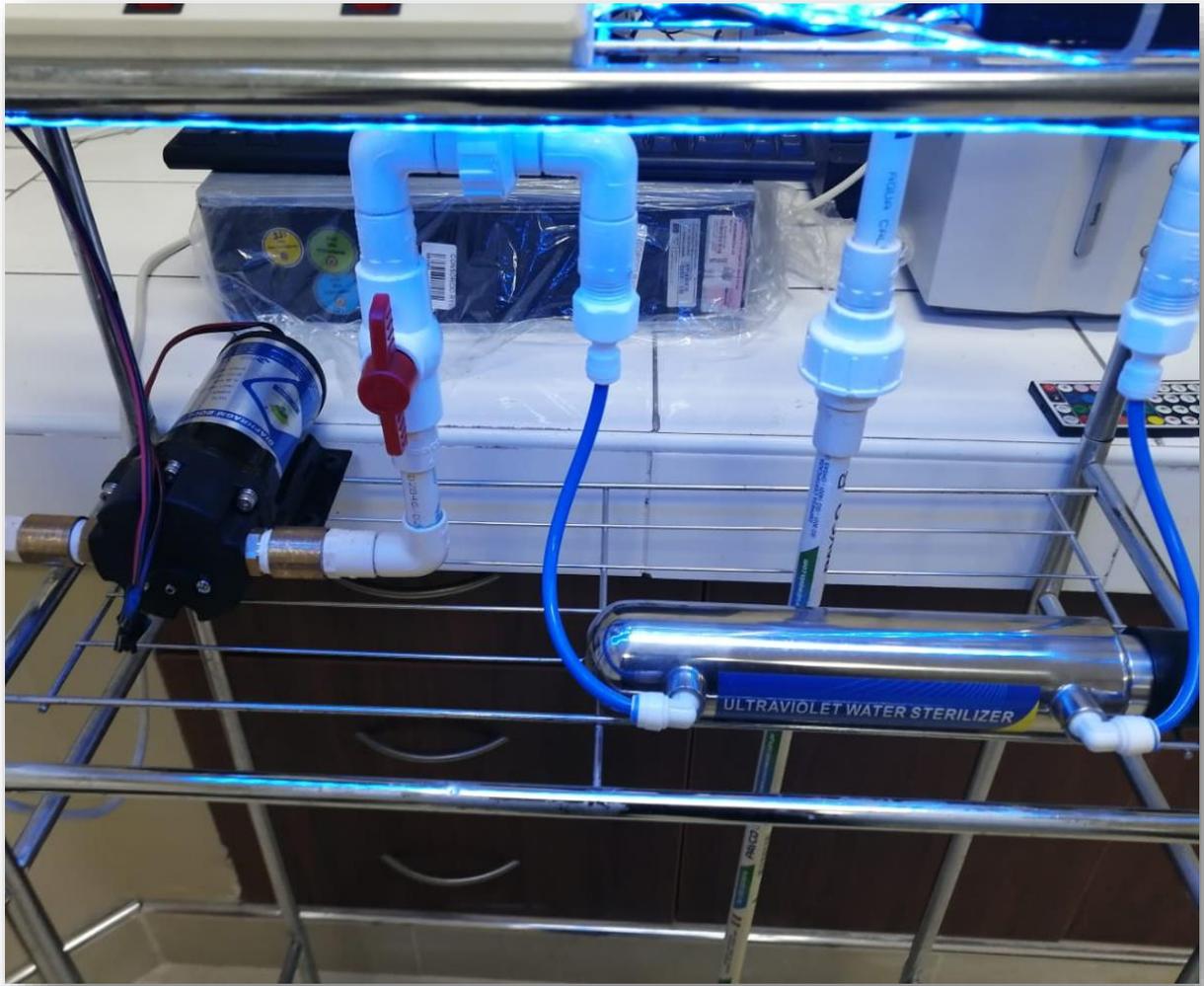


ANEXO 5: Equipos Electrónicos usados en el Sistema Fotoreactor Bacth.

BOMBA HIDRAULICA DE 0.75 LPM



LAMPARA LUZ UV

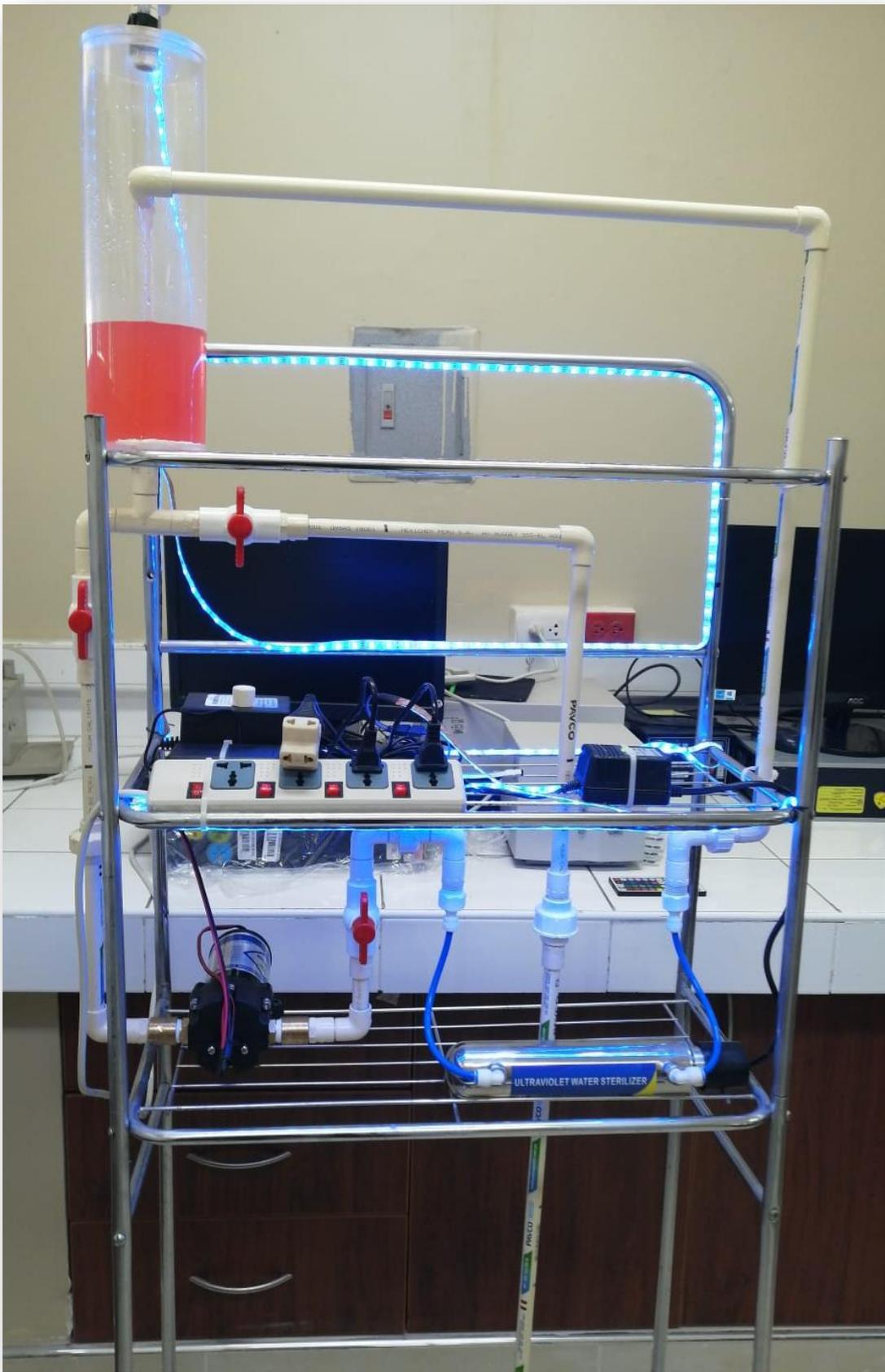


ANEXO 6: Reactivos usados: Dióxido de titanio, azorrubina y agua ultrapura.



ANEXO 7: Sistema Fotoreactor batch: En construcción / En operatividad.





ANEXO 8: Laboratorio del Departamento de ingeniería forense – DICRI PNP



ANEXO 9: Degradación de la concentración del colorante azorrubina E - 122, en función del tiempo o, tomadas en 0, 60, 120, 180, 240, 300 y 360 minutos



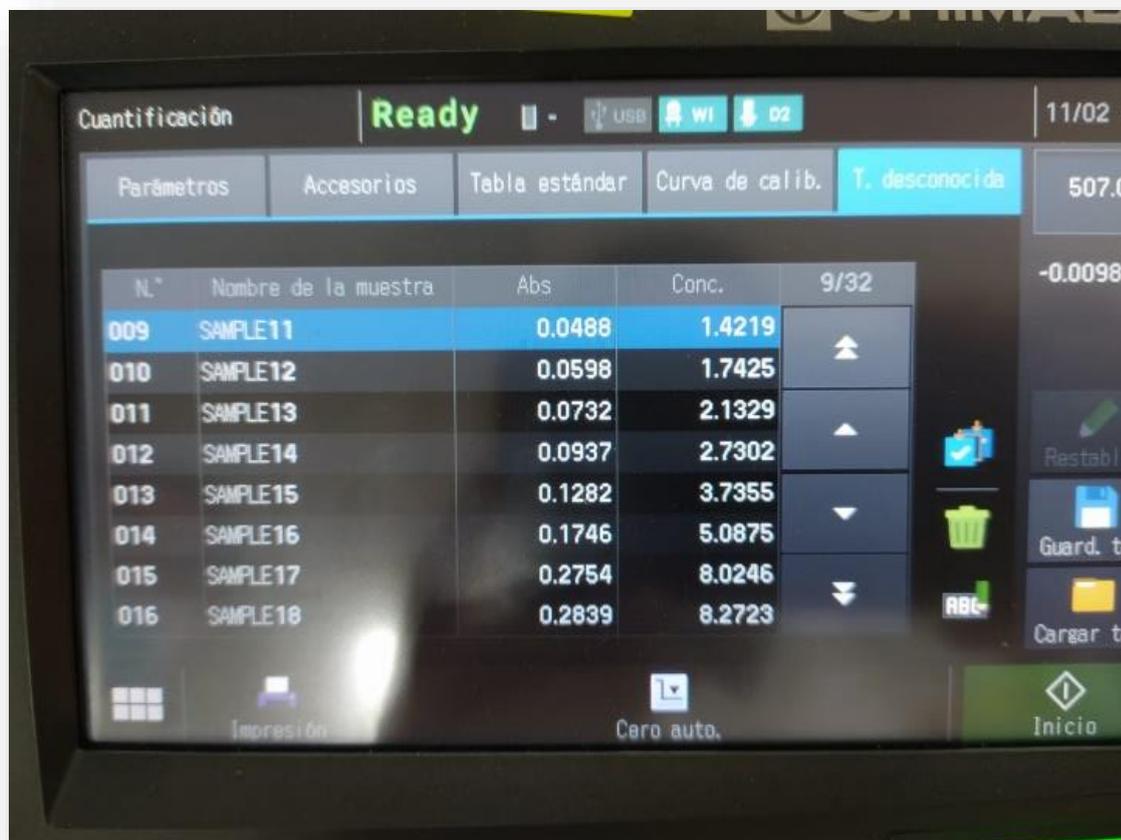
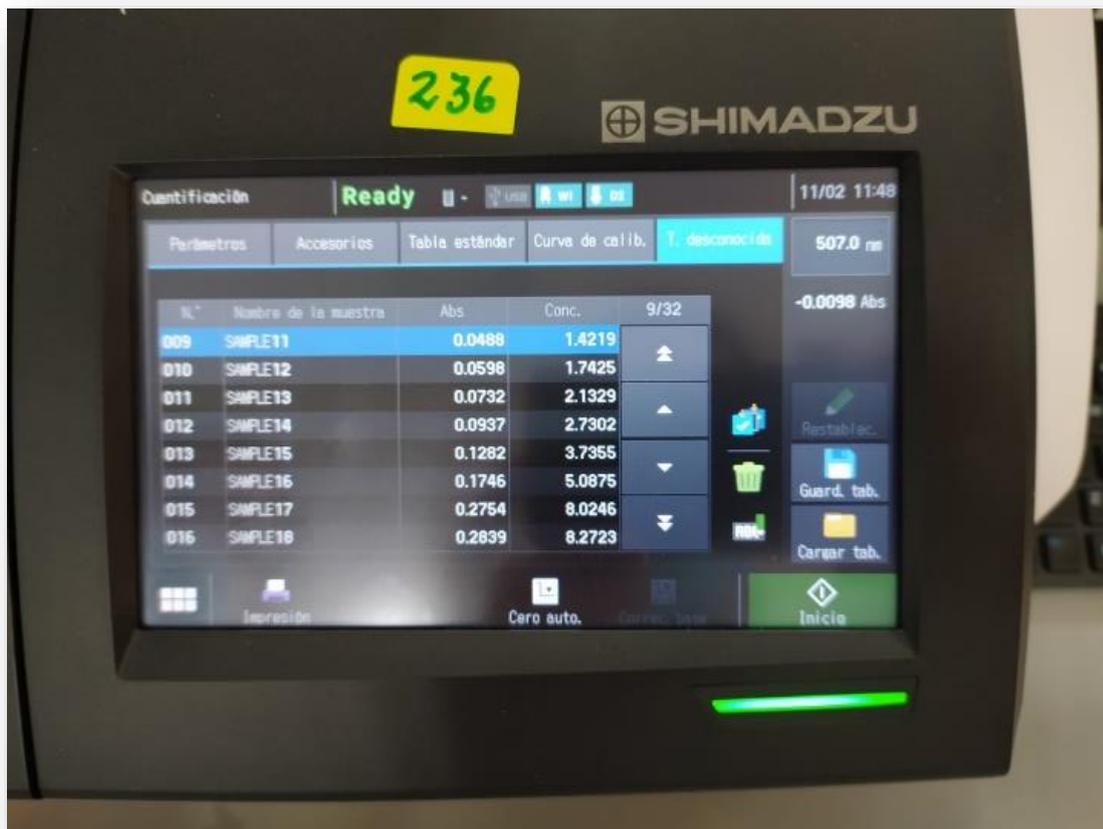
ANEXO 10: Reporte de las lecturas de las absorbancias leídas en el equipo espectrofotómetro UV Shimadzu de las diferentes muestras.

The screenshot shows the 'Cuantificación' (Quantification) screen of a Shimadzu UV spectrophotometer. The status is 'Ready'. The screen displays a table with columns for sample number (N.º), sample name, absorbance (Abs), and concentration (Conc.). The current page is 17/32. The data is as follows:

N.º	Nombre de la muestra	Abs	Conc.
017	SAMPLE19	0.0093	0.2710
018	SAMPLE20	0.0097	0.2826
019	SAMPLE21	0.0131	0.3817
020	SAMPLE22	0.0212	0.6177
021	SAMPLE23	0.0273	0.7955
022	SAMPLE24	0.0656	1.9115
023	SAMPLE25	0.1218	3.5490
024	SAMPLE26	0.1038	3.0245

The screenshot shows the 'Cuantificación' (Quantification) screen of a Shimadzu UV spectrophotometer. The status is 'Ready'. The screen displays a table with columns for sample number (N.º), sample name, absorbance (Abs), and concentration (Conc.). The current page is 25/32. The data is as follows:

N.º	Nombre de la muestra	Abs	Conc.
025	SAMPLE27	0.0160	0.4662
026	SAMPLE28	0.0206	0.6002
027	SAMPLE29	0.0399	1.1626
028	SAMPLE30	0.0487	1.4190
029	SAMPLE31	0.0734	2.1387
030	SAMPLE32	0.1478	4.3066
031	SAMPLE33	0.2458	7.1621
032	SAMPLE34	0.2187	6.3725



ANEXO 11: Tabla de datos de las muestras analizadas, para 15, 20 y 30 mg de catalizador.

Tiempo (min)	Absorbancia	Concentración (ppm)	Ln (Co/C)	Concentración Inicial (ppm)	%Degradación
0	0.1263	3.7398	0.0000	2	0.0000
60	0.0796	2.3360	0.4706		37.5368
120	0.0589	1.7137	0.7804		54.1767
180	0.0248	0.6887	1.6920		81.5846
240	0.017	0.4542	2.1082		87.8550
300	0.0131	0.3370	2.4067		90.9888
360	0.0141	0.3670	2.3214		90.1866
0	0.1363	4.0404	0.0000	5	0.0000
60	0.0932	2.7448	0.3866		32.0661
120	0.0516	1.4943	0.9947		63.0160
180	0.0340	0.9652	1.4318		76.1113
240	0.0235	0.6496	1.8277		83.9224
300	0.0145	0.3791	2.3663		90.6173
360	0.0106	0.2618	2.7365		93.5204
0	0.2495	7.4432	0.0000	10	0.0000
60	0.2383	7.1065	0.0463		4.5236
120	0.1755	5.2187	0.3551		29.8863
180	0.1500	4.4522	0.5139		40.1843
240	0.1278	3.7849	0.6763		49.1496
300	0.1000	2.9492	0.9258		60.3773
360	0.1232	3.6466	0.7135		51.0076
0	0.1331	3.8783	0.0000	2	0.0000
60	0.0736	2.4146	0.4739		37.7408
120	0.0322	0.9382	1.4192		75.8090
180	0.0192	0.5594	1.9363		85.5762
240	0.0132	0.3846	2.3109		90.0833
300	0.0860	0.2797	2.6294		92.7881
360	0.0860	0.2123	2.9052		94.5260
0	0.0835	2.4532	0.0000	5	0.0000
60	0.0468	1.3500	0.5973		44.9698
120	0.0220	0.6045	1.4007		75.3587
180	0.0190	0.5143	1.5623		79.0355
240	0.0149	0.3911	1.8362		84.0576
300	0.0132	0.3400	1.9762		86.1406
360	0.0124	0.3159	2.0497		87.1229
0	0.2754	8.0246	0.0000	10	0.0000
60	0.1746	5.0875	0.4557		36.6012
120	0.1282	3.7355	0.7646		53.4494
180	0.0937	2.7302	1.0781		65.9771
240	0.0732	2.1329	1.3250		73.4205

300	0.0598	1.7425	1.5272		78.2855
360	0.0488	1.4219	1.7305		82.2807
0	0.0680	1.9873	0.0000	2	0.0000
60	0.0422	1.2117	0.4948		39.0278
120	0.0257	0.7157	1.0213		63.9863
180	0.0165	0.4392	1.5096		77.8997
240	0.0115	0.2889	1.9285		85.4627
300	0.0070	0.1536	2.5602		92.2709
360	0.0042	0.0696	3.3518		96.4978
0	0.1218	3.5490	0.0000	5	0.0000
60	0.0656	1.9115	0.6188		46.1398
120	0.0273	0.7955	1.4955		77.5852
180	0.0212	0.6177	1.7484		82.5951
240	0.0131	0.3817	2.2298		89.2449
300	0.0097	0.2826	2.5304		92.0372
360	0.0093	0.2710	2.5723		92.3640
0	0.2458	7.1621	0.0000	10	0.0000
60	0.1478	4.3066	0.5087		39.8696
120	0.0734	2.1387	1.2086		70.1386
180	0.0487	1.4190	1.6189		80.1874
240	0.0399	1.1626	1.8181		83.7673
300	0.0206	0.6002	2.4793		91.6198
360	0.0160	0.4662	2.7319		93.4907