



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**



**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
FACULTAD DE BIOLOGÍA
FACULTAD DE INGENIERÍA CIVIL**

**PROGRAMA DE MAESTRÍA EN CIENCIAS
EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**TiO₂ dopado con Ce como soporte de Ag, síntesis y su aplicación antimicrobiana para
inhibir bacterias gramnegativas y grampositivas de interés médico**

TESIS

**Para obtener el grado de:
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

**Presenta el:
Q.F.B. LUIS ARCES PALOMINO BLAS**

**DIRECTOR DE TESIS:
D.C. ROBERTO GUERRA GONZÁLEZ**

**CODIRECTOR DE TESIS:
D.C. ARMANDO LÓPEZ MIRANDA**

Morelia, Michoacán, noviembre de 2023.

Resumen

Prevenir, controlar y tratar la contaminación en el agua se ha vuelto un tema relevante, ya que el agua es un recurso valioso y su alteración compromete la vida en todos los ecosistemas y al modelo de vida contemporáneo de los seres humanos. Encontrar métodos de tratamiento novedosos que maximicen su eficiencia y reduzcan su costo se ha vuelto prioridad. En el presente trabajo se sintetizaron nanopartículas de TiO_2 mediante el método de Pechini a las cuales se doparon con cerio, la plata se soportó mediante la técnica húmedo incipiente sobre la superficie. La finalidad de este material fue evaluar su efecto bactericida sobre microorganismos patógenos encontrados normalmente en cuerpos de agua y alimentos tales como: *Escherichia coli*, *Salmonella typhi*, *Staphylococcus aureus*.

Palabras clave: dióxido de titanio, cerio, plata, aguas residuales, bactericida, fotocatalisis.

Abstract

Preventing, controlling and treating water pollution has become a more relevant issue, as water is a valuable resource and its alteration compromises life in all ecosystems and the contemporary human life model. Finding novel treatment methods that maximize its efficiency and reduce its cost has become a priority. In the present work, TiO_2 nanoparticles were synthesized by the Pechini method and doped with cerium, the silver was supported by the wet incipient technique on the surface. The purpose of this material is to evaluate its bactericidal effect on pathogenic microorganisms normally found in water bodies and food such as: *Escherichia coli*, *Salmonella typhi*, *Staphylococcus aureus*.

Agradecimientos

A LA UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

Mediante la división de estudios de maestría en ciencias en ingeniería ambiental por la formación en mis estudios de posgrado.

AL POSGRADO DE INGENIERÍA AMBIENTAL

Por las facilidades brindadas y el apoyo de los equipos durante mi estancia de investigación.

AL PROGRAMA INSTITUCIONAL DE LICENCIATURA EN INGENIERÍA AMBIENTAL

Por el apoyo para realizar dichos estudios y procesos dentro de sus laboratorios, por las facilidades brindadas y el apoyo en los equipos durante mi estancia de investigación.

AL INSTITUTO DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS

Por su apoyo para realizar la caracterización de los materiales sintetizados para poder desarrollar la presente tesis.

AL CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA

Por las facilidades brindadas y el apoyo de los equipos.

AL D.C. ROBERTO GUERRA GONZÁLEZ

Asesor de este proyecto, por su valiosa instrucción y aportación en mi formación profesional.

AL D.C. ARMANDO LÓPEZ MIRANDA

Coasesor de este proyecto, por su valiosa instrucción y aportación en este proyecto.

A LA M.C. ALEJANDRA SANTANA CRUZ

Por su valioso apoyo y permitirme analizar las muestras en el equipo de DRX en la Universidad Autónoma Metropolitana (UAM) campus Azcapotzalco.

AL COMITÉ TUTORAL DE TESIS

Por sus valiosos aportes, sabiduría, y consejos.

A LA M.C. AMÉRICA ABISAY MONDRAGÓN HERRERA

Por todos estos años, gracias por estar conmigo, gracias por creer en mí, aun cuando ni yo mismo lo haga, gracias por ser mi soporte.

Índice

RESUMEN.....	1
ABSTRACT	1
ÍNDICE DE TABLAS	1
ÍNDICE DE FIGURAS.....	1
NOTACIÓN.....	1
1. INTRODUCCIÓN.....	1
2. MARCO TEÓRICO	3
2.1 Óxido de titanio.....	3
2.2 Óxido de cerio.....	3
2.3 Plata como bactericida.....	4
2.4 Método de Pechini.....	5
2.5 Tipos de bacterias.....	6
3. ANTECEDENTES.....	9
3.1 Métodos de síntesis para TiO_2	10
3.2 Dopaje del TiO_2 con diferentes metales	13
3.3 Aplicaciones del TiO_2	14
4. JUSTIFICACIÓN	15
5. HIPÓTESIS.....	16
6. OBJETIVOS	16
6.1 Objetivo general.....	16
6.2 Objetivos específicos	16
7. METODOLOGÍA.....	17
7.1 Síntesis de los materiales	17
7.2 Caracterización del material	22
7.3 Actividad antibacterial	23
8. ANÁLISIS DE RESULTADOS	26
8.1 Síntesis de materiales.....	26
8.2 Evaluación antimicrobial.....	60
8.3 Tabla resumen de las evaluaciones bactericidas.....	100
8.4 Análisis de Resultados	104
9. CONCLUSIONES.....	106
10. REFERENCIAS.....	108

Índice de Tablas

Tabla 1 Métodos de síntesis para TiO_2	12
Tabla 2 Dopaje del TiO_2 con diferentes metales.....	14
Tabla 3 Aplicaciones del TiO_2	15
Tabla 4 Componentes en porcentaje del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$	46
Tabla 5 Componentes en porcentaje del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag } 5\%$	53
Tabla 6 Componentes en porcentaje del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2$	55
Tabla 7 Componentes en porcentaje del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag } 5\%$	59
Tabla 8 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo para la <i>Escherichia coli</i>	60
Tabla 9 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo para la <i>Salmonella typhimurium</i>	61
Tabla 10 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Escherichia coli</i>	62
Tabla 11 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Salmonella typhi</i>	65
Tabla 12 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Salmonella typhimurium</i>	69
Tabla 13 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Salmonella enterica</i>	76
Tabla 14 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Staphylococcus aureus</i>	79

Tabla 15 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Citrobacter freundii</i>	82
Tabla 16 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Klebsiella pneumoniae</i>	85
Tabla 17 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Enterococcus faecalis</i>	88
Tabla 18 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Proteus mirabilis</i>	91
Tabla 19 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para <i>Shigella sonnei</i>	94
Tabla 20 Evaluación bactericida en agua de zoológico del estanque de rinocerontes	99
Tabla 21 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz visible e impregnación de plata al 3%	101
Tabla 22 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz visible e impregnación de plata al 5%	102
Tabla 23 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz UV e impregnación de plata al 3%	102
Tabla 24 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz UV e impregnación de plata al 3%	103

Índice de Figuras

Ilustración 1. Diagrama de síntesis para la obtención de TiO_2	19
Ilustración 2 Diagrama de síntesis para la obtención de CeO_2	20
Ilustración 3 Diagrama de síntesis para la obtención de $\text{Ti}_{1-x}\text{Ce}_x\text{O}_2$	21
Ilustración 4 Difractograma del material TiO_2	26
Ilustración 5 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.98}\text{Ce}_{0.02}\text{O}_2$	27
Ilustración 6 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.96}\text{Ce}_{0.04}\text{O}_2$	28

Ilustración 7 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.06}\text{O}_2$	29
Ilustración 8 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.08}\text{O}_2$	30
Ilustración 9 Difractograma del material CeO_2	31
Ilustración 10 Difractograma del material TiO_2/Ag 3%	32
Ilustración 11 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.98}\text{Ce}_{0.02}\text{O}_2/\text{Ag}$ 3%	33
Ilustración 12 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.96}\text{Ce}_{0.04}\text{O}_2/\text{Ag}$ 3%	34
Ilustración 13 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.06}\text{O}_2/\text{Ag}$ 3%	35
Ilustración 14 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.08}\text{O}_2/\text{Ag}$ 3%	36
Ilustración 15 Difractograma del material CeO_2/Ag 3%	37
Ilustración 16 Difractograma del material TiO_2/Ag 5%	38
Ilustración 17 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.98}\text{Ce}_{0.02}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	39
Ilustración 18 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.96}\text{Ce}_{0.04}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	40
Ilustración 19 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.06}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	41
Ilustración 20 Difractograma del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.08}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	42
Ilustración 21 Difractograma del material CeO_2/Ag 5%	43
Ilustración 22 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$ a 250X	44
Ilustración 23 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$ a 1,000X	45
Ilustración 24 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$ a 2,500X	45
Ilustración 25 Espectroscopia de energía dispersa del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$	46
Ilustración 26 Mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$	47
Ilustración 27 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 5,000X	48
Ilustración 28 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 2,500X	49
Ilustración 29 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 500X	50
Ilustración 30 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 40,000X	51
Ilustración 31 Espectroscopia de energía dispersa del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	51
Ilustración 32 Mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	52
Ilustración 33 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2$ a 1,000X	53
Ilustración 34 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2$ a 2,500X	54
Ilustración 35 Espectroscopia de energía dispersa del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2$	54

Ilustración 36 Mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2$	55
Ilustración 37 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 10,000X	56
Ilustración 38 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 2,500X.....	57
Ilustración 39 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 1,100X.....	57
Ilustración 40 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 500X	58
Ilustración 41 Espectroscopia de energía dispersa del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%.....	58
Ilustración 42 Mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%	59
Ilustración 43 Escherichia coli en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata.....	63
Ilustración 44 Escherichia coli en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata.....	63
Ilustración 45 Escherichia coli en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata.....	64
Ilustración 46 Escherichia coli en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata.....	64
Ilustración 47 Salmonella typhi en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata....	66
Ilustración 48 Salmonella typhi en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata....	66
Ilustración 49 Salmonella typhi en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	67
Ilustración 50 Salmonella typhi en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	67
Ilustración 51 Salmonella typhimurium en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (2 mg/ml).....	70
Ilustración 52 Salmonella typhimurium en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (2 mg/ml).....	70
Ilustración 53 Salmonella typhimurium en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml).....	71
Ilustración 54 Salmonella typhimurium en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml).....	71
Ilustración 55 Salmonella typhimurium en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml).....	72
Ilustración 56 Salmonella typhimurium en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml).....	72
Ilustración 57 Salmonella typhimurium en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml) pH=6.0	73

Ilustración 58 <i>Salmonella typhimurium</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml) pH=6.0	73
Ilustración 59 <i>Salmonella typhimurium</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml) pH=8.0	74
Ilustración 60 <i>Salmonella typhimurium</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml) pH=8.0	74
Ilustración 61 <i>Salmonella enterica</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata	76
Ilustración 62 <i>Salmonella enterica</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata	77
Ilustración 63 <i>Salmonella enterica</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata ...	77
Ilustración 64 <i>Salmonella enterica</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata ...	78
Ilustración 65 <i>Staphylococcus aureus</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata	80
Ilustración 66 <i>Staphylococcus aureus</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata	80
Ilustración 67 <i>Staphylococcus aureus</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	81
Ilustración 68 <i>Staphylococcus aureus</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	81
Ilustración 69 <i>Citrobacter freundii</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata	83
Ilustración 70 <i>Citrobacter freundii</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata	83
Ilustración 71 <i>Citrobacter freundii</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	84
Ilustración 72 <i>Citrobacter freundii</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	84
Ilustración 73 <i>Klebsiella pneumoniae</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata	86
Ilustración 74 <i>Klebsiella pneumoniae</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata	86

Ilustración 75 <i>Klebsiella pneumoniae</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	87
Ilustración 76 <i>Klebsiella pneumoniae</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	87
Ilustración 77 <i>Enterococcus faecalis</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata	89
Ilustración 78 <i>Enterococcus faecalis</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata	89
Ilustración 79 <i>Enterococcus faecalis</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	90
Ilustración 80 <i>Enterococcus faecalis</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	90
Ilustración 81 <i>Proteus mirabilis</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata ...	92
Ilustración 82 <i>Proteus mirabilis</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata ...	92
Ilustración 83 <i>Proteus mirabilis</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	93
Ilustración 84 <i>Proteus mirabilis</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	93
Ilustración 85 <i>Shigella sonnei</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata	95
Ilustración 86 <i>Shigella sonnei</i> en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata	95
Ilustración 87 <i>Shigella sonnei</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata	96
Ilustración 88 <i>Shigella sonnei</i> en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata	96
Ilustración 89 Tanque con los materiales en funcionamiento	98
Ilustración 90 Gráfica de la evaluación bactericida en agua de zoológico del estanque de rinocerontes	99

Notación

MONPs: Nanopartículas de óxido metálicas.

TiO₂: Dióxido de Titanio

Ce: Cerio

Ag: Plata

CeO₂: Óxido de cerio

100: Dióxido de titanio

98: Dióxido de titanio dopado con 2% de cerio

96: Dióxido de titanio dopado con 4% de cerio

94: Dióxido de titanio dopado con 6% de cerio

92: Dióxido de titanio dopado con 8% de cerio

1003: Dióxido de titanio impregnado con 3% de plata

983: Dióxido de titanio dopado con 2% de cerio e impregnado con 3% de plata

963: Dióxido de titanio dopado con 4% de cerio e impregnado con 3% de plata

943: Dióxido de titanio dopado con 6% de cerio e impregnado con 3% de plata

923: Dióxido de titanio dopado con 8% de cerio e impregnado con 3% de plata

Ce3: Óxido de cerio impregnado con 3% de plata

1005: Dióxido de titanio

985: Dióxido de titanio dopado con 2% de cerio e impregnado con 5% de plata

965: Dióxido de titanio dopado con 4% de cerio e impregnado con 5% de plata

945: Dióxido de titanio dopado con 6% de cerio e impregnado con 5% de plata

925: Dióxido de titanio dopado con 8% de cerio e impregnado con 5% de plata

Ce5: Óxido de cerio impregnado con 5% de plata

96x: Dióxido de titanio dopado con 4% de cerio e impregnado con x% de plata

94x: Dióxido de titanio dopado con 6% de cerio e impregnado con x% de plata

92x: Dióxido de titanio dopado con 8% de cerio e impregnado con x% de plata

$Ti_{1-x}Ce_xO_2$: Dióxido de titanio dopado con n porcentaje de cerio

DRX: Difracción de Rayos X

MEB: Microscopio electrónico de barrido

ATCC: American Type Culture Collection

CFU: Unidad formadora de colonias

CMI: Concentración Mínima Inhibitoria

CMB: Concentración Mínima Bactericida



1. Introducción

Vivimos en tiempos críticos para el cuidado y protección del medio ambiente. La población a nivel mundial ha aumentado y así mismo la demanda de los recursos naturales. Lamentablemente el estado en que se encuentran año con año se ve amenazado por diversos factores que comprometen y/o dificultan su utilidad. Las concentraciones de contaminantes se incrementan y con ello nuestra obligación de exigir e implementar medidas que logren no solo parar el deterioro hecho, sino mitigar el daño que haya surgido.

El agua es un recurso primordial y un derecho según la Resolución 64/292 de la Asamblea General de las Naciones Unidas (Naciones Unidas, 2010), lamentablemente hay ocasiones donde el agua no es apta para el consumo humano.

Uno de los condicionantes que impiden que el agua sea apta o no para el consumo humano es la carga de microorganismos potencialmente patógenos, ya que la salud de las personas se ve seriamente comprometida. Mundialmente, las infecciones gastrointestinales son una de las causas más importantes de mortalidad entre los lactantes y niños. Se ha estimado que en Asia, África y Latinoamérica la probabilidad de que un niño muera antes de los 5 años puede llegar a 50%, aunque esto depende de factores socioeconómicos y nutricionales (Hernández Cortez et al., 2011; Ospina Lozano, 2018; Vila et al., 2009). De ahí la importancia de encontrar y diseñar nuevos métodos y técnicas para la desinfección de este líquido que es vital.

El uso de fotocatalizadores ha surgido como una alternativa prometedora para la desinfección y además se han estado estudiando diversos materiales que permitan degradar contaminantes de diversas fuentes como los residuos de pesticidas, medicamentos y colorantes (Miyauchi et al., 2020; Nekooie et al., 2021; Pawar et al., 2018; Ren et al., 2020). Los fotocatalizadores al necesitar solamente luz solar prometen disminuir el costo económico del proceso de desinfección del agua (Sixto Malato et al., 2016). Las bacterias patógenas de origen fecal suelen ser el principal microorganismo contaminante de las aguas residuales (Rizzo, 2009) y su presencia compromete el uso del agua; ya sea para consumo humano, agrícola o por su presencia en el medio ambiente.

El uso de nanopartículas de óxido metálicas (MONPs) ha demostrado su eficacia como agentes antimicrobianos (Azam et al., 2012). El dióxido de titanio (TiO_2) presenta actividad



fotocatalítica y se ha utilizado como un material novedoso para la eliminación de bacterias (Akhavan, 2009). No todas las fases presentan la misma actividad fotocatalítica ni la misma estabilidad, de las tres estructuras cristalinas que existen, solo anatasa y rutilo presentan actividad fotocatalítica, mientras que la brookita por su poca estabilidad, no presenta dicha actividad (Fujishima et al., 2008). La eliminación bacteriana es debido a la formación de especies reactivas de oxígeno (ROS) las cuales ocasionan daños críticos a las estructuras celulares de las bacterias (Moongraksathum & Chen, 2018).

La fase anatasa del TiO_2 genera huecos y una excitación en los electrones cuando es expuesta a la luz, estos agujeros son atrapados por moléculas de agua y se generan radicales hidroxilos, los cuales son responsables de la degradación de contaminantes orgánicos (S. Malato et al., 2009). El uso de TiO_2 presenta una ligera desventaja al funcionar solamente bajo luz ultravioleta (McCullagh et al., 2007), para solucionar esto diversas heteroestructuras (Prado-Prone et al., 2018) y diversos dopajes se han probado (Shu & Shan, 2013; Zi-shang et al., 2018) para permitir activar al TiO_2 utilizando solo luz natural. El dopaje con partículas plata en TiO_2 ha demostrado buenos resultados al disminuir el band gap permitiendo al TiO_2 trabajar bajo la luz visible (G. Zhang et al., 2021), diversos autores concuerdan en que la plata mejora la actividad fotocatalítica (Chaker et al., 2020; Espino-Estévez et al., 2016; Liang et al., 2012) debido a que reducen la tasa de recombinación de sus portadores de carga foto-excitados además de incrementar la superficie de adsorción (X. Yuan et al., 2020). El cerio también funciona como un excelente elemento de dopaje para el TiO_2 , ya que al igual que la plata permite que el TiO_2 funcione con luz visible aumentando su capacidad como un material bactericida (Cheng et al., 2016; Fan et al., 2015). El dopaje con Ce y/o Ag limita el crecimiento del tamaño del cristal y restringe la transformación de la fase anatasa a rutilo (Zi-shang et al., 2018), diversos autores adjudican este resultado debido a que los iones Ce y Ag entran dentro de la red de TiO_2 , provocando una expansión y distorsión de la red cristalina de anatasa (Cacciotti et al., 2011; Fan et al., 2015).

Las nanopartículas de plata han sido utilizadas como agentes bactericidas con un amplio espectro de eficacia, tanto gramnegativas como grampositivas son susceptibles a los efectos causados por este metal (Biao et al., 2017; Chudasama et al., 2010; Shang et al., 2019; X. Zhang et al., 2019). La eficacia bactericida depende de diversas propiedades fisicoquímicas



entre las que destacan su tamaño, carga superficial y del agente estabilizante (Kędziora et al., 2018). Hasta el momento se cree que las nanopartículas de plata presentan diferentes mecanismos bactericidas entre los que se encuentran: adherencia a la pared y membrana celular, daño a biomoléculas y estructuras intracelulares inducido por los iones plata y las nanopartículas de plata y el estrés oxidativo (Yin et al., 2020).

2. Marco Teórico

2.1 Óxido de titanio

El interés particular en el óxido de titanio (TiO_2) se ha incrementado en los últimos años y se ha considerado como el semiconductor ideal para la fotocatalisis, debido a que cuenta con una gran estabilidad, su costo es bajo y no es toxico para humanos y medio ambiente. En 1972 se registra el descubrimiento del efecto Honda-Fujushima, el cual describe la capacidad del TiO_2 junto con un electrodo de platino de descomponer el agua en oxígeno e hidrógeno usando solo a energía radiada por la luz (Fujushima & Honda, 1972). Estudios han demostrado que la mejor actividad catalítica del óxido de titanio es cuando está en forma de nanopartículas (Han & Bai, 2009). El TiO_2 funciona como un excelente catalizador bajo la luz ultravioleta, lamentablemente la energía de la luz UV es en su mayor parte detenida en la atmósfera teniendo como consecuencia una actividad fotocatalítica limitada. Otra limitante importante del uso del TiO_2 como fotocatalizador es la recombinación masiva del hueco-electrón fotogenerado, lo cual limita su eficacia (Gao et al., 2014).

2.2 Óxido de cerio

El óxido de cerio se ha propuesto como un material adecuado para el dopaje del TiO_2 , ya que permite reducir el band gap y permitiendo así la capacidad de trabajar bajo condiciones de luz solar. Diversos estudios han reportado que el dopaje con cerio sobre la superficie de óxido de titanio muestra una mejoría considerable en la tasa de degradación e inclusive se añade la posibilidad de ser reutilizado para más ciclos (Chaker et al., 2020; X. Liu et al., 2018).



Además, el cerio podría lograr un efecto sinérgico con el TiO_2 , ya que si estando Ce^{4+} sobre la superficie puede atrapar electrones formando Ce^{3+} que también reacciona con O_2 para formar radicales $\text{O}_2^{\cdot-}$ y Ce^{4+} que permitirían las reacciones subsecuentes que generarían las especies reactivas encargadas de la degradación de la materia (Hua et al., 2019).

Un recubrimiento del 5% en peso de CeO_2 en 95% en peso de TiO_2 mostró excelentes resultados como un material bactericida, 95% de eficiencia bactericida en el material dopado en contraste con la eficiencia bactericida de 85% del material sin dopar bajo condiciones de luz solar (Wang et al., 2010).

2.3 Plata como bactericida

La plata ha sido utilizada desde hace miles de años por la humanidad para fines tan diversos como joyería, utensilios, moneda, fotografía o explosivos. Las sales de plata también han sido utilizadas en la medicina, su uso como desinfectante está reportado desde el siglo I antes de cristo. Ejemplo de ello es el uso del nitrato de plata como medicina en el año 69 antes de cristo (Alexander, Wesley, 2009).

El efecto biológico de la plata está determinado por su estado en solución. Se ha demostrado la disminución de la toxicidad de la plata en las células cuando existe la presencia de la albumina lo que puede ser atribuido a la plata enlazándose a las proteínas (Kittler et al., 2010). Otro de los mecanismos propuestos es rasgadura de la membrana celular (Choi et al., 2008). Se ha propuesto que en disolución acuosa interfiere en la cadena de transporte de electrones, en la unión al ADN cromosomático, e interacciona con la membrana celular y con el grupo tiol de ciertas enzimas, inhibiéndolas (Silver et al., 1999; Thurman et al., 1989). Se ha reportado además la formación de especies reactivas de oxígeno (ROS) las cuales también cuentan con la capacidad de inhibir el crecimiento bacteriano (Carlson et al., 2008; Valodkar et al., 2011). Es por ello por lo que a pesar de que la plata cuenta con diferentes mecanismos bactericidas, no se cuenta con un consenso general sobre el origen toxicológico de la plata (Chernousova & Eppele, 2013). El comportamiento de la plata depende del medio donde se encuentre, se ha demostrado que las nanopartículas de plata liberan iones de plata más rápidamente en una solución ácida que en una solución neutra (Jacob et al., 2019). Las bacterias gramnegativas



son más susceptibles a las nanopartículas de plata, la gruesa pared celular de las grampositivas puede reducir la penetración de las nanopartículas en las células (Meikle et al., 2020).

2.4 Método de Pechini

El método Pechini, también conocido como método de precursores poliméricos, se basa en la formación de un quelato a partir de cationes metálicos (disueltos como sales en la solución) con un ácido carboxílico (como el ácido cítrico), después de la formación de este quelato y con la ayuda de un polialcohol (como el etilenglicol) los quelatos se enlazan de forma cruzada para crear un gel a través de la poliesterificación. Dicho gel es calentado quedando como resultado una resina. Posteriormente, se da un tratamiento térmico extra a temperaturas más elevadas de 500 °C-900 °C, donde la resina se descompone y se eliminan los excesos de materia orgánica presente, finalmente, se obtiene un óxido mixto.

Se pueden utilizar diversas sales catiónicas como cloruros, carbonatos, hidróxidos, isopropóxidos y nitratos.

En los métodos tradicionales de sol-gel, las partículas forman parte de una estructura de gel, mientras que en el método de Pechini, los cationes metálicos quedan atrapados en el gel polimérico. Esto limita la capacidad de crecimiento y permite obtener tamaños y formas controladas lo que conlleva a la formación de aglomerados de cristales. El tamaño del producto final está controlado, hasta cierto punto, por el proceso de sinterización y la concentración inicial de metales en el gel. Tiene diversas ventajas entre las cuales se encuentran: homogeneidad, tamaño uniforme de partículas, gran área superficial, menor aglomeración y no se requiere de personal o equipo especializado para su ejecución (Chen et al., 2018; Dimesso, 2017).



2.5 Tipos de bacterias

2.5.1 *Escherichia coli*

La *Escherichia coli* es una bacteria gramnegativa que habita a lo largo del tracto intestinal en animales de sangre caliente, como los humanos. Es de las bacterias más comunes en la microbiota del tracto intestinal. Se puede encontrar por lo regular en las heces fecales y su presencia en cuerpos de agua sirve para valorar el nivel de calidad de agua. Tiene forma de bacilo, crece preferentemente a temperaturas de 37 °C, se replica en menos de 20 minutos. En los últimos años se han reportado casos de resistencia a los antibióticos por parte de la *E. coli* (Malagi et al., 2020). La mayoría de las cepas de *E. coli* son inocuas, sin embargo, existen cepas extremadamente peligrosas como la *E. coli* O157:H7 que puede ocasionar el síndrome urémico hemolítico o diarrea hemorrágica (Jang et al., 2017; D. Liu, 2019).

2.5.2 *Salmonella typhi*

La *Salmonella enterica* subsp. *enterica* serotipo *typhi* o *Salmonella typhi* es una bacteria gramnegativa, en forma de bacilo, parte del microbiota del tracto gastrointestinal. Produce la fiebre tifoidea, una enfermedad recurrente en países con poca higiene y desinfección. El humano es el único huésped conocido de esta bacteria. Se ha reportado resistencia a las fluoroquinolonas, ceftriaxona, azitromicina, ampicilina, cloranfenicol, trimetoprim-sulfametoxazol, aminoglucósidos, ácido nalidíxico (Karkey et al., 2018). Es por ello por lo que la *S. typhi* se ha vuelto un tema de preocupación para la salud pública.

2.5.3 *Staphylococcus aureus*

El *Staphylococcus aureus* es una bacteria grampositiva que se puede encontrar en la piel de personas sanas, siendo también encontrado en cerdos y caballos, generando preocupación en los sistemas de salud pública, ya que podrían generar mutaciones dando cepas más letales y resistentes (Kittl et al., 2020). *S. aureus* es causante de una gran variedad de infecciones; desde infecciones fáciles de tratar en la piel hasta infecciones letales como septicemia,



endocarditis infecciosa y neumonía. Es oportunista y capaz de crecer en aguas con altas concentraciones de sal. Es resistente a la meticilina, clindamicina y vancomicina, entre otros (Ondusko & Nolt, 2018). Diversos estudios han reportado su preocupación ante cepas cada vez más resistentes (Graham et al., 2006; Guo et al., 2020).

2.5.4 *Salmonella enteriditis*

Las infecciones por *Salmonella* no tifoidea se asocian con frecuencia a las aves de corral, los productos cárnicos, los huevos y los productos frescos contaminados; sin embargo, las fuentes de contaminación animal pueden ser muy diferentes según el estado. Los síntomas de la infección por *Salmonella*, o salmonelosis, pueden manifestarse entre 12 y 72 horas después de la exposición y se caracterizan por una aparición aguda de fiebre, diarrea y calambres abdominales. La enfermedad gastrointestinal causada por *Salmonella* suele resolverse por sí sola en unos pocos días, pero las poblaciones vulnerables (por ejemplo, los niños menores de 5 años, los ancianos y los pacientes inmunodeprimidos) tienen más probabilidades de desarrollar complicaciones graves, como la bacteriemia (Morgado et al., 2021).

2.5.5 *Salmonella typhimurium*

Los síntomas de la enfermedad en humanos incluyen dolor de cabeza, fiebre, calambres abdominales, diarrea y vómitos. La infección por *Salmonella* no tifoidea suele ser autolimitada, aunque los casos graves pueden requerir una intervención antimicrobiana. La transmisión de *Salmonella* a través de los alimentos sigue siendo un importante problema de salud pública, con un estimado de 79 millones de casos de enfermedad y 59.000 muertes reportadas por la Organización Mundial de la Salud en 2010. Dependiendo de la región geográfica, la proporción de casos de salmonelosis de origen alimentario debidos al consumo de alimentos de origen animal oscila entre el 77% y el 89%. Los seres humanos pueden adquirir *Salmonella typhimurium* a través del consumo de huevos, carne de ave, carne roja, frutas y verduras contaminadas (Jia et al., 2020).



2.5.6. *Klebsiella pneumoniae*

Klebsiella pneumoniae es un patógeno oportunista común que causa frecuentemente infecciones nosocomiales, como neumonía, meningitis, infecciones del torrente sanguíneo y del tracto urinario. Además, *K. pneumoniae* tiene el potencial de causar infecciones como abscesos hepáticos, endoftalmitis y meningitis, en individuos sanos (Zhu et al., 2021).

2.5.7 *Citrobacter freundii*

Las especies de *Citrobacter* pertenecen a un grupo de bacilos facultativos anaerobios, bacilos gramnegativos dentro de la familia Enterobacteriaceae. Se encuentran con frecuencia en el agua, el suelo los alimentos y los intestinos de los animales y los seres humanos. Anteriormente como contaminantes ambientales o colonizadores de baja virulencia, ahora se sabe que causan un amplio espectro de infecciones en el tracto urinario, el hígado, las vías biliares, el peritoneo, los intestinos, los huesos, las vías respiratorio, el endocardio, las heridas, los tejidos blandos, las meninges y el torrente sanguíneo (L. H. Liu et al., 2018).

2.5.8 *Proteus mirabilis*

Proteus mirabilis es una bacteria gramnegativa con forma de bastón que existe ampliamente en el entorno natural, y es conocida por su motilidad en forma de enjambre y su actividad ureásica. es el principal patógeno causante de infecciones complicadas del tracto urinario (ITU), especialmente de las infecciones del tracto urinario asociadas a catéteres y, en la mayoría de los casos, se acompaña de retención de orina e ITU ascendente, causando cistitis, pielonefritis y el desarrollo de cálculos vesicales o cálculos renales, o incluso complicaciones mortales como la septicemia y el shock endotóxico (F. Yuan et al., 2021).



2.5.9 *Enterococcus faecalis*

Los enterococos, es una de las causas más comunes de las infecciones asociadas a los hospitales, son responsables de una morbilidad y mortalidad considerables. El *Enterococcus faecalis*, es la especie más común y virulenta, causa graves infecciones de alto inóculo, concretamente endocarditis infecciosa, que se asocian a la cirugía cardíaca y a unas tasas de mortalidad que no han variado en los últimos 30 años (Beganovic et al., 2018).

2.5.10 *Shigella sonnei*

La *Shigella* es una bacteria gramnegativa, anaerobia facultativa, no formadora de esporas y no móvil. La supervivencia de *S. sonnei* intracelularmente, sabotando la matanza fagocítica y evadiendo el sistema inmunitario del huésped, en particular las respuestas inflamatorias. Estos mecanismos y su naturaleza evolutiva de *S. sonnei* pueden dar lugar a la persistencia de infección durante un periodo más largo. La diarrea infecciosa provoca la pérdida de agua y el desequilibrio electrolítico, con dolor abdominal, calambres, fiebre vómitos; tenesmo (esfuerzo durante la defecación), pus y heces con sangre (Shad & Shad, 2021).

3. Antecedentes

A continuación, se muestran los diversos antecedentes utilizados para este trabajo, divididos en tres secciones: síntesis (TiO_2 sintetizado por diversos métodos como síntesis verde, técnica sonoquímica, sol-gel, coprecipitación, electroquímico y Pechini), por dopaje (con diversos metales como, Ce, Cu, Ag, La y Pd, observando una disminución en el band gap y un aumento en la eficiencia de degradación), y por ultimo por aplicación, observando las diversas propiedades del TiO_2 (remoción de fertilizantes, colorantes y como antimicrobial).



3.1 Métodos de síntesis para TiO_2

A continuación, en la Tabla 1, se presentan los antecedentes de síntesis de TiO_2 .

Autor(es)	Artículo	Tipo de Síntesis	Síntesis	Ventajas/Desventajas
Rao, T. N., Riyazuddin, Babji, P., Ahmad, N., Khan, R. A., Hassan, I., Shahzad, S. A., & Husain, F. M. (2019)	Green synthesis and structural classification of acacia nilotica mediated-silver doped titanium oxide (Ag/TiO_2) spherical nanoparticles: assessment of its antimicrobial and anticancer activity	Síntesis verde a partir del extracto de <i>acacia nilotica</i> .	20 ml de tetra-n-butilo ortotitanato por goteo a 50 ml de etanol absoluto, se agitó 20 min a temperatura ambiente (ta) agregando algunas gotas de HNO_3 65%, se agregó 1 mm de AgNO_3 y extracto de <i>acacia nilotica</i> respectivamente. se agitó 1 h. se agregó agua desionizada y se agitó hasta formación del gel, se guardó 1 día a ta, se secó a 80°C , 24 h. se calcinó a 400°C , 3 h.	Los reactivos son baratos y no necesita de equipos especializados, la obtención del extracto de <i>acacia nilotica</i> es difícil, ya que no es una especie presente en la región.
Bethi, B., Sonawane, S. H., Rohit, G. S., Holkar, C. R., Pinjari, D. V., Bhanvase, B. A., & Pandit, A. B. (2016)	Investigation of TiO_2 photocatalyst performance for decolourization in the presence of hydrodynamic	Técnica sonoquímica	10 ml de isopróxido de titanio, 2 ml de acetona y 2 ml de metanol fueron mezclados en un vaso de pp. se colocó en baño maría en el sonicador a 22 kHz. se añadió por goteo NaOH . Se sometió a sonicación 30 min y después se dejó reposar 30 min. el precipitado resultante se filtró, secó y calcinó a 200°C durante 2 h.	Los reactivos son accesibles y los tiempos de preparación son cortos. no se cuenta con un sonicador, en la metodología no se menciona las concentraciones usadas. partículas uniformes menores a 100 nm



	cavitation as hybrid AOP			
Moongraksathum, B., & Chen, Y. W. (2018)	Anatase TiO_2 co-doped with silver and ceria for antibacterial application	Método de peroxo sol-gel	2.94 ml de TiCl_4 se añadieron por goteo a 150 ml 1M HCl en agitación a 0°C. se añadió por goteo 1 M NH_4OH hasta ajustar pH a 8. se agitó 30 min, se filtró y lavo con agua destilada para eliminar los iones cloro. se dispersó en agua destilada en agitación constante. se añadió por goteo H_2O_2 30%wt en agitación constante durante 1h. se calentó a 95 °C 5 h. el dopaje con Ce y Ag se hizo sales derivadas por goteo a 95 °C.	Los reactivos son accesibles, tiempos de preparación son cortos y no es necesario equipo especializado. las partículas de Ce y Ag lograron quedar sobre la superficie del TiO_2 , puede ser reutilizado.
Wang, Y., Wu, Y., Yang, H., Xue, X., & Liu, Z. (2016)	Doping TiO_2 with boron or/and cerium elements: effects on photocatalytic antimicrobial activity	Método sol-gel.	10 ml de butóxido de titanio se disolvieron en 35 ml de etanol anhidro (sol. a). el nitrato de cerio se mezcló con 35 ml de etanol anhidro, 4 ml de ácido acético y 10 ml de agua destilada (sol. b). se añadió la sol. a por goteo a la sol. b en agitación constante. se agitó a ta 3h. se guardó 24 h. se secó el gel a 80 °C 24 h. se calcinó a 600 °C 2 h.	Los reactivos son baratos y se pueden conseguir. no es necesario equipo especializado. el band gap se logró disminuir y se consiguió una buena actividad fotocatalítica. los tiempos de preparación son largos aproximadamente 55 horas.
Lontio Fomekong, R., & Saruhan, B. (2019)	Synthesis of Co^{3+} doped TiO_2 by co-precipitation route and its gas sensing properties	Método de coprecipitación.	El acetato de cobalto se disolvió en ácido acético, el isopróxido de titanio se disolvió en etanol absoluto. se mezclaron las soluciones con una relación 1% mol de Co dopado en TiO_2 . se agitó 5 min. se diluyo ácido oxálico en etanol absoluto y se vertió en la solución mixta. se agitó 1 h. se filtró y se secó a 80 °C. se calcinó a 700 °C 3 h.	Los reactivos no son costosos, se cuenta con el material y el equipo. la presencia de Co al 1% incremento la presencia de la fase rutilo. lo utilizaron como sensor de gases de NO_2 Y H_2 , así que su actividad fotocatalítica no está comprobada.



Anandgaonker, P., Kulkarni, G., Gaikwad, S., & Rajbhoj, A. (2019).	Synthesis of TiO_2 nanoparticles by electrochemical method and their antibacterial application	Método electroquímico.	Se usó en una hoja de metal de titanio (1 cm^2) como ánodo y una hoja de platino (1 cm^2) como el cátodo, colocados a 1 cm de distancia. el bromuro de tetrapropil amonio (TPAB - $0,01 \text{ M}$) en n acetonitrilo/tetrahidrofurano (4:1) sirvió como electrolito de apoyo. se aplicó una densidad de corriente de 10 y 14 mA/cm^2 en una atmósfera de N_2 . se decantó y lavo 3 veces con tetrahidrofurano para quitar el exceso de TPAB y se guardó en un desecador. se calcinó a 550°C .	Se obtuvo una eficiencia del 95% . una mayor densidad de corriente da partículas más pequeñas. las partículas fueron eficaces al eliminar los microorganismos. la preparación del material es rápida. los reactivos pudieran ser un poco caros y de difícil acceso.
Souza, D. R., Neves, J. V. S., França, Y. K. S., & Malheiro, W. C. (2021)	TiO_2 synthesis by the Pechini's method and application for diclofenac photodegradation	Método de Pechini	El ácido cítrico se añadió en $35,0 \text{ ml}$ de agua desionizada. después, se añadió gradualmente isopropóxido de titanio con una relación molar $\text{AC}:\text{M}^+$ de $2:1$. se mantuvo a 80°C y se agitó durante 2 h . después, se añadió gradualmente etilenglicol con una relación molar de $2:1$ (ácido cítrico: etilenglicol). esta reacción se llevó a 100°C . se calcino a 400°C . se molió y tamizo el polvo y finalmente se le dio un tratamiento térmico a 500°C 1 h . se separó la muestra en dos tratamientos térmicos extras a 600°C y 700°C 1 h .	El aumento de la proporción de la fase rutilo mostró una mejora en el rendimiento fotocatalítico, ya que las muestras calcinadas a 600°C mostraron un mayor rendimiento de fotodegradación. el equilibrio de las fases puede influir no sólo en la energía del band gap, sino también favorecer el intercambio de cargas entre las fases cristalinas, aumentando la velocidad de las reacciones redox en sus superficies.

Tabla 1 Métodos de síntesis para TiO_2



3.2 Dopaje del TiO₂ con diferentes metales

A continuación, en la Tabla 2 se presentan los antecedentes para el dopaje de TiO₂ con diferentes metales.

Autor(es)	Artículo	Dopaje	Síntesis	Conclusiones
Luo, D., Bi, Y., Kan, W., Zhang, N., & Hong, S. (2011)	Copper and cerium co-doped titanium dioxide on catalytic photo reduction of carbon dioxide with water: experimental and theoretical studies	Ce–Cu/TiO ₂ y Cu–Ce/TiO ₂ .	Los catalizadores de Cu/Ce-TiO ₂ se prepararon a través del método de impregnación humedad incipiente. Se impregnó el TiO ₂ con solución de Cu (NO ₃) ₂ y Ce (NO ₃) ₄ durante 24 h. Se seco a 100 °C 1h. Se calcinó a 500 °C 5 h y se redujo a 300 °C 7 h bajo un flujo de 5% H ₂ /N ₂ .	Se prepararon dos materiales distintos Ce–Cu/TiO ₂ y Cu–Ce/TiO ₂ , dependiendo del material deseado influía en el orden en que se agregaba el reactivo. El recubrimiento primario con Ce obtuvo mejores resultados, la relación óptima de Cu es de 2%.
Zheng, X., Zhang, D., Gao, Y., Wu, Y., Liu, Q., & Zhu, X. (2019)	Synthesis and characterization of cubic Ag/TiO ₂ nanocomposites for the photocatalytic degradation of methyl orange in aqueous solutions	Ag/TiO ₂	2 ml de butóxido de titanio se agregaron a 10 ml de etanol absoluto en agitación constante. se añadieron 50 ml de agua destilada. se trasvasaron a un recipiente de teflón de 100 ml y se aforó con etanol al 70%. se añadió 1 g de NH ₄ HCO ₃ y se mezcló. se calentó a 180 °C 48 h. se lavó con agua destilada y etanol anhidro, se secó a 60 °C 12 h. 100 ml AgNO ₃ (2×10 ⁻⁵ M) fueron agregados al TiO ₂ por goteo en agitación constante. colocar la mezcla en luz solar 10 h para reducir el agno3. lavar con agua destilada y secar a 60 °C 12h.	La adición de la plata mejoro la actividad fotocatalítica del óxido de titanio, el material mostró mejores resultados bajo la luz visible que en la luz UV, demostrando que la adición de la plata ayuda al material a trabajar en estas condiciones. la concentración inicial influye, a bajas concentraciones (7.5 mg/L) hay una mejor degradación que a mayores concentraciones (30 mg/L).
Zi-Shang, C., Xiao-Ping, L., Shuang-Yuan, Z., Di, Z., Shan-	Preparation, characterization and catalytic performance	Ag/Ce/La co-modificado TiO ₂	TiO ₂ modificados con 1, 3, 5 wt% de Ag/Ce/La fueron preparados por sol-método del gel. [CH ₃ (CH ₂) ₃ O] ₄ Ti, AgNO ₃ , CE (NO ₃) ₃ ·6H ₂ O, LA (NO ₃) ₃ ·6H ₂ O, fueron usados como	El efecto sinérgico Ce ⁴⁺ -La ³⁺ y Ag ⁰ se vio reflejado en una disminución considerable del band gap (3.15 eV a 2.0 eV), los mejores resultados lo obtuvieron 3% Ag/Ce/La co-



Min, Y., Xiao, Y., Jia-Qi, Z., Huang-Ying, W., & Jian-Xin, L. (2018)	of Ag/Ce/La Co-modified TiO_2 photocatalysts		fuentes de cationes metálicos. las sales se mezclaron en una solución de 15 ml de agua destilada, 6 ml de CH_3COOH y 54 ml de etanol anhidro. el derivado de titanio se diluyó en 54 ml de agua destilada y se mezcló a la primera solución por goteo en agitación constante. se guardó 24 h a ta. se secó a 80°C 8 h. se calcinó a 350°C 2 h y después a 600°C 3 h.	modificado TiO_2 , llegando a eliminar el 93.9% de nitrógeno amoniacal después de 6 h.
--	---	--	--	---

Tabla 2 Dopaje del TiO_2 con diferentes metales

3.3 Aplicaciones del TiO_2

A continuación, en la Tabla 3 se presentan los antecedentes por aplicaciones del TiO_2 .

Autor(es)	Artículo	Sistema	Síntesis	Aplicación
Liu, L. F., Zhang, Y., Yang, F. L., Chen, G., & Yu, J. C. (2009)	Simultaneous photocatalytic removal of ammonium and nitrite in water using Ce^{3+} - Ag^+ modified TiO_2	Ce^{3+} - Ag^+/TiO_2	Método sol-gel.	Se encontró que el óxido de titanio modificado con Ce^{3+} - Ag^+ era capaz de remover el amonio y el nitrito. La relación óptima fue 0.1% Ce^{3+} -0.1% Ag^+/TiO_2 , se hicieron pruebas bajo luz solar y luz UV, donde los mejores resultados fueron en este último teniendo una degradación de amonio, nitrito y nitrógeno total de 69.9%, 59.9% y 64.9% respectivamente.
Li, Y., Tian, J., Yang, C., & Hsiao, B. S. (2018)	Nanocomposite film containing fibrous cellulose scaffold and Ag/TiO_2 nanoparticles and its antibacterial activity	Ag/TiO_2	Método sol-gel.	Se sintetizó un nanocompuesto de Ag/TiO_2 /en una película de celulosa. Se hicieron pruebas contra <i>E. coli</i> en condiciones de obscuridad y bajo luz UV, logrando mejores resultados en este último. Se dopó con Ag a diferentes relaciones 0.2%, 1% y 5%, siendo este último el más efectivo logrando una inhibición de 99%. La película de celulosa no influyó en la efectividad del material.
Lozovskyi, O., Gündüz, G., Dükkanci, M., & Prihod'ko, R. (2015)	Preparation and characterization of silver-	Ag o Cu en La/TiO_2 .	Síntesis de Plantilla	Se utilizaron como base los materiales TiO_2 -Ce-, TiO_2 -La y P25. Los cuales fueron dopados con Ag o con Cu y se observó su eficacia, estructura



	or copper-doped TiO ₂ catalysts and their catalytic activity in dye degradation	Ce/TiO ₂ y TiO ₂		y área superficial. Las pruebas se realizaron bajo luz UV. TiO ₂ -Ce- y TiO ₂ -La presentaron una mejor actividad fotocatalítica que P25. Tanto el dopaje con Cu como el dopaje con Ag mostraron buenos resultados, siendo este último el que mejores resultados dio logrando un grado de decoloración de 89.3% del cristal violeta.
--	--	--	--	--

Tabla 3 Aplicaciones del TiO₂

4. Justificación

Debido a la resistencia bacteriana generada por el uso desmedido de los antibióticos, cepas bacterianas que antes solíamos pensar estaban controladas se han vuelto un tema de interés en la comunidad médica y científica. El agua como un recurso primordial de cualquier ecosistema es el principal vector de diversas enfermedades causadas por patógenos.

Es necesario buscar mediante nuevas tecnologías como los nanomateriales, mecanismos que nos ayuden a inhibir el crecimiento bacteriano, evitando daños secundarios al medio ambiente, reducir costos de operación y mantenimiento en general, y garantizar una tasa de inhibición de crecimiento bacteriano mayor al 99.9%.

El dióxido de titanio por sí solo tiene capacidad bactericida que se ve limitada por el uso de luz ultravioleta, se ha dopado con diversos metales logrando aumentar sus propiedades bactericidas. Sin embargo, requiere largos tiempos de contacto para lograr eliminar por completo la carga patógena. Se estudian nuevas opciones que logren una sinergia de sus propiedades para conseguir una mejor eficacia, las cuales se pueden mejorar con la adición de cerio y plata, ya que estos además de contribuir a las capacidades fotocatalíticas del dióxido de titanio, cuentan por si solos con mecanismos bactericidas.



5. Hipótesis

Los materiales mesoporosos $Ti_{1-x}Ce_xO_2$, TiO_2 y CeO_2 impregnados con plata bajo irradiación de luz visible son capaces de eliminar hasta en un 99% a las bacterias gramnegativas *Escherichia coli*, *Salmonella typhi*, *Shigella sonnei*, *Proteus mirabilis*, *Citrobacter freundii*, *Klebsiella pneumoniae*, *Salmonella typhimurium* y *Salmonella enteritidis*, y a las grampositiva *Staphylococcus aureus* y *Enterococcus faecalis* en un tiempo menor a los 60 minutos.

6. Objetivos

6.1 Objetivo general

Sintetizar los materiales mesoporosos: $Ti_{1-x}Ce_xO_2$, $Ag/Ti_{1-x}Ce_xO_2$, TiO_2 , Ag/TiO_2 , CeO_2 y Ag/CeO_2 obtenidos mediante el método Pechini, caracterizarlos mediante diferentes técnicas y evaluar sus propiedades bactericidas frente a las bacterias *Escherichia coli*, *Salmonella typhi*, *Staphylococcus aureus*, *Shigella sonnei*, *Proteus mirabilis*, *Citrobacter freundii*, *Klebsiella pneumoniae*, *Salmonella typhimurium*, *Salmonella enteritidis* y *Enterococcus faecalis*.

6.2 Objetivos específicos

- Sintetizar por medio del método Pechini óxido de titanio, que será dopado con cerio (2%, 4%, 6% y 8% en porcentajes molares) e impregnado con plata (0%, 3% y 5% en porcentaje en peso).
- Sintetizar por medio del método Pechini óxido de titanio y óxido de cerio, que serán impregnados con plata al 0%, 3% y 5% en peso.
- Establecer una relación óptima de plata dispersa en los soportes: $Ti_{1-x}Ce_xO_2$, TiO_2 y CeO_2 , como bactericida.
- Establecer una relación óptima de cerio en el soporte mixto $Ti_{1-x}Ce_xO_2$ como bactericida.



- Determinar las propiedades morfológicas y estructurales, y relacionarlas con sus propiedades bactericidas mediante las siguientes técnicas de caracterización:
 - Difracción de rayos X (DRX)
 - Microscopia electrónica de barrido (MEB)
- Estudiar el efecto bactericida de los nanocompuestos $Ti_{1-x}Ce_xO_2$, $Ag/Ti_{1-x}Ce_xO_2$, TiO_2 , Ag/TiO_2 , CeO_2 y Ag/CeO_2 en condiciones de presencia de energía del espectro ultravioleta y visible.
- Determinar el efecto de la forma y tamaño de las nanopartículas de plata en los soportes como agente bactericida.
- Diseñar de un sistema de tratamiento a microescala donde se pueda evaluar los materiales a aguas contaminadas con bacterias de origen fecal.

7. Metodología

7.1 Síntesis de los materiales

La síntesis de los materiales se realizó en el Laboratorio 01 en el edificio MD-2 en el Programa institucional de la Licenciatura de Ingeniería Ambiental (PILIA) de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH).

7.1.1 Reactivos

Los reactivos utilizados fueron:

- Butóxido de titanio, $Ti(OBu)_4$, (Sigma Aldrich >97%)
- Agua desionizada (Surtilab)
- Nitrato cérico amónico, $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$, (Meyer >98.5%)
- Ácido cítrico, $C_6H_8O_7$, G.A., USP (>99.5%)
- Etilenglicol, $C_2H_6O_2$, (Quimiklean 99%)
- Nitrato de plata, $AgNO_3$, (DEQ >99%)



7.1.2 Síntesis por método Pechini

Para todos los materiales sintetizados $Ti_{1-x}Ce_xO_2$, TiO_2 y CeO_2 , se siguió la siguiente relación molar: Metal: Ácido cítrico: Etilenglicol de 1:3:9. A continuación, se describe de manera global la síntesis que se siguió para los materiales, la cual será detallada de manera específica para cada material en los siguientes apartados.

La síntesis comienza diluyendo la cantidad exacta de ácido cítrico en agua destilada en un vaso de precipitado, manteniéndose a una temperatura de 35 °C y en agitación constante durante 30 minutos. Después de este tiempo se agregó el precursor (butóxido de titanio o nitrato cérico amónico, según sea el caso), y se mantuvo a 70 °C durante 2 horas en agitación constante. Después se adicionó el etilenglicol (y según el caso, se adicionó en este momento la sal precursora de cerio diluida previamente en etilenglicol a 35 °C durante 1 hora) y se llevó a una temperatura de calentamiento de 100 °C, en agitación constante y durante 90 minutos o hasta la formación de la resina. La resina se llevó a pirolisis en mufla con las siguientes condiciones: 400 °C, durante 3 horas. Posteriormente se redujo el tamaño de partícula con mortero y se homogenizó la muestra a un tamaño de partícula <75 μm . Finalmente se le dio un tratamiento térmico a la muestra calcinando en mufla con las siguientes condiciones: 500 °C durante 3 horas.

7.1.2.1 Síntesis de TiO_2

A continuación, se presenta en la Ilustración con el diagrama de flujo para la síntesis de TiO_2 .

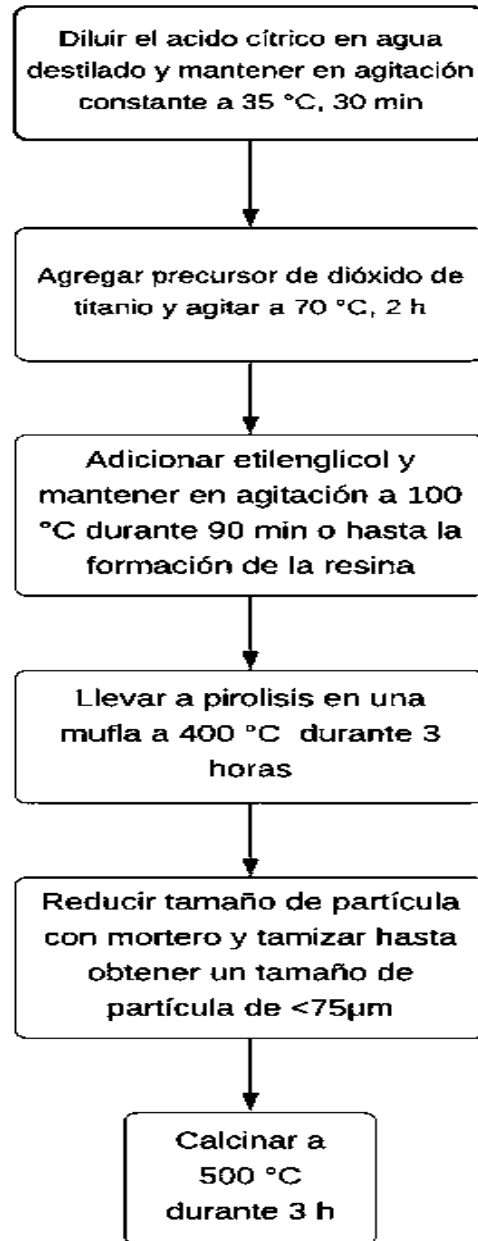


Ilustración 1. Diagrama de síntesis para la obtención de TiO_2

7.1.2.2 Síntesis de CeO_2

A continuación, se presenta en la Ilustración 2 el Diagrama 2 de flujo para la síntesis de CeO_2 .

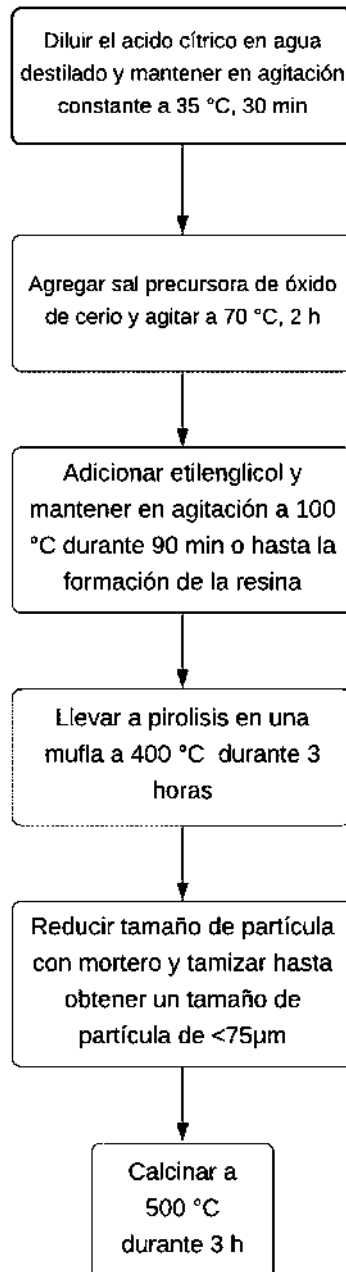


Ilustración 2 Diagrama de síntesis para la obtención de CeO₂

7.1.2.3 Síntesis de Ti_{1-x}Ce_xO₂

A continuación, se presenta en la Ilustración 3 el Diagrama 3 de flujo para la síntesis de Ti_{1-x}Ce_xO₂.

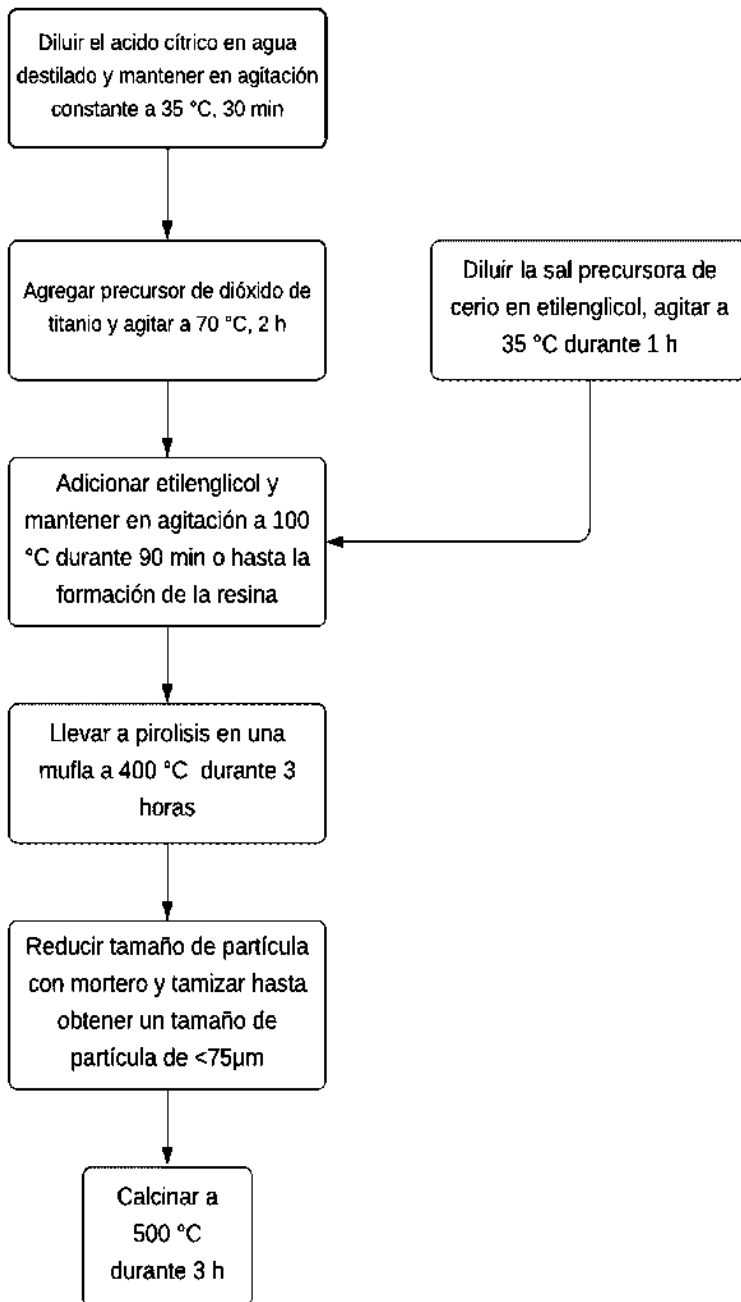


Ilustración 3 Diagrama de síntesis para la obtención de $Ti_{1-x}Ce_xO_2$



7.1.3 Método de impregnación húmeda incipiente

Para la impregnación de plata en el material ($Ti_{1-x}Ce_xO_2$, TiO_2 y CeO_2) se utilizó nitrato de plata ($AgNO_3$), el cual se preparó previamente en solución, se diluyó en agua desionizada a 70 °C en agitación constante. El polvo de $Ti_{1-x}Ce_xO_2$ se llevó a baño térmico a 70 °C y se impregnó gota a gota a una velocidad aproximada de una gota cada 30 segundos con la solución de nitrato de plata, después se conservó durante 2 horas en agitación constante, después se secó durante 2 horas a 200 °C.

7.2 Caracterización del material

La caracterización de los materiales se realizó utilizando diversas técnicas que nos permiten obtener información valiosa de los materiales, como: fases cristalinas, estructura, mapeo elemental y escaneo superficial. Las técnicas utilizadas fueron difracción de rayos X y la microscopia electrónica de barrido.

7.2.1 Difracción de rayos X (DRX)

Previo al análisis se molieron los polvos y se tamizaron en un tamiz con numero de malla 200 para tener partículas con un tamaño menor a los 74 μm . Para su caracterización se utilizaron dos equipos de rayos X. Los materiales impregnados con 5% de plata se caracterizaron con el equipo de rayos X marca SIEMENS modelo D-500 usando un ánodo de cobre con radiación $CuK\alpha$ ($\lambda=1.54nm$), se incidió con un haz de luz con las siguientes condiciones: paso $0.6^\circ\theta$ en un intervalo de $10^\circ - 80^\circ$, a 40 keV y una corriente de 30 mA. Para el resto de los materiales se realizaron en el equipo de rayos X D8 Advance fabricado por Bruker usando un ánodo de cobre con radiación $CuK\alpha$ ($\lambda=1.54nm$), se incidió con un haz de luz con las siguientes condiciones: paso $0.6^\circ\theta$ en un intervalo de $3.5^\circ - 60^\circ$, a 45 keV y una corriente de 40 mA.



7.2.2 Microscopia electrónica de barrido (MEB)

Las micrografías fueron obtenidas del microscopio electrónico de barrido JEOL modelo JSM 7600F, cañón de emisión de campo y sistema de análisis elemental EDS. Se hicieron incidir con un haz de electrones retrodispersados de bajo ángulo con un voltaje de 15Kv.

7.3 Actividad antibacterial

Las pruebas microbiológicas fueron realizadas en el Laboratorio 01 en el edificio MD-2 en el Programa institucional de la Licenciatura de Ingeniería Ambiental (PILIA) de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH).

7.3.1 Cepas bacterianas

Las cepas bacterianas que se utilizaron para el estudio de los materiales como materiales bactericidas fueron las siguientes cepas: *Escherichia coli* (ATCC 25922), *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923) con número de cepa (American Type Culture Collection) y *Salmonella typhi* (CDC-99). Las cepas fueron proporcionadas por el laboratorio estatal de salud pública de Michoacán. Se inocularon en caldo nutritivo durante 24 h a $36.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ y se resebraron cada 24 h por 4 días, con el fin de mantener la viabilidad y garantizar la fase exponencial de crecimiento.

7.3.2 Preparación de medios de cultivo

7.3.2.1 Preparación de caldo

Como medio de cultivo tipo caldo se utilizó el caldo nutritivo. Su preparación se realizó conforme a las instrucciones del fabricante.

Se esterilizó en autoclave (condiciones: 121°C , 15 lb/in^2 durante 15 min) y se dejó enfriar a temperatura ambiente bajo campana de flujo laminar. Posteriormente se agregaron 10 ml de caldo nutritivo a tubos previamente esterilizados bajo condiciones de esterilidad y se almacenaron a 4°C en un refrigerador hasta el momento de su uso.



7.3.2.1 Preparación de agares

Los agares soya tripticaseína y MacConkey, se prepararon según las indicaciones del fabricante. Se esterilizaron en autoclave, se dejaron enfriar bajo campana de flujo laminar en condiciones estériles. Se vertieron 10 ml de agar en placas con dimensiones 60 mm x 15 mm. Las placas se dejaron solidificar a temperatura ambiente, en condiciones estériles. Se almacenaron a 4°C en un refrigerador hasta el momento de su uso.

7.3.3 Pruebas de sensibilidad antimicrobiana

7.3.3.1 Patrón de turbidez para la preparación del inóculo

Previo a la realización de las pruebas de sensibilidad antimicrobiana se realizó un estándar por el método de turbidez McFarland para conocer y contabilizar el número de bacterias presentes en una muestra líquida. Para su ejecución se midió la absorbancia a 600 nm en el espectrofotómetro UV-Vis VELAB VE-5600UV, donde se estandarizó a 7×10^7 CFU/mL.

7.3.3.2 Pruebas de sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo

La actividad antimicrobiana de los materiales se evaluó mediante la técnica de macrodilución en caldo, dicha prueba nos permite obtener información preliminar del comportamiento del microorganismo frente al material a evaluar. Las pruebas de macrodilución en caldo se realizaron de acuerdo con el manual de procedimientos para la determinación de la sensibilidad a los antimicrobianos en bacterias aisladas del CLSI de 2018. La concentración inicial para los ensayos de dilución fue de 1 mg/mL.

Se realizaron 10 diluciones seriadas de 1:2 del material en caldo nutritivo, en tubos previamente esterilizados. Se emplearon dos controles, el control positivo (Caldo nutritivo más bacteria) y el control negativo (únicamente caldo nutritivo).

A los tubos 1 a 9 se les agregaron 250 μ L de caldo bacteriano en un volumen final de 5 ml, a el tubo 10 y al control positivo se les agregaron 500 μ L de caldo bacteriano en un volumen final de 10 ml, los tubos se incubaron por 24 h a $36.5^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ en condiciones aerobias para garantizar el crecimiento bacteriano. Después de 24 h se observó la turbidez y se sembró para corroborar la presencia o ausencia de carga bacteriana.



La Concentración Mínima Inhibitoria (CMI) es la concentración más baja de un antimicrobiano que es capaz de inhibir el crecimiento de un microorganismo. Para las pruebas de macrodilución en caldo se consideró como CMI a la concentración en el tubo en el cual no había turbidez, o, dicho de otra manera, el tubo en el cual no existía crecimiento visible de la bacteria.

Para determinar la Concentración Mínima Bactericida (CMB) se tomaron de cada uno de los tubos y se sembraron en cajas Petri 60 x 15 mm con medio apropiado para el tipo de cepa bacteriana a evaluar (agar MacConkey o Soya tripticaseína), se incubaron durante 24 h a $36.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$. Después de 24 h se observó si hubo o no presencia de crecimiento bacteriano. Se consideró como CMB como la concentración a la cual no había crecimiento bacteriano en las placas con medio de cultivo.

7.3.3.3 Pruebas de sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo

Se realizaron pruebas de sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo, para su realización se consideró la CMB como la concentración utilizada para evaluar el material. En tubos (100 mm x 15 mm) se adicionaron 10 ml caldo nutritivo y se llevó a esterilización en autoclave. Después se agregó la cantidad de material suficiente para igualar a la CMB. Los tubos a los cuales se tenía que irradiar con luz UV y luz visible se les dejó bajo irradiación durante 1 h. Posteriormente se agregó la cepa a evaluar hasta llegar a una concentración conocida de CFU/mL.

Se hicieron muestreos a diferentes tiempos (0 min, 5 min, 15 min, 30 min, 45 min, 60 min, 90 min, y 120 min), durante el transcurso de la prueba se dejaron los tubos en una incubadora rotatoria a 20°C y a una rotación de 60 rpm. Las muestras se sembraron en placas agar selectivo para la bacteria, y se incubaron durante 24 h a $36.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ en condiciones aerobias. Al finalizar el periodo de incubación se realizó un conteo de colonias.

8. Análisis de Resultados

8.1 Síntesis de materiales

8.1.1 Difracción de rayos X (DRX)

8.1.1.1 Materiales sin impregnación de plata

A continuación, se presentan los difractogramas de los materiales sin impregnación de plata. En la Ilustración 4 se muestra el difractograma del material TiO_2 .

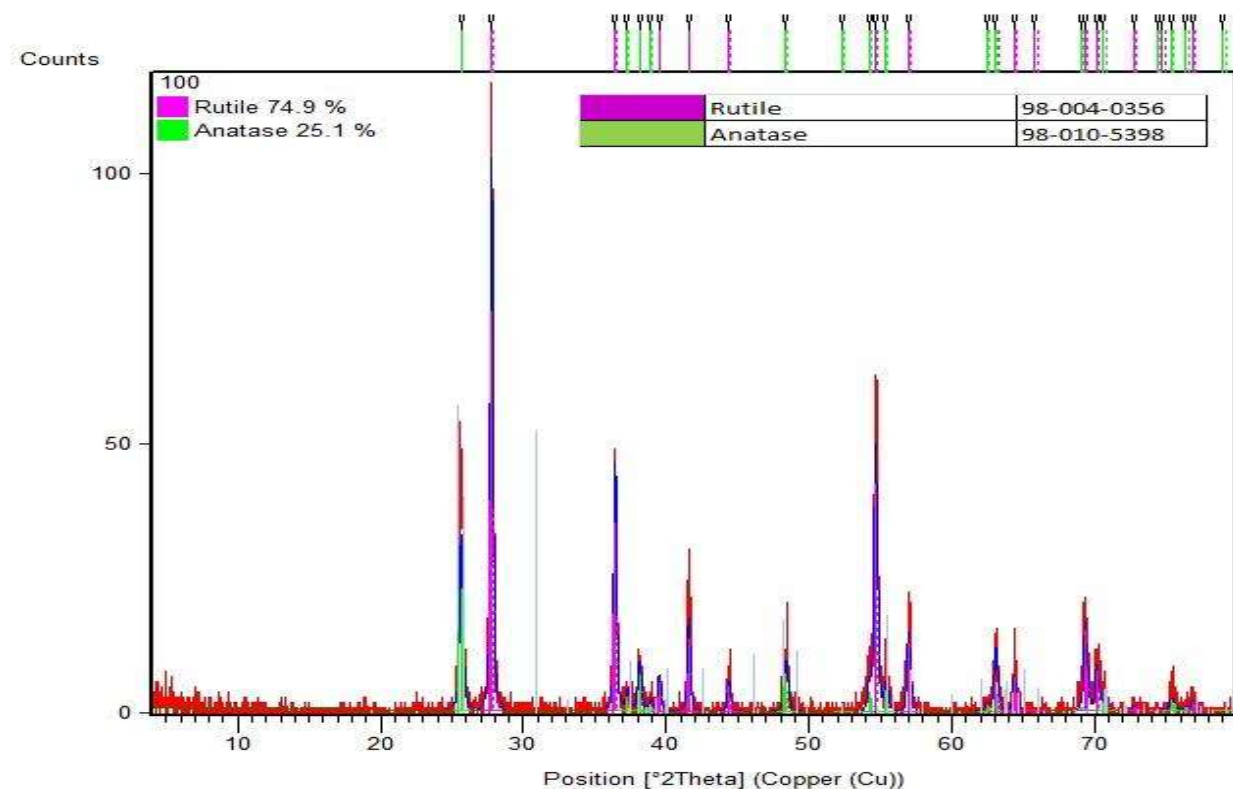


Ilustración 4 Difractograma del material TiO_2

Se pueden observar dos picos correspondientes a las dos fases presentes en el material, para el pico con base entre $2\theta = 25$ y $2\theta = 26$, este corresponde a la fase anatasa. El pico más importante encontrado fue el pico en la ubicación aproximada de $2\theta = 28$, este pico corresponde a la fase rutilo, esto se puede deber a los tiempos de calcinación a las que fue



sometido, ya que este material se calcinó a dos horas y no a tres como se estableció en la metodología. Temperaturas de calcinación iguales o mayores a 500 °C tienden a formar estructuras con fases mayoritariamente rutilo (Allen et al., 2018; Yu et al., 2005). La fase predominante es el rutilo. Por la estrechez en la base de los picos se puede sospechar una alta cristalinidad.

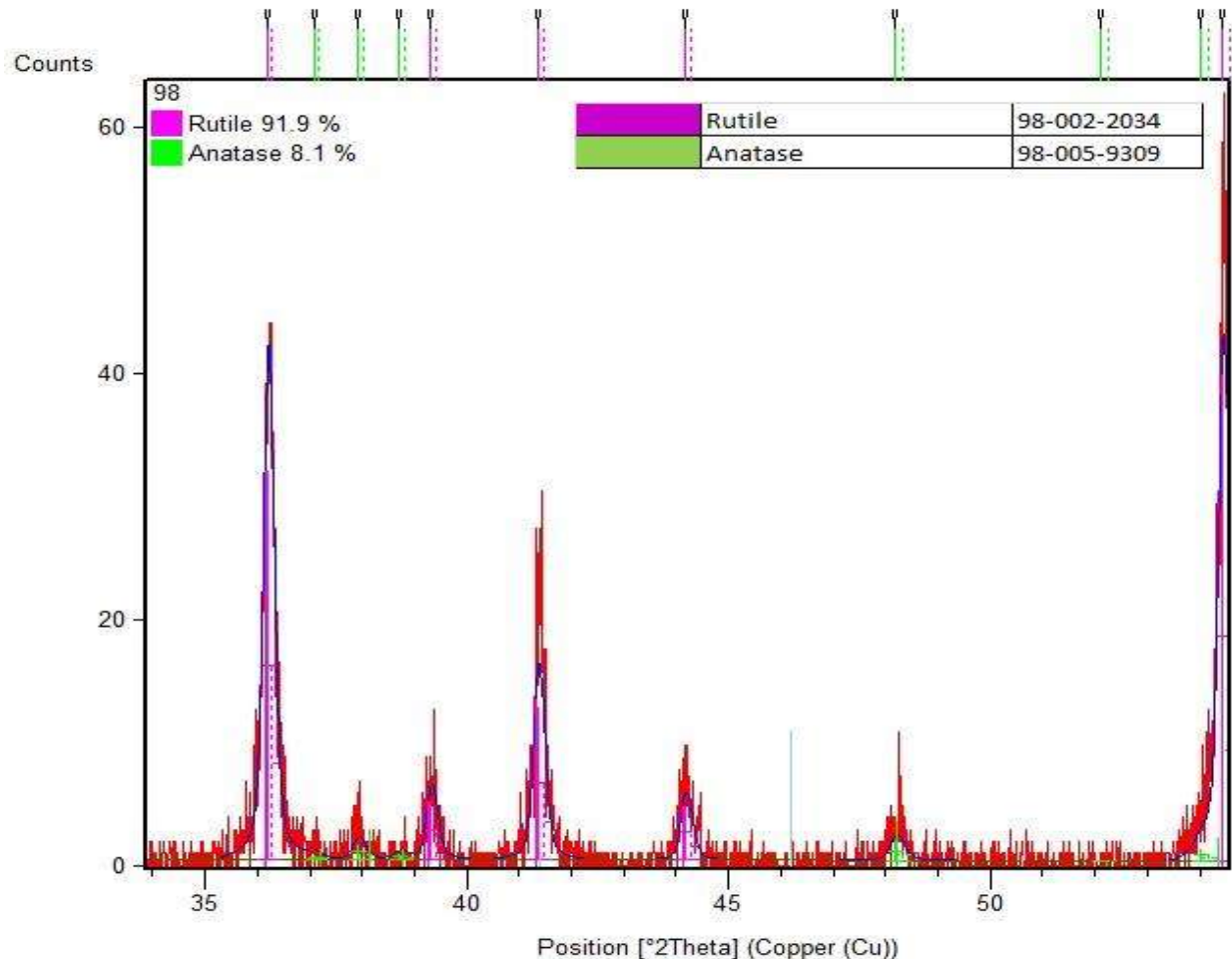


Ilustración 5 Difractograma del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2$

En la Ilustración 5, el cuál es el difractograma del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2$ se puede observar que el pico predominante se encuentra en la ubicación $2\theta = 36$ aproximadamente, el cual



corresponde principalmente a la fase rutilo. La fase anatasa aparece en poca proporción con tan solo un 8.1%.

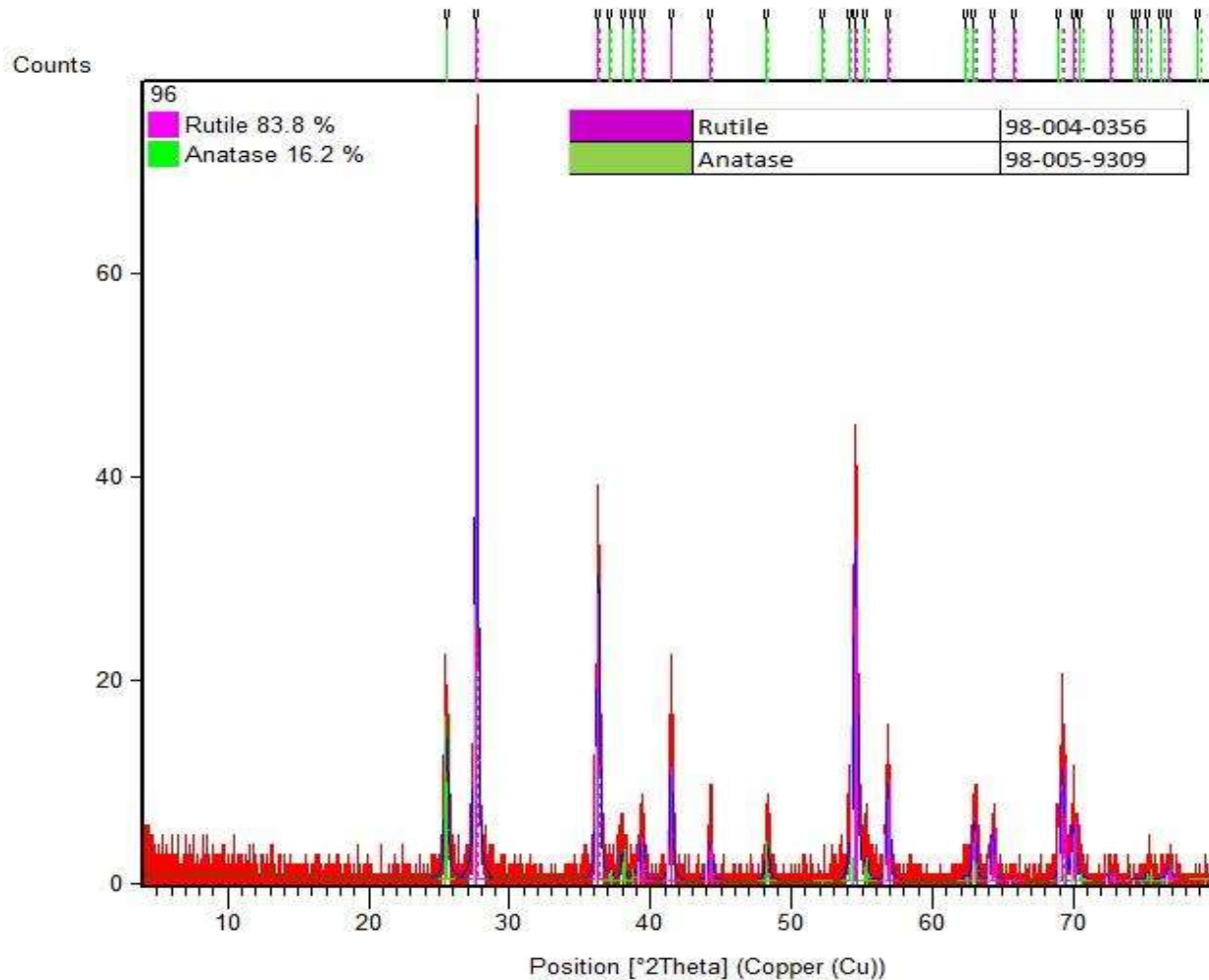


Ilustración 6 Difractograma del material $Ti_{0.96}Ce_{0.04}O_2$

La Ilustración 6, corresponde al difractograma del material $Ti_{0.96}Ce_{0.04}O_2$. por la delgadez de la base de los picos se puede confirmar que el material contiene una alta cristalinidad. El pico predominante se encuentra en $2\theta = 28$ y corresponde a la fase rutilo, el segundo pico de importancia se encuentra en $2\theta = 25$ y este corresponde a la fase anatasa. La fase rutilo y la fase anatasa tienen una proporción de 83.8% y 16.2% respectivamente. La fase de anatasa aumento al doble a comparación del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2$.

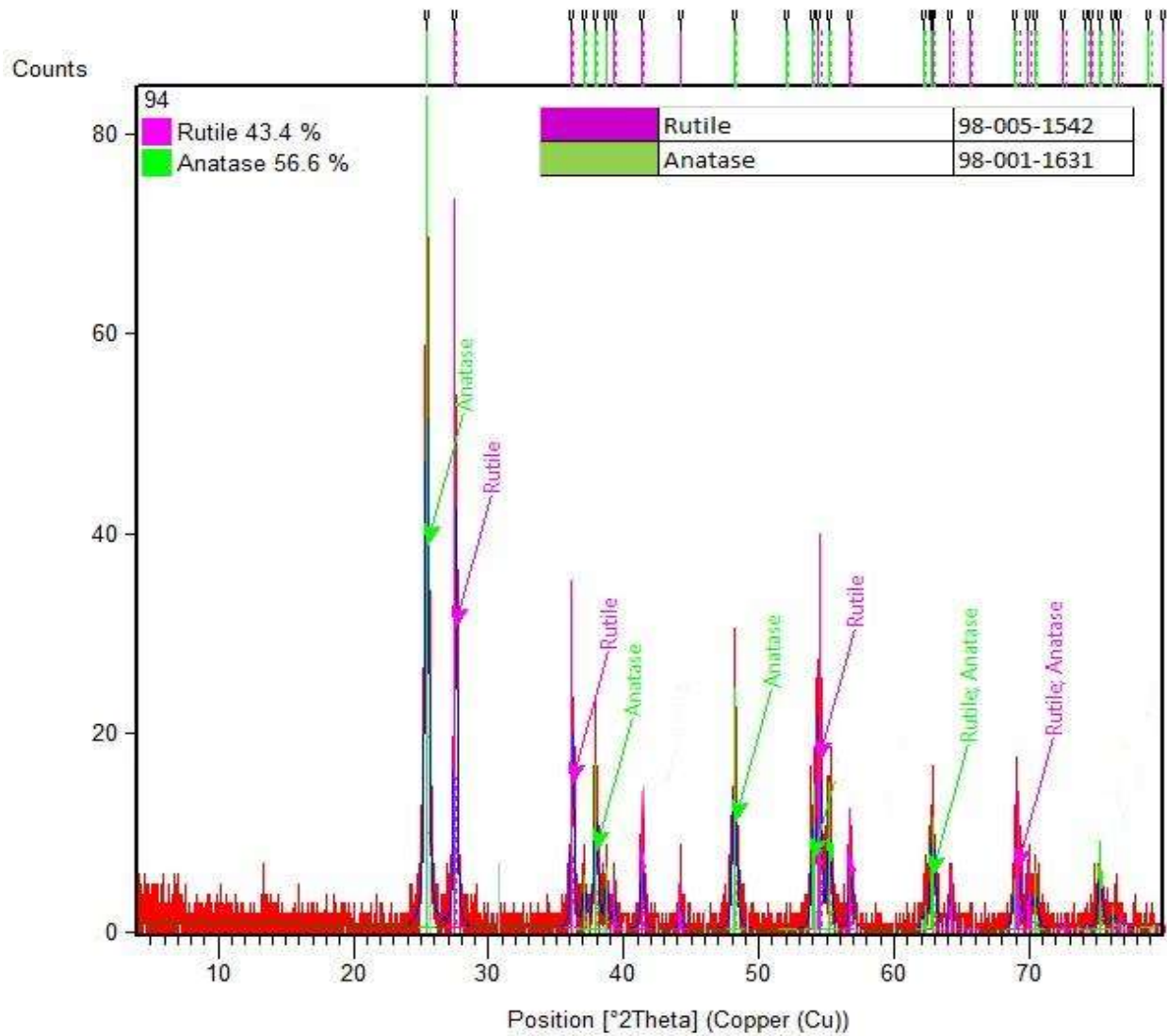


Ilustración 7 Difractograma del material $Ti_{0.94}Ce_{0.06}O_2$

En la Ilustración 7, el cual corresponde al difractograma del material $Ti_{0.94}Ce_{0.06}O_2$ se encuentran dos picos con igual intensidad, el primero por su lectura de izquierda a derecha corresponde al pico ubicado en la posición $2\theta = 25$, el cual es con el que identificamos a la fase anatasa, el siguiente pico es el pico ubicado en $2\theta = 28$ y este corresponde al pico de la

fase rutilo. Es posible observar que, en el difractograma de este material, una mayor presencia de la fase anatasa, llegando al 56.6%.

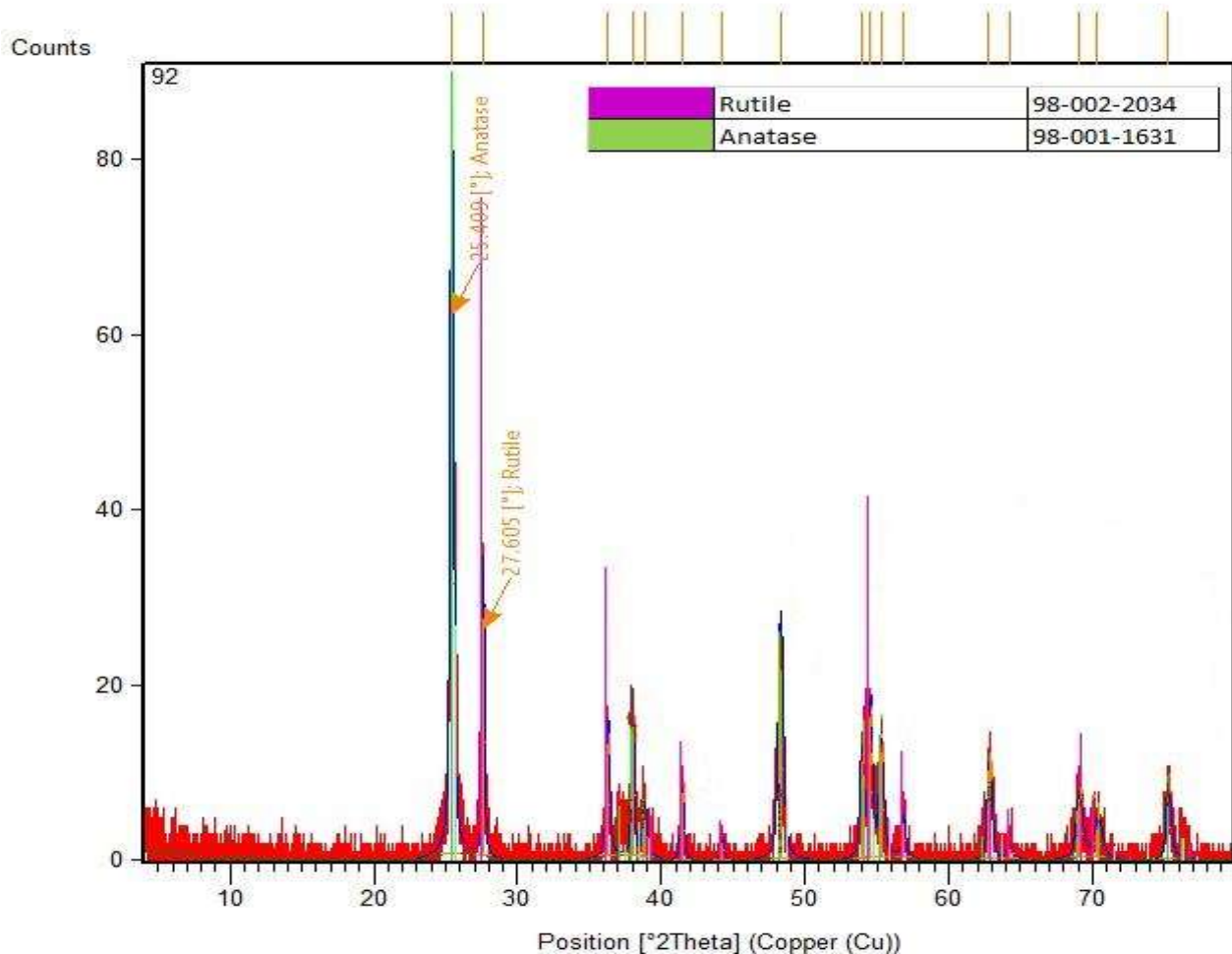


Ilustración 8 Difractograma del material $Ti_{0.92}Ce_{0.08}O_2$

En la Ilustración 8, el cual corresponde al difractograma del material $Ti_{0.92}Ce_{0.08}O_2$ se encuentran dos picos con igual importancia el primero por su lectura de izquierda a derecha corresponde al pico ubicado en la posición $2\theta = 25$, el cual es con el que identificamos a la fase anatasa, el siguiente pico es el pico ubicado en $2\theta = 28$ y este corresponde al pico de la fase rutilo. Es posible observar que, en el difractograma de este material, que el pico de la fase anatasa se observa con mayor intensidad.

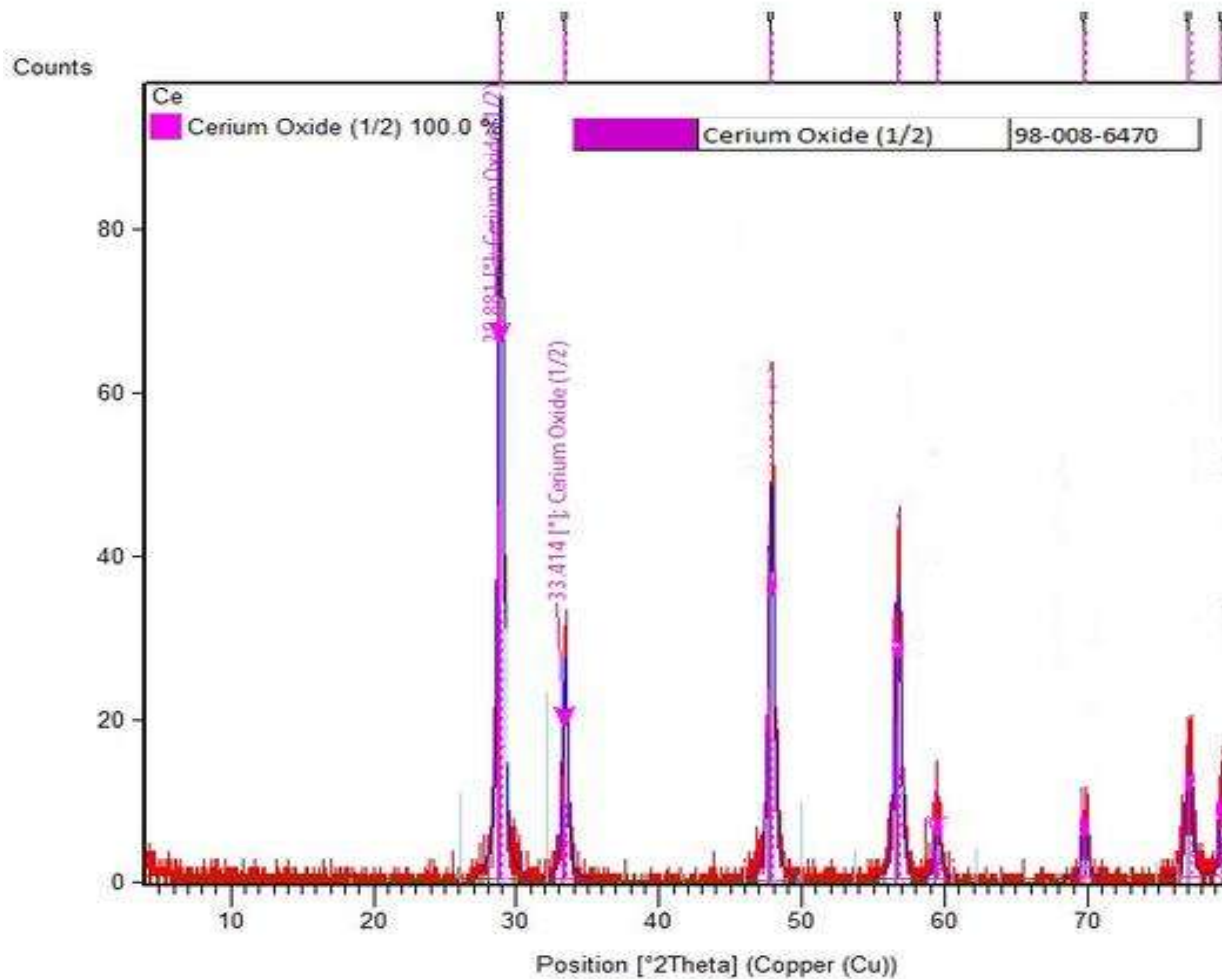


Ilustración 9 Difractograma del material CeO_2

La Ilustración 9 corresponde al material CeO_2 , se pueden observar picos delgados correspondientes a un material altamente cristalino, el óxido de cerio no presenta distintas fases por lo cual, no se examinó la composición de fases, su pico más predominante se encuentra en $2\theta = 29$, por lo que en materiales derivados del dióxido de titanio dopados con cerio esto puede presentar un ligero problema ya que una mayor presencia del cerio causaría un ruido en forma de una traslapación, que se pudiera confundir con otra fase del dióxido de titanio, o viceversa, confundir una fase del dióxido de titanio con el pico correspondiente al cerio.

8.1.1.2 Materiales con 3% de impregnación de plata

A continuación, se muestran los difractogramas de los materiales que fueron impregnados con un tres por ciento en peso de plata.

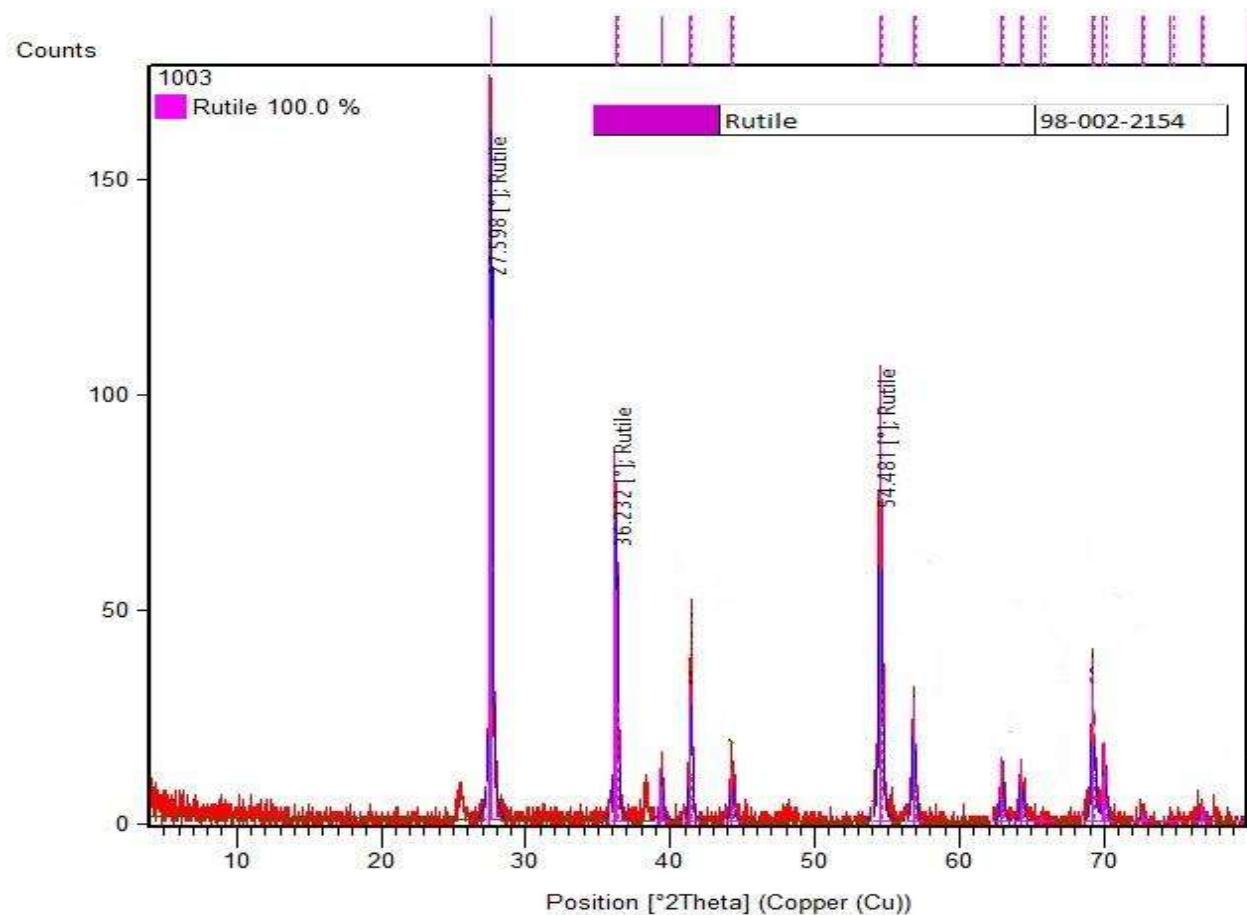


Ilustración 10 Difractograma del material TiO₂/Ag 3%

La fase predominante que se puede observar en la Ilustración 10 del material TiO₂/Ag 3%, corresponde a la fase rutilo ubicándose en $2\theta = 28$, encontrándose en un 100% sin la presencia de otras fases. La presencia predominante de la fase de rutilo se debe a los tiempos de calcinación, en la Ilustración 4, el material de dióxido de titanio sin impregnación de plata tuvo solo un tiempo de calcinado de 2 horas a 500 °C, mientras que el material TiO₂/Ag 3%, tuvo

un tiempo de calcinado acorde a los establecido en la metodología para la síntesis. Los picos son delgados por lo que podemos hablar de un material altamente cristalino, no se observa en el difractograma la presencia de plata, esto se puede deber a que la cantidad fue insuficiente como para ser detectada por el equipo.

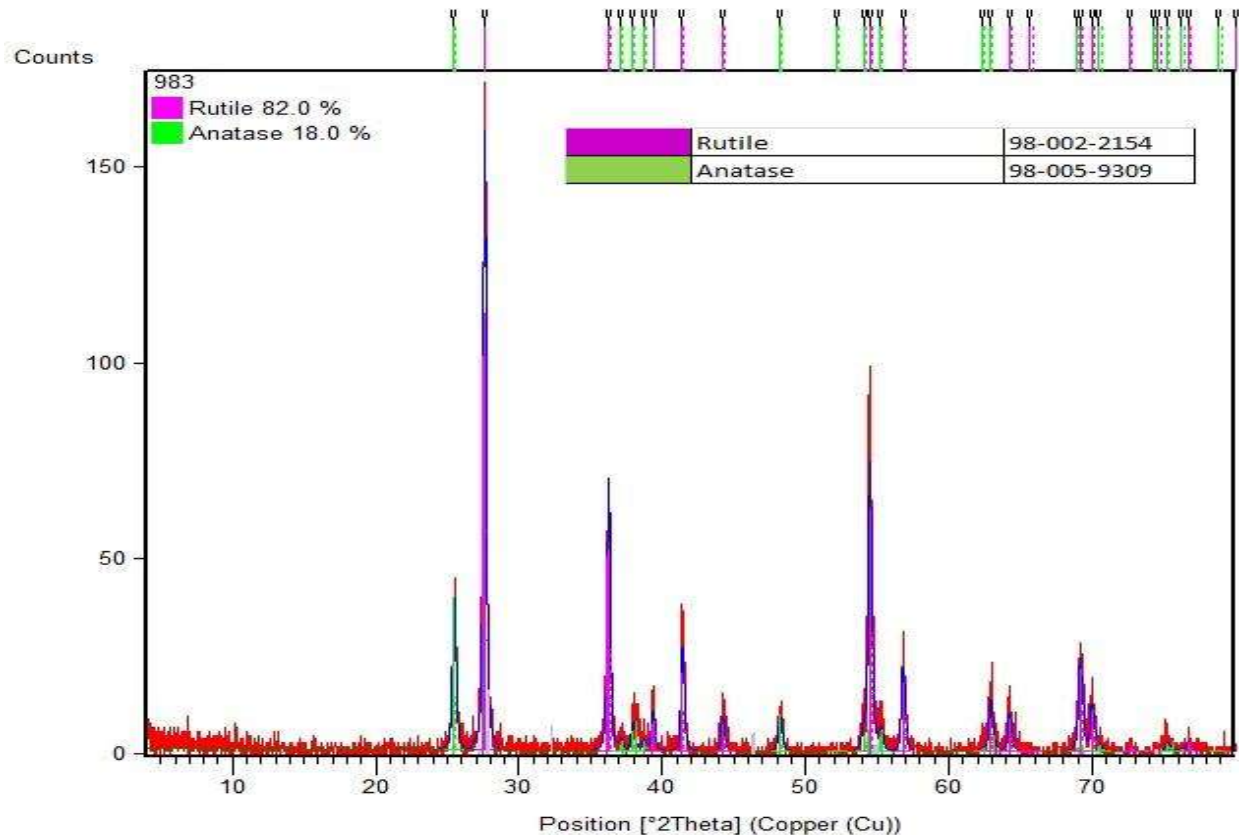


Ilustración 11 Difractograma del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2/Ag$ 3%

El difractograma del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2/Ag$ 3% representado en la Ilustración 11, se puede observar la presencia de dos picos de importancia, el primero por su grado de intensidad ubicado en la posición $2\theta = 28$ corresponde al pico de la fase cristalina de rutilo, el segundo ubicado en la posición $2\theta = 25$ se relaciona con la fase cristalina anatasa. La fase rutilo y la fase anatasa se encuentran en un porcentaje de 82% y 18% respectivamente. No se observa ningún pico correspondiente a cerio o la plata, posiblemente debido a la sensibilidad del equipo.

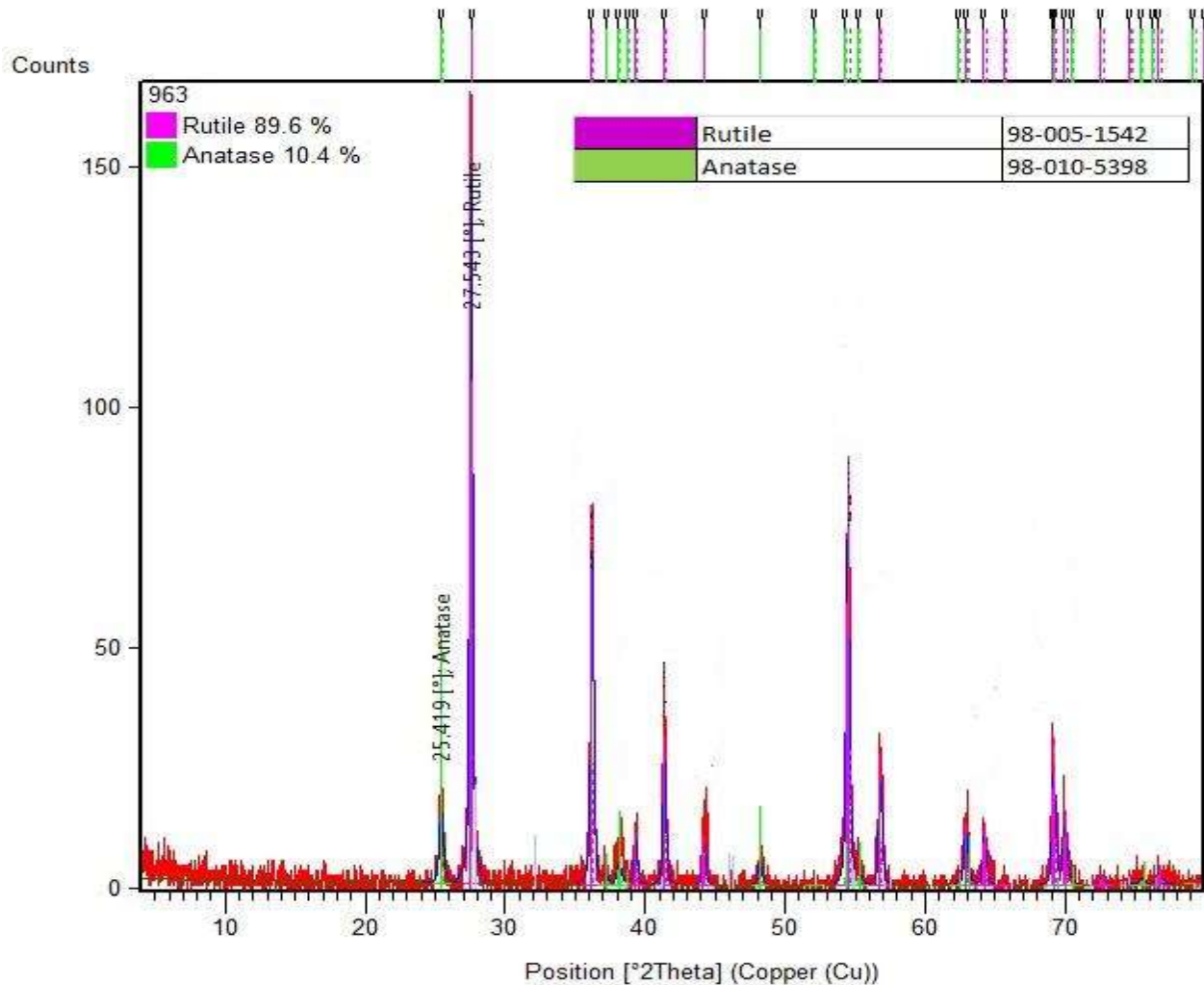


Ilustración 12 Difractograma del material $Ti_{0.96}Ce_{0.04}O_2/Ag$ 3%

La Ilustración 12 corresponde al material $Ti_{0.96}Ce_{0.04}O_2/Ag$ 3%, se pueden observar dos picos, el pico que destaca más se encuentra en la posición $2\theta = 28$ y este corresponde a la fase rutilo, el segundo pico de importancia se encuentra en la posición $2\theta = 25$, y este se relaciona a la fase anatasa. La fase rutilo es la predominante encontrándose en un 89.6%. No se observa ningún pico correspondiente a cerio o la plata, posiblemente debido a la sensibilidad del equipo.

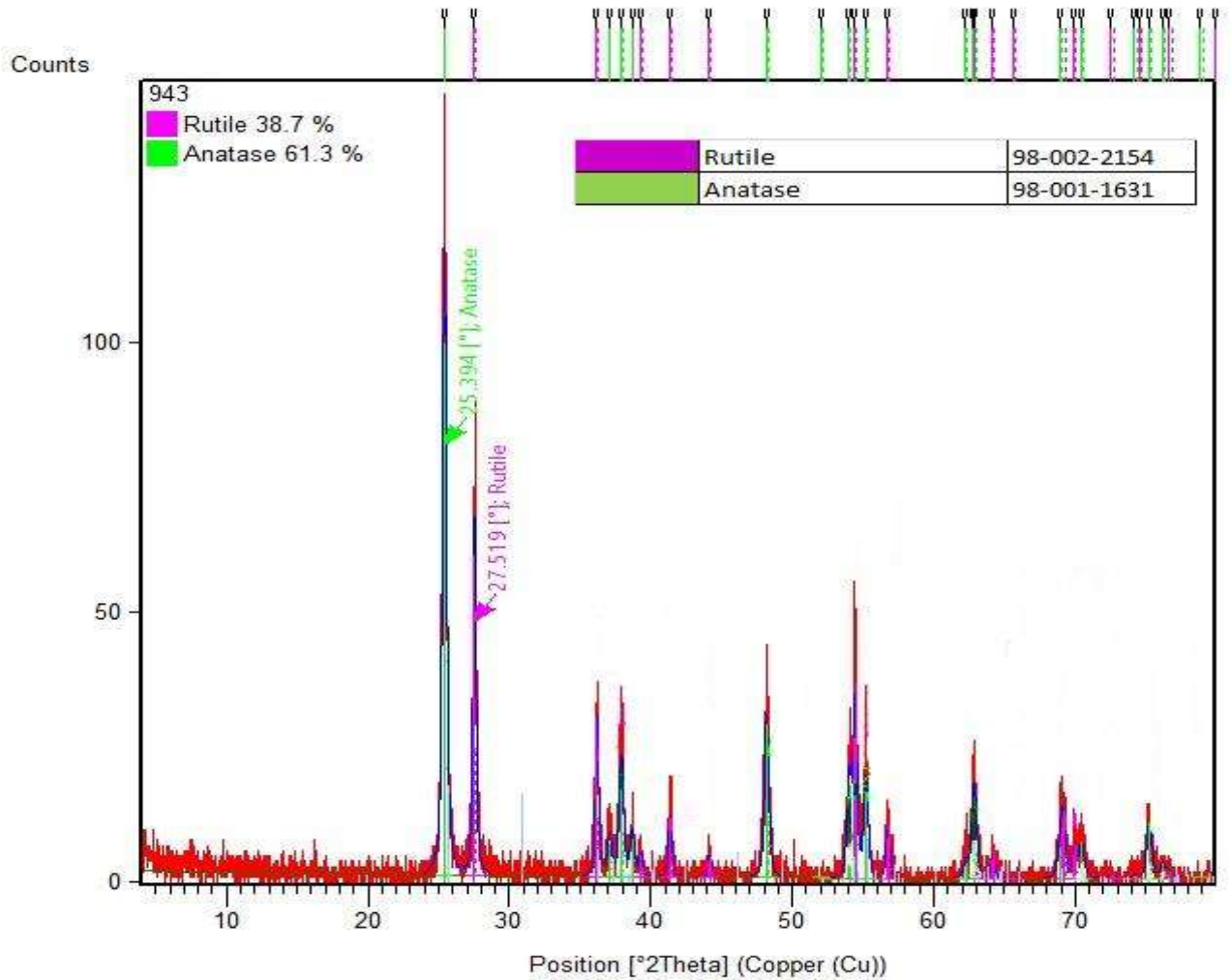


Ilustración 13 Difractograma del material $Ti_{0.94}Ce_{0.06}O_2/Ag$ 3%

La Ilustración 13 correspondiente al material $Ti_{0.94}Ce_{0.06}O_2/Ag$ 3%, muestra dos picos predominantes el primero en una lectura de izquierda a derecha ubicado en la posición $2\theta = 25$ corresponde al pico de la fase anatasa, el segundo con ubicación en $2\theta = 28$ corresponde a la fase rutilo. La fase predominante en el material es la fase anatasa con un 61.3%. No se observa ningún pico correspondiente a cerio o la plata, posiblemente debido a la sensibilidad del equipo.

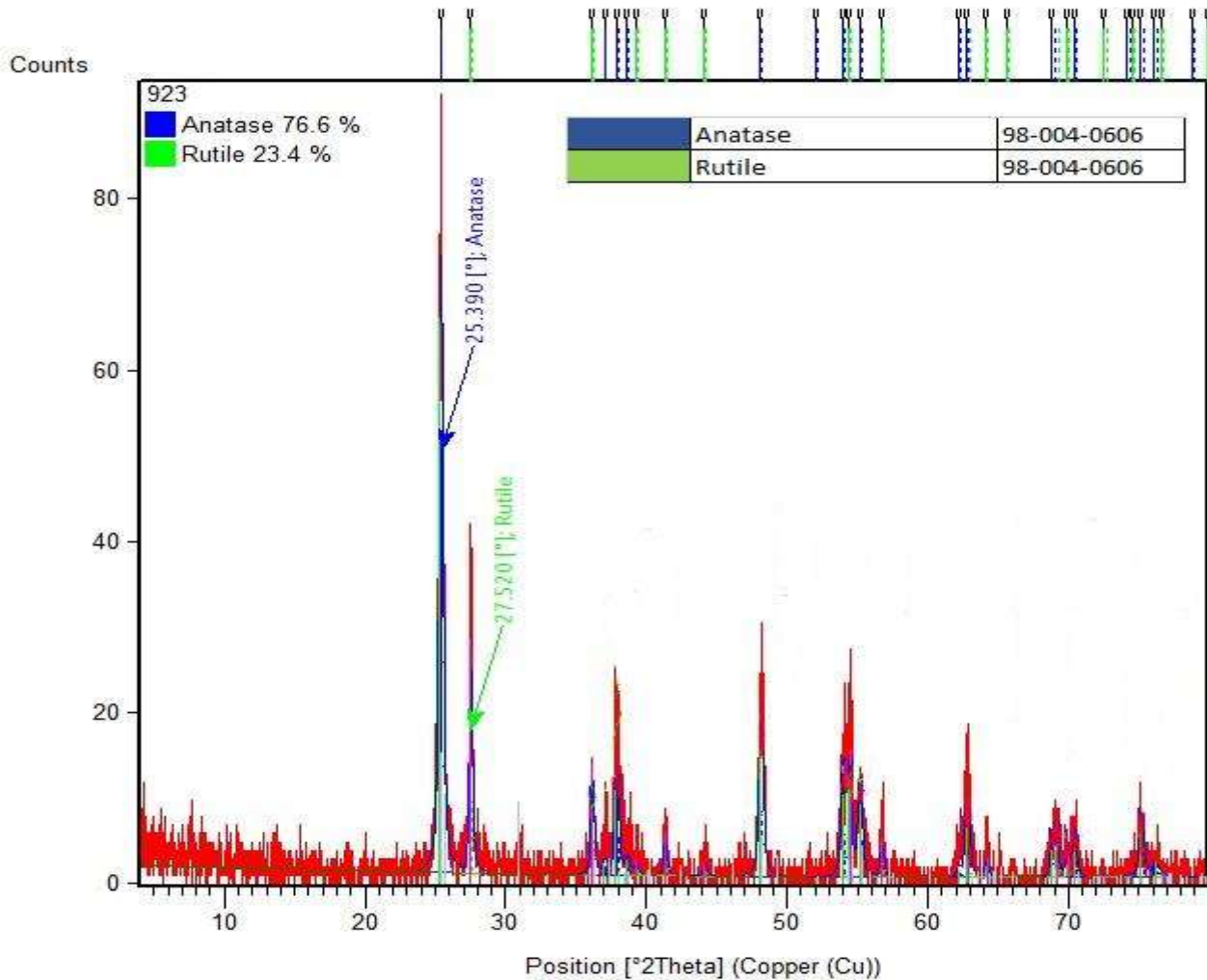


Ilustración 14 Difractograma del material $Ti_{0.92}Ce_{0.08}O_2/Ag$ 3%

La Ilustración 14, corresponde al material $Ti_{0.92}Ce_{0.08}O_2/Ag$ 3%, se puede observar que el pico más intenso en la ubicación $2\theta = 25$ corresponde a la fase anatasa, el segundo pico de importancia se ubica en la posición $2\theta = 28$, el cual se relaciona con la fase rutilo. No se observa ningún pico correspondiente a cerio o la plata, posiblemente debido a la sensibilidad del equipo.

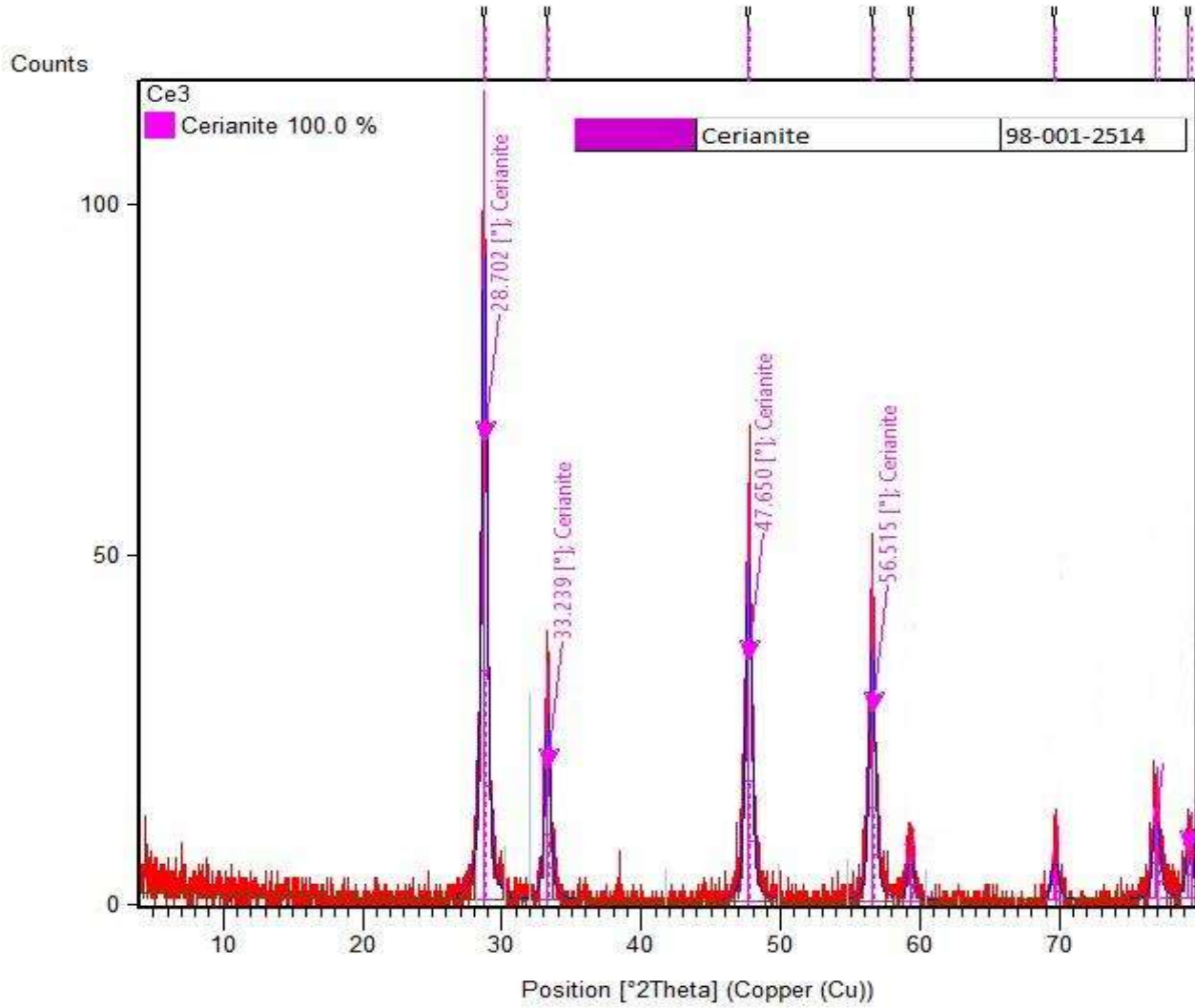


Ilustración 15 Difractograma del material CeO_2/Ag 3%

La Ilustración 15 corresponde al material CeO_2/Ag 3%, se pueden observar picos delgados correspondientes a un material altamente cristalino, el óxido de cerio no presenta distintas fases por lo cual, no se examinó la composición de fases, su pico más predominante se encuentra en $2\theta = 29$, no se encontró la presencia de picos relacionados a la plata debido a la sensibilidad del equipo.

8.1.1.3 Materiales con 5% de impregnación de plata

A continuación, se muestran los difractogramas de los materiales impregnados con un cinco por ciento en peso de plata.

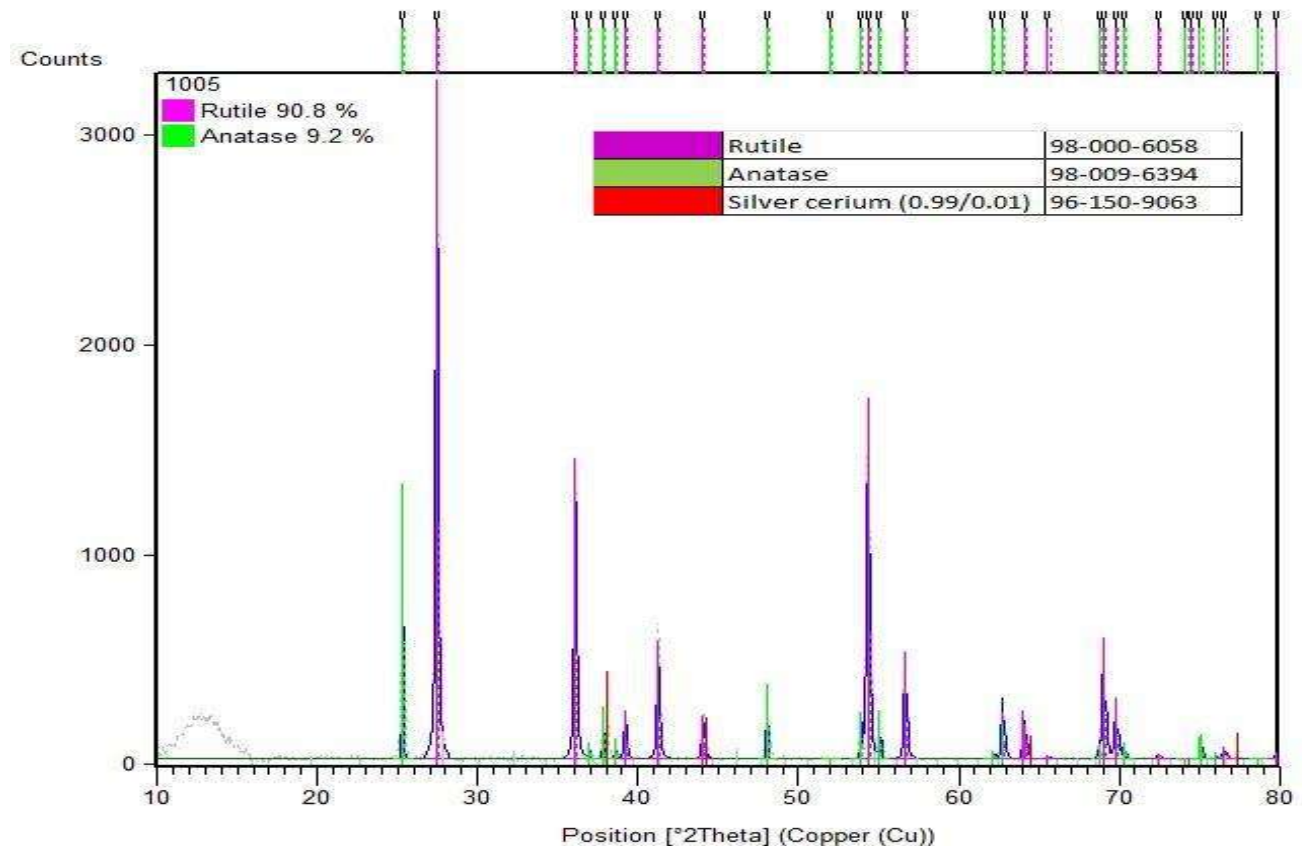


Ilustración 16 Difractograma del material TiO_2/Ag 5%

La fase predominante que se puede observar en la Ilustración 16 del material TiO_2/Ag 5%, corresponde a la fase rutilo ubicándose en $2\theta = 28$, encontrándose en un 90.8%. se encontró también la presencia de picos relacionados a la fase anatasa, encontrándose en la posición $2\theta = 25$, con una presencia de 9.2%. el software utilizado para la indexación encontró también picos de plata, sin embargo, en el difractograma no fueron lo suficientemente intensos como para lograrse visualizarse con facilidad.

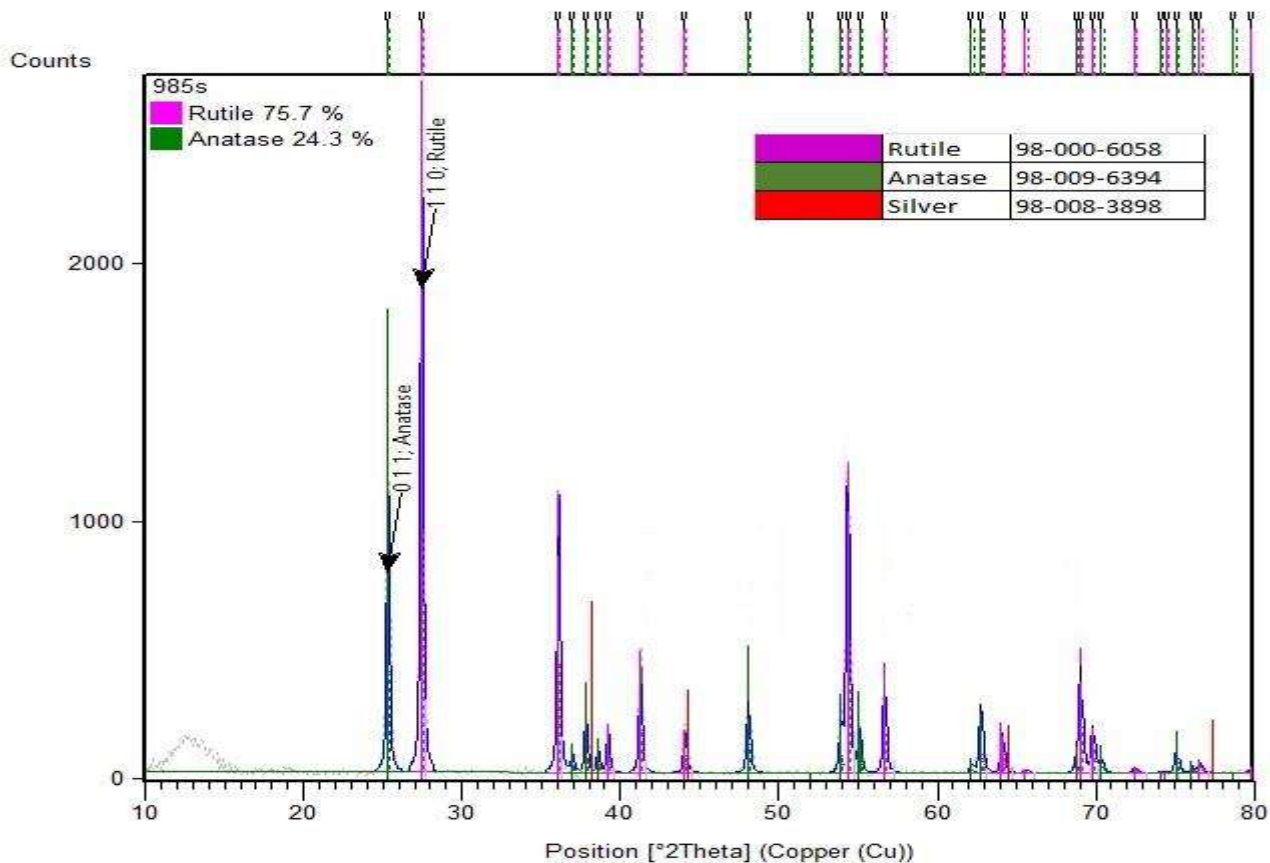


Ilustración 17 Difractograma del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2/Ag$ 5%

La Ilustración 17 corresponde al difractograma del material $Ti_{0.98}Ce_{0.02}O_2/Ag$ 5%, se puede observar que el pico más intenso ubicado en la posición $2\theta = 28$ corresponde a la fase rutilo, el segundo pico n importancia en la posición $2\theta = 25$ corresponde a la ase anatasa. La fase rutilo y la fase anatasa se encuentran en un porcentaje de 75.7% y 24.3% correspondientemente. La fase cerio no se encuentra en el difractograma, posiblemente a dos situaciones, una al tener un pico cercano al pico de la fase rutilo este se pudo haber ocultado debido a una traslapación, y dos, debido a que el material no era lo suficientemente sensible como identificar en esa cantidad al cerio. En el difractograma aparece marcados ciertos picos correspondientes a la plata, pero no son lo suficientemente intensos como para ser visualizados con facilidad.

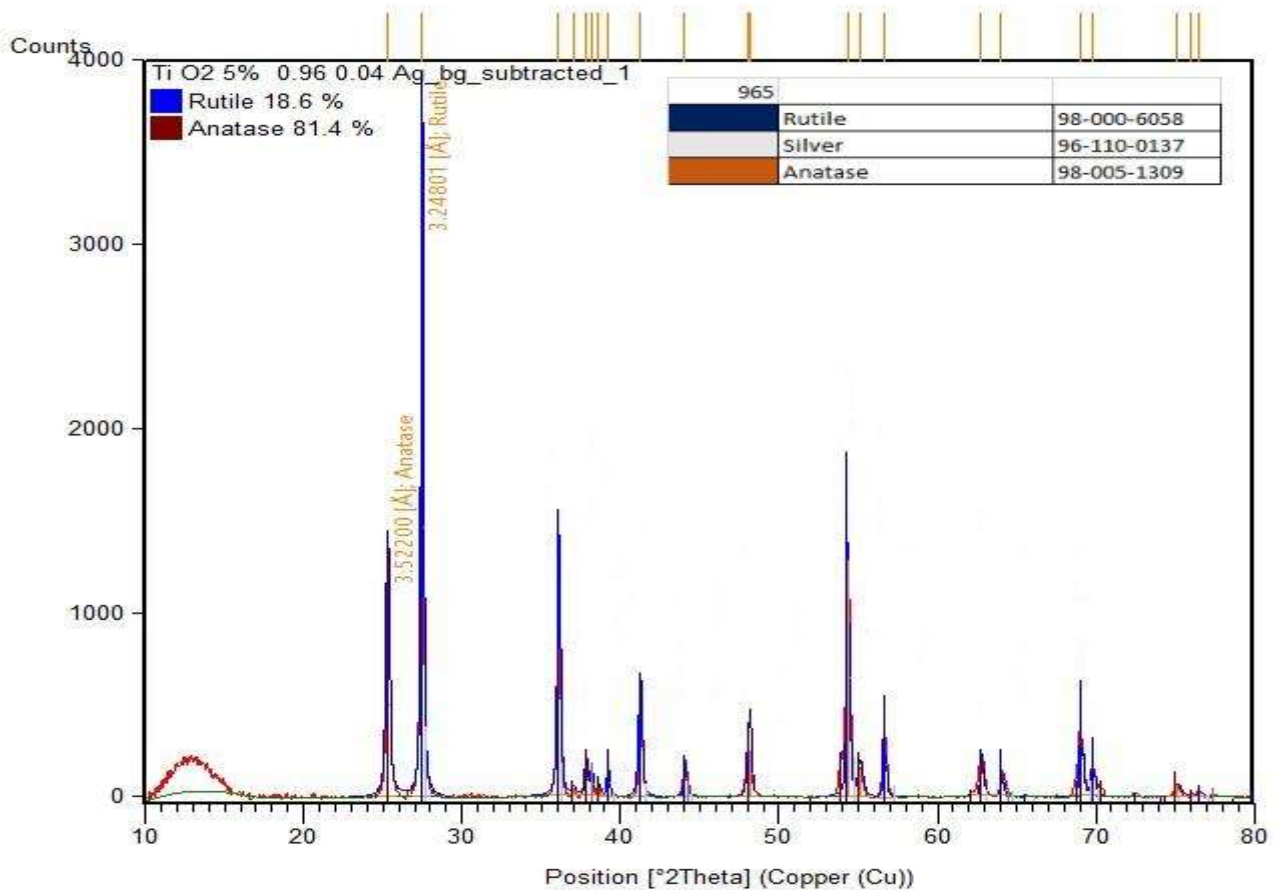


Ilustración 18 Difractograma del material $Ti_{0.96}Ce_{0.04}O_2/Ag$ 5%

La Ilustración 18 representa el difractograma del material $Ti_{0.96}Ce_{0.04}O_2/Ag$ 5%, el pico ubicado en la posición $2\theta = 28$ refleja la presencia de la fase rutilo, el pico ubicado en $2\theta = 25$, se relaciona con la fase cristalina de anatasa. La fase anatasa se encuentra en un porcentaje de 81.4% por lo cual es la fase cristalina más abundante en el material. Los picos correspondientes al cerio no aparecen, esto se puede deber ya sea por la sensibilidad del equipo o por alguna traslapación con los picos relacionados al rutilo, esto explicaría la alta intensidad sobre el pico ubicado en la posición $2\theta = 28$. La plata no aparece en el difractograma debido a la sensibilidad del equipo.

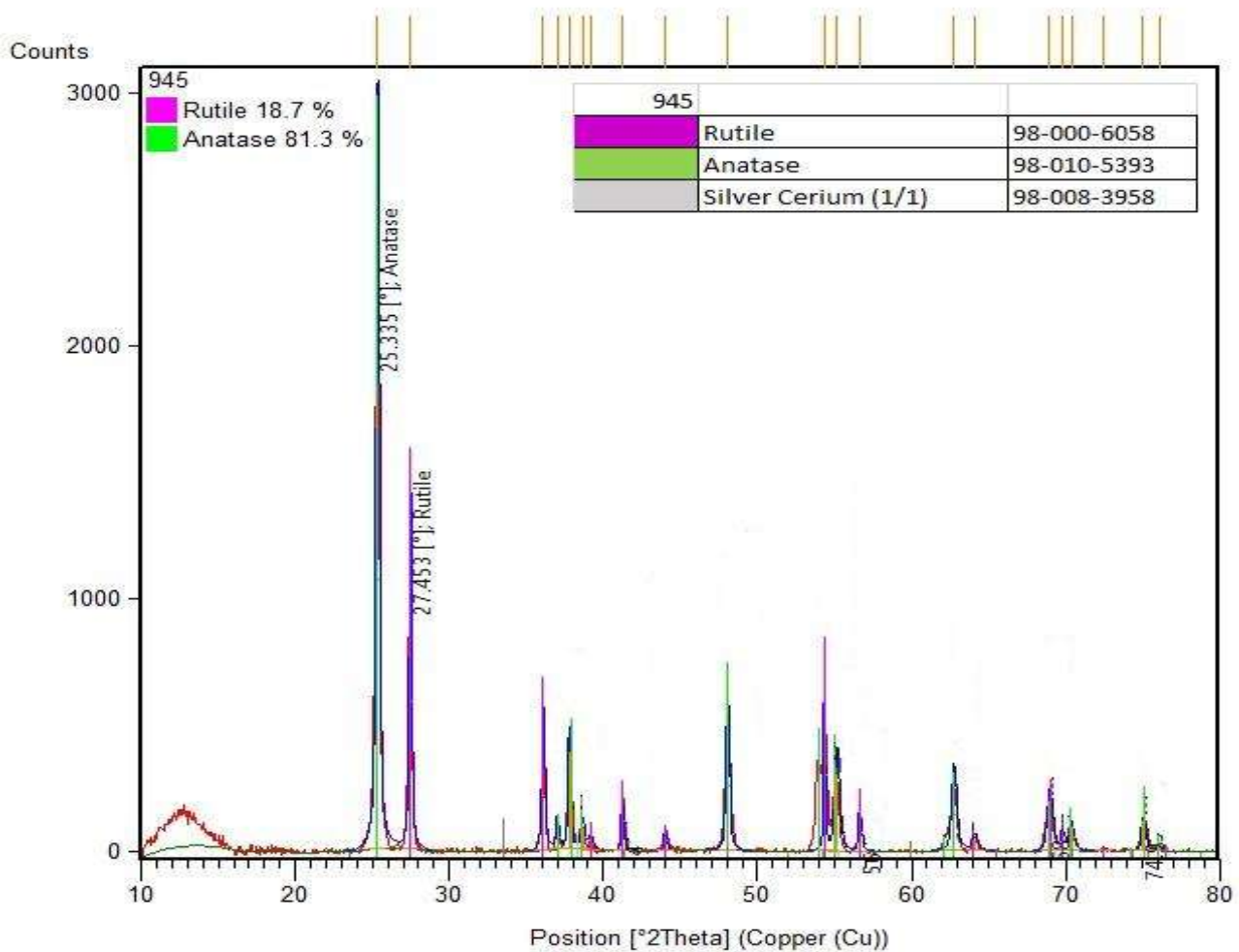


Ilustración 19 Difractograma del material $Ti_{0.94}Ce_{0.06}O_2/Ag$ 5%

El difractograma del material $Ti_{0.94}Ce_{0.06}O_2/Ag$ 5% se muestra en la Ilustración 19. Se puede observar que en el pico en la posición $2\theta = 25$ es el más intenso y este corresponde a la fase cristalina de anatasa. El segundo pico en términos de intensidad corresponde a la fase cristalina de rutilo y este se encuentra en la posición $2\theta = 28$. La fase anatasa fue la estructura cristalina principal, encontrándose en un 81.3%. Se encontraron picos de cerio y plata en conjunto, pero debido a la poca cantidad, sus picos se ven reflejados con poca intensidad haciendo difícil su lectura e interpretación.

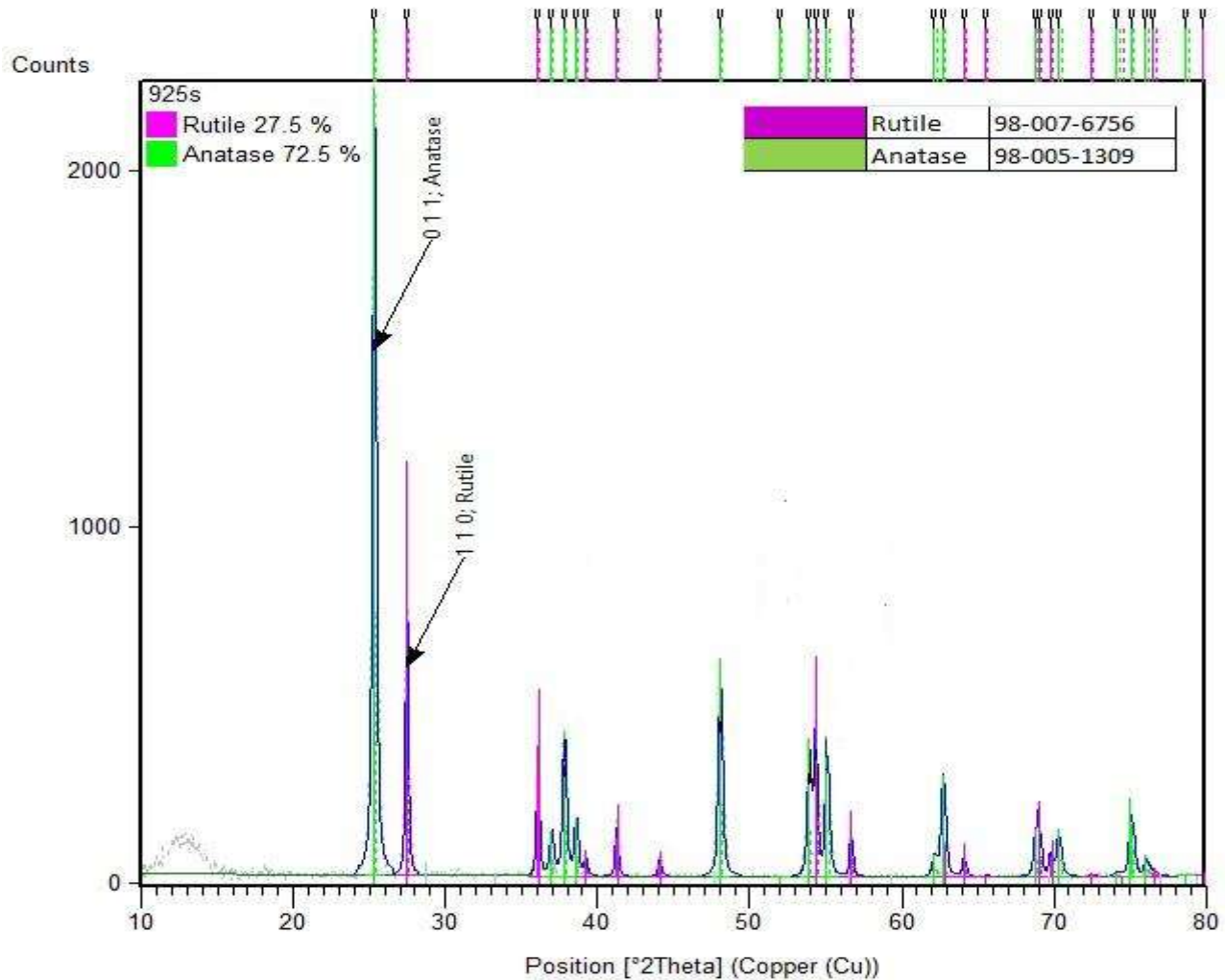


Ilustración 20 Difractograma del material $Ti_{0.92}Ce_{0.08}O_2/Ag$ 5%

Se puede observar en la Ilustración 20, que el pico más intenso ubicado en la posición $2\theta = 25$ corresponde a la fase anatasa. El pico ubicado en la posición $2\theta = 28$ corresponde a la fase cristalina de rutilo. La fase anatasa es a fase más abundante con una presencia en porcentaje de 72.5%. Tanto el cerio como la plata no se ven reflejados en el difractograma, debido a la sensibilidad del equipo.

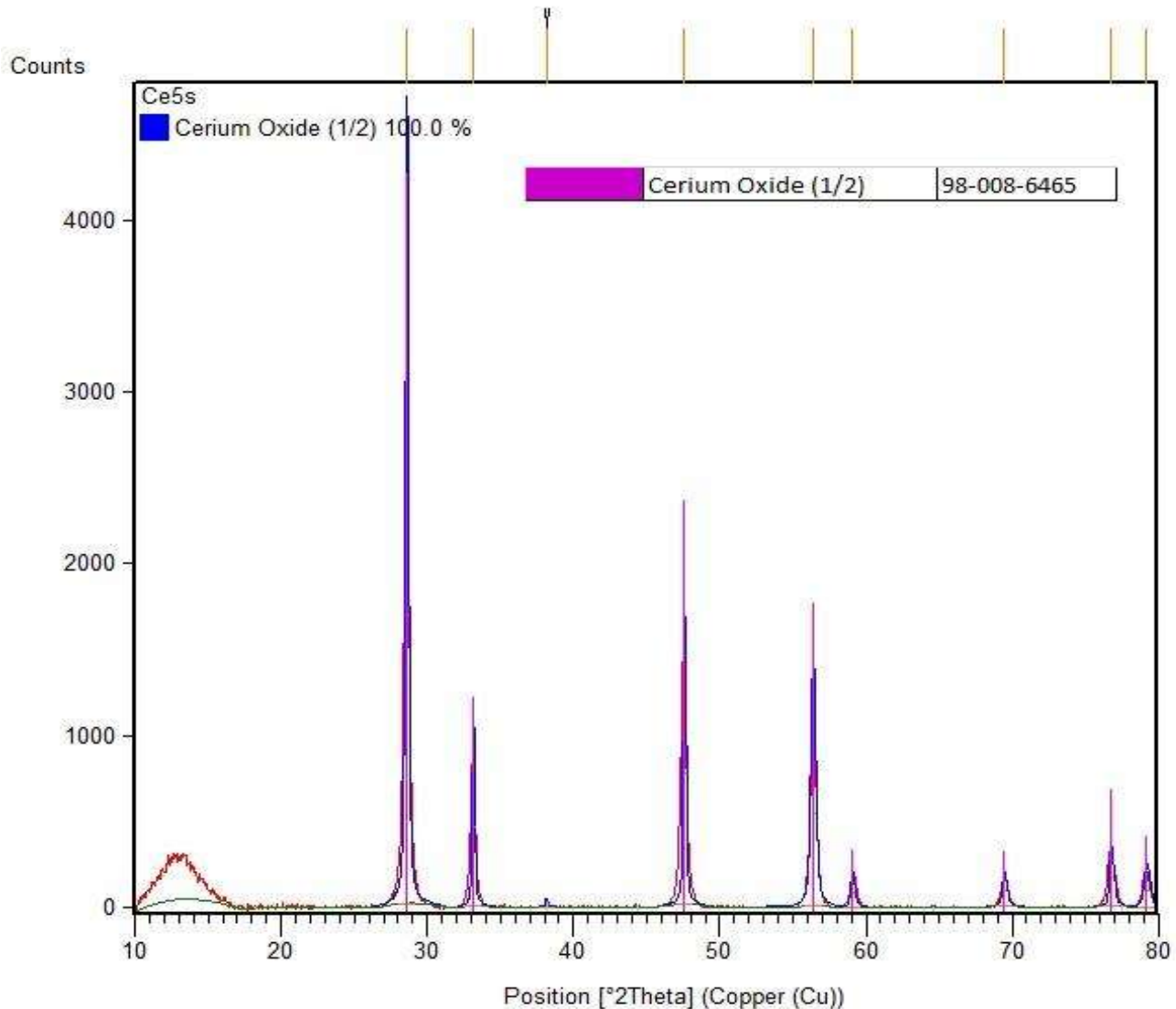


Ilustración 21 Difractograma del material CeO_2/Ag 5%

La Ilustración 21 corresponde al material CeO_2/Ag 5%, se pueden observar picos delgados correspondientes a un material altamente cristalino, el óxido de cerio no presenta distintas fases por lo cual, no se examinó la composición de fases, su pico más predominante se encuentra en $2\theta = 29$, no se encontró la presencia de picos relacionados a la plata debido a la sensibilidad del equipo.

8.1.2 Microscopia electrónica de barrido

8.1.2.1 Material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$

En las ilustraciones 22, 23 y 24, se muestran las micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$ a 250x, 2,500x y 1,000x correspondientemente. En ellas se pueden observar partículas de distintos tamaños que van desde $<100\text{ }\mu\text{m}$ hasta $>1\text{ }\mu\text{m}$, por lo que podemos decir que el material se

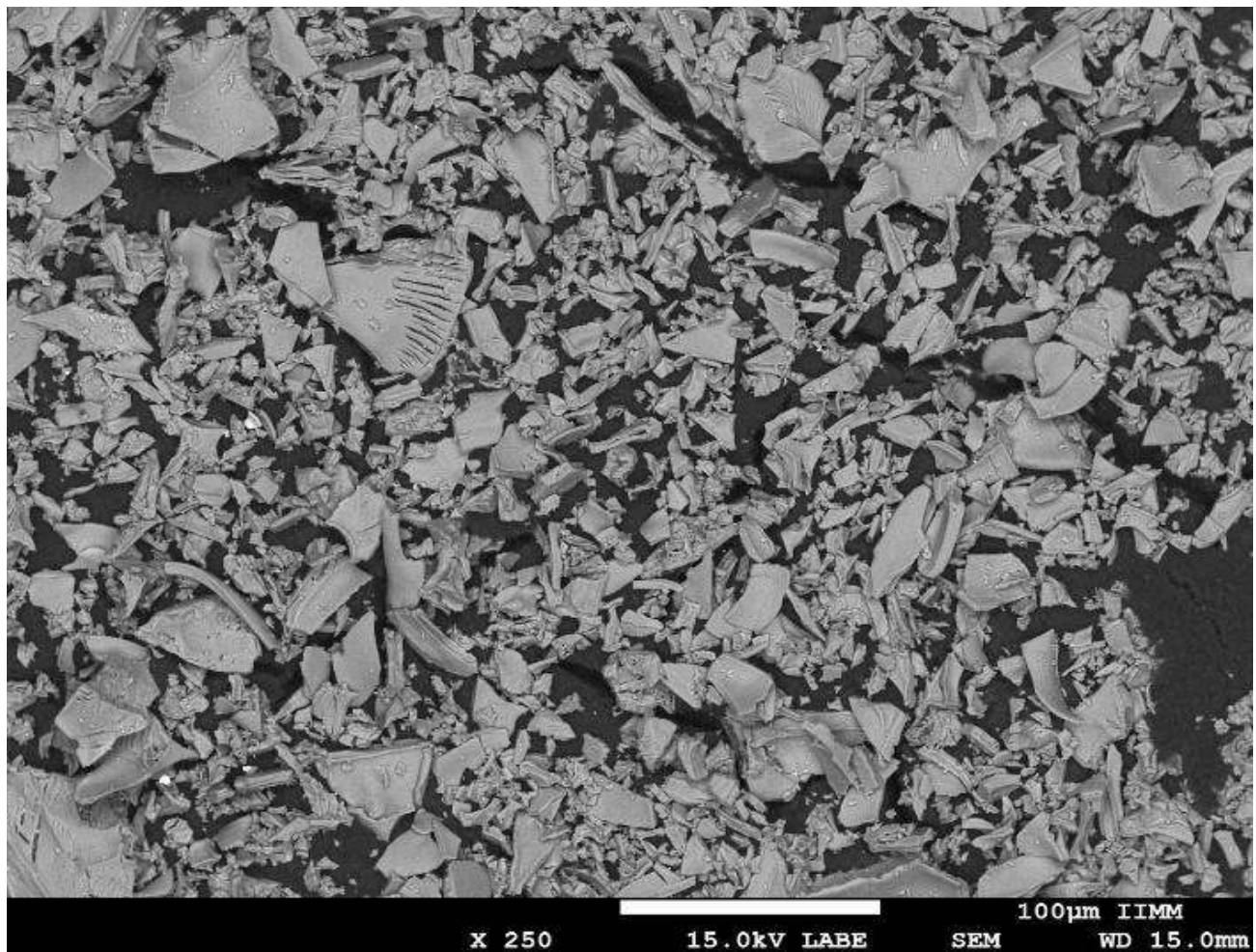


Ilustración 22 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$ a 250X

encuentra dentro de la clasificación de micromateriales. Las superficies son lisas, con formas irregulares aplanadas, con una cierta concavidad.

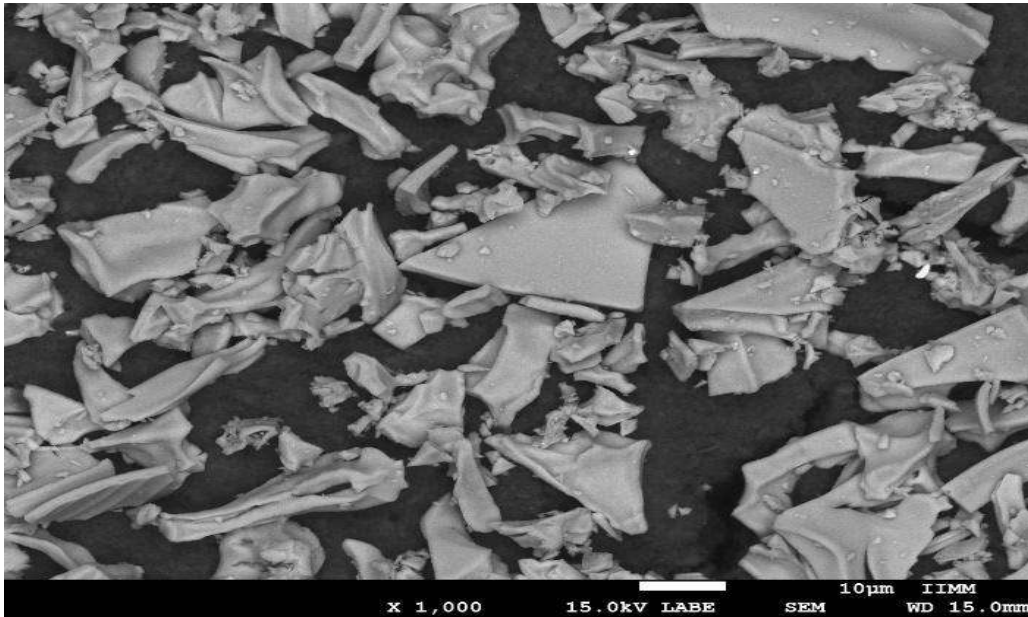


Ilustración 23 Micrografías del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2$ a 1,000X

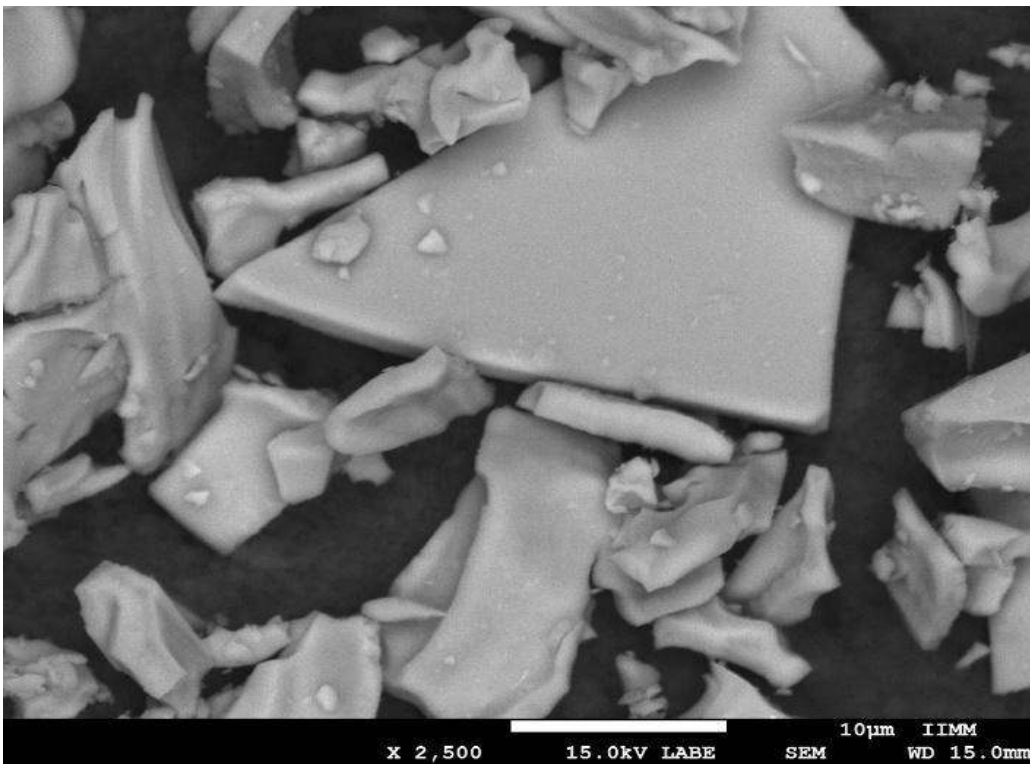


Ilustración 24 Micrografías del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2$ a 2,500X



La Ilustración 25 muestra el análisis de EDS, la presencia del elemento cerio no aparece marcada en la espectroscopia, sin embargo, haciendo un análisis en la bibliografía se encontró que existe un pico de cerio cerca de los 5 keV (Latha et al., 2018; Mondragón Herrera, 2021), un pico aparece igual en la posición 5 keV, es posible que ese pico sea debido a la presencia de cerio.

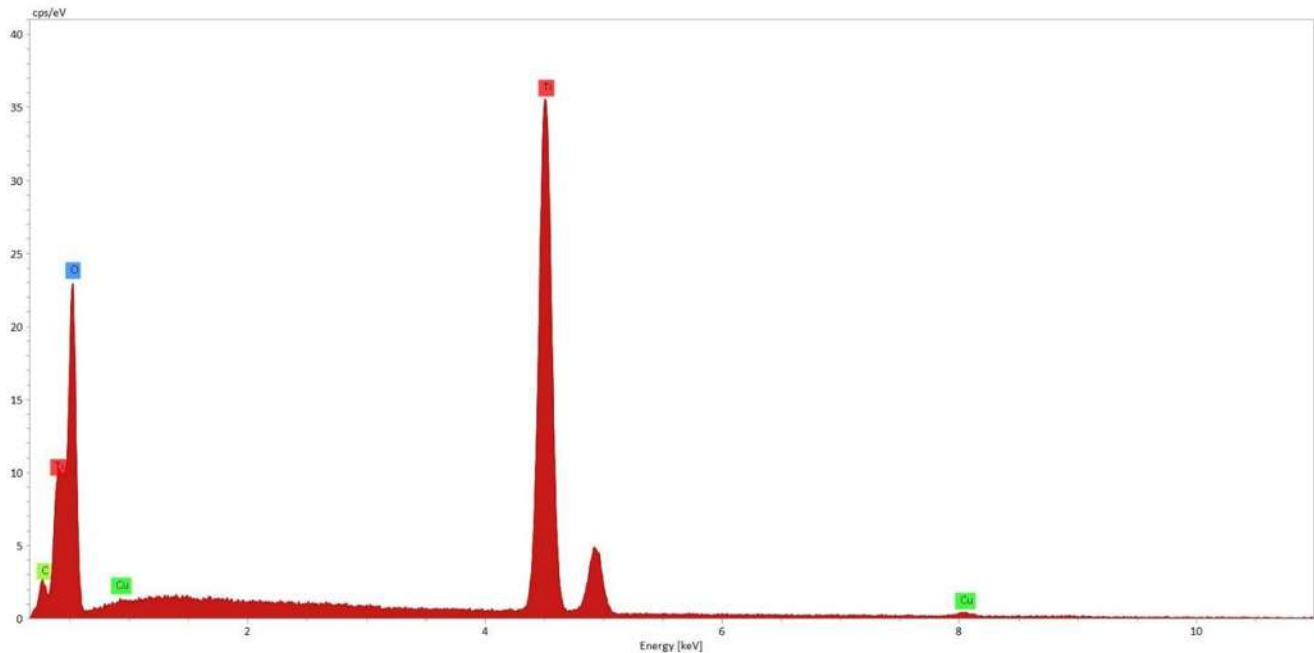


Ilustración 25 Espectroscopia de energía dispersa del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2$

La Tabla 4, nos muestra el porcentaje de acuerdo con la presencia para cada elemento.

Material 94	
Elemento	Porcentaje
Oxigeno	28.7
Titanio	71.3

Tabla 4 Componentes en porcentaje del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2$



A continuación, en la Ilustración 26 se muestra el mapeo elemental para el material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$

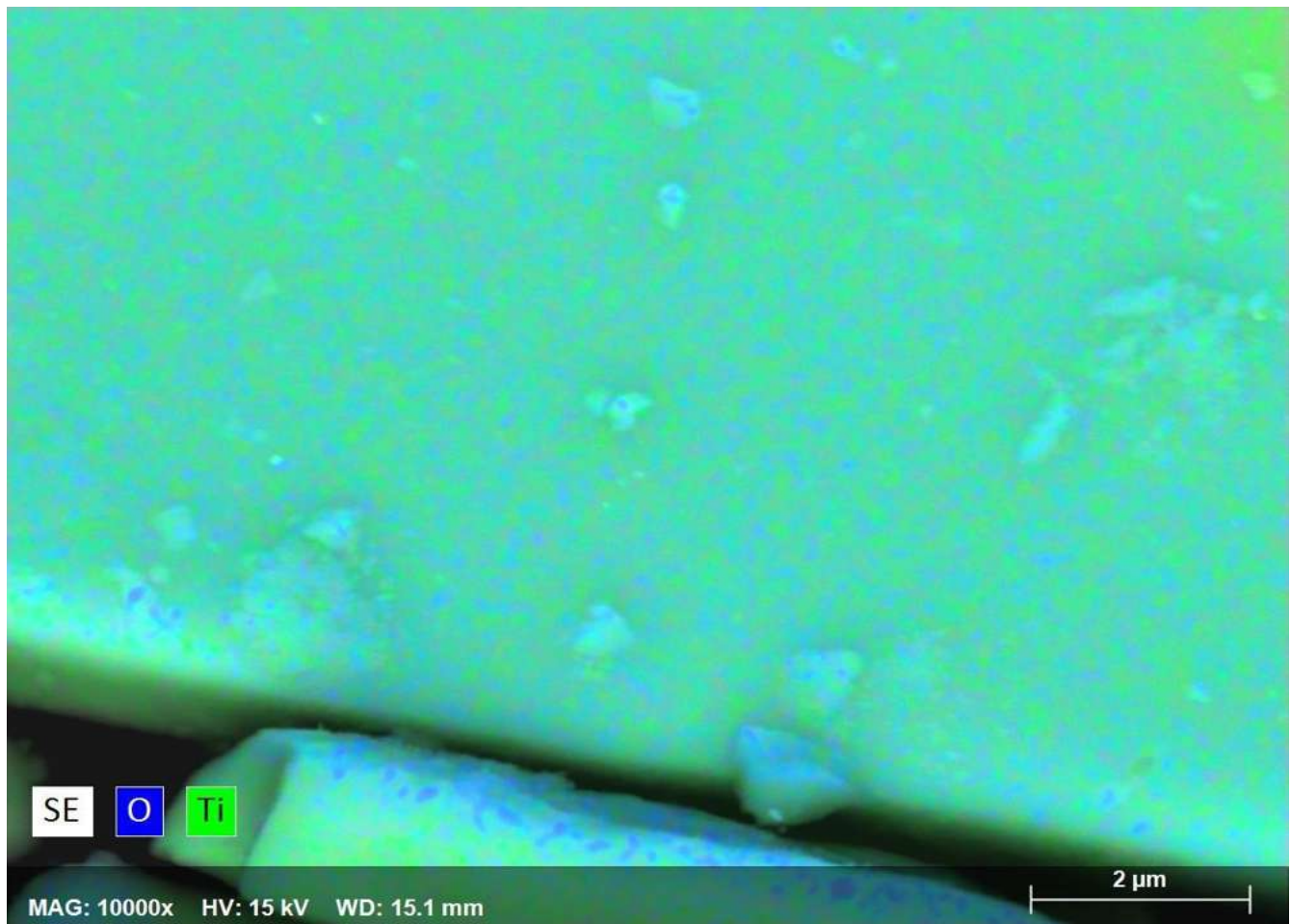


Ilustración 26 Mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2$

8.1.2.2 Material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%

En las ilustraciones 27, 28, 29 y 30, se muestran las micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%.

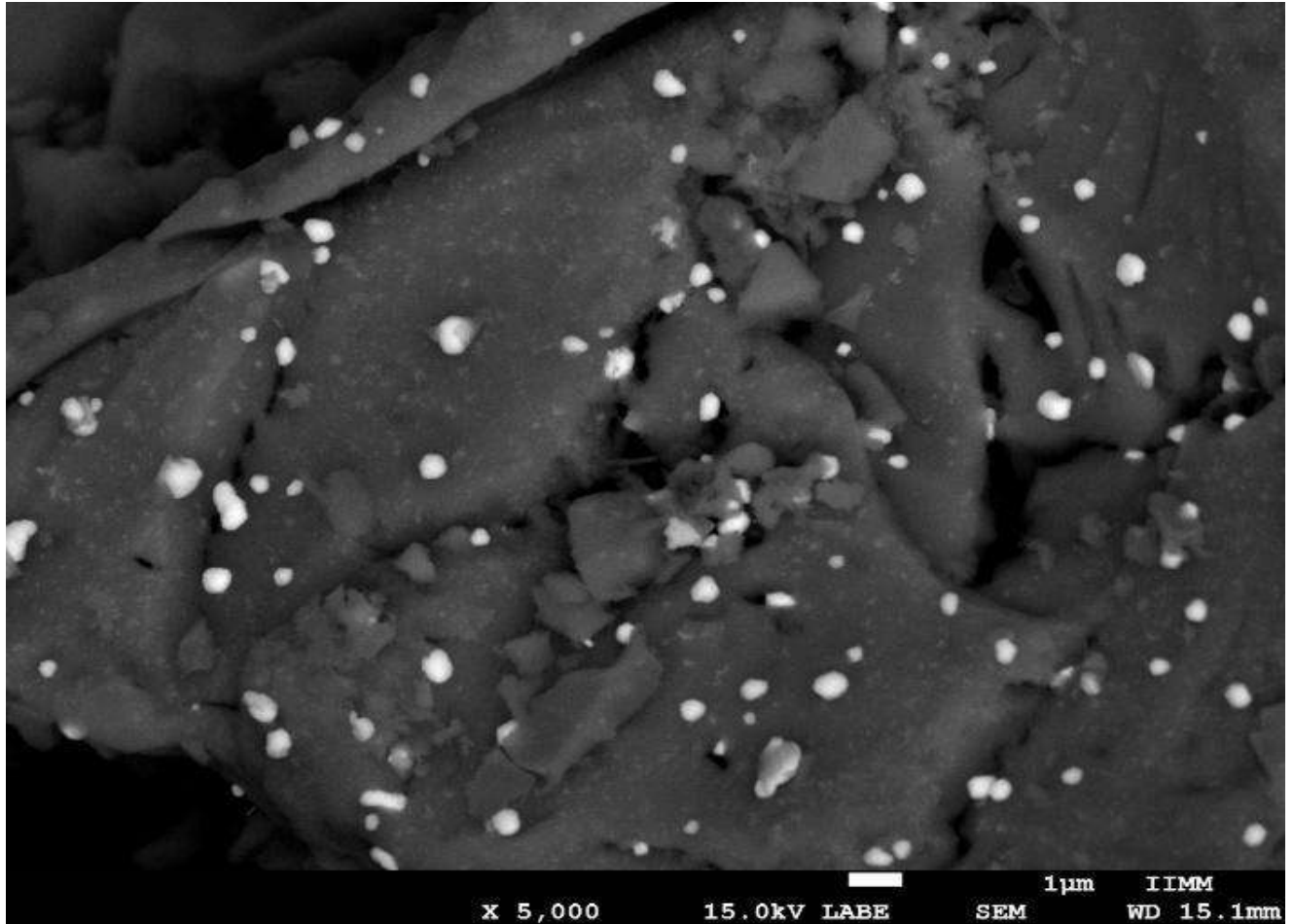


Ilustración 27 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 5,000X

En ellas se pueden observar partículas de distintos tamaños que van desde $<100\ \mu\text{m}$ hasta $>1\ \mu\text{m}$, por lo que podemos decir que el material se encuentra dentro de la clasificación de micromateriales. Las superficies son variadas, encontrándose en su mayoría superficies lisas,

aunque también se encuentran superficies rugosas con formas irregulares aplanadas, con una cierta concavidad (Ilustración 30, parte inferior).

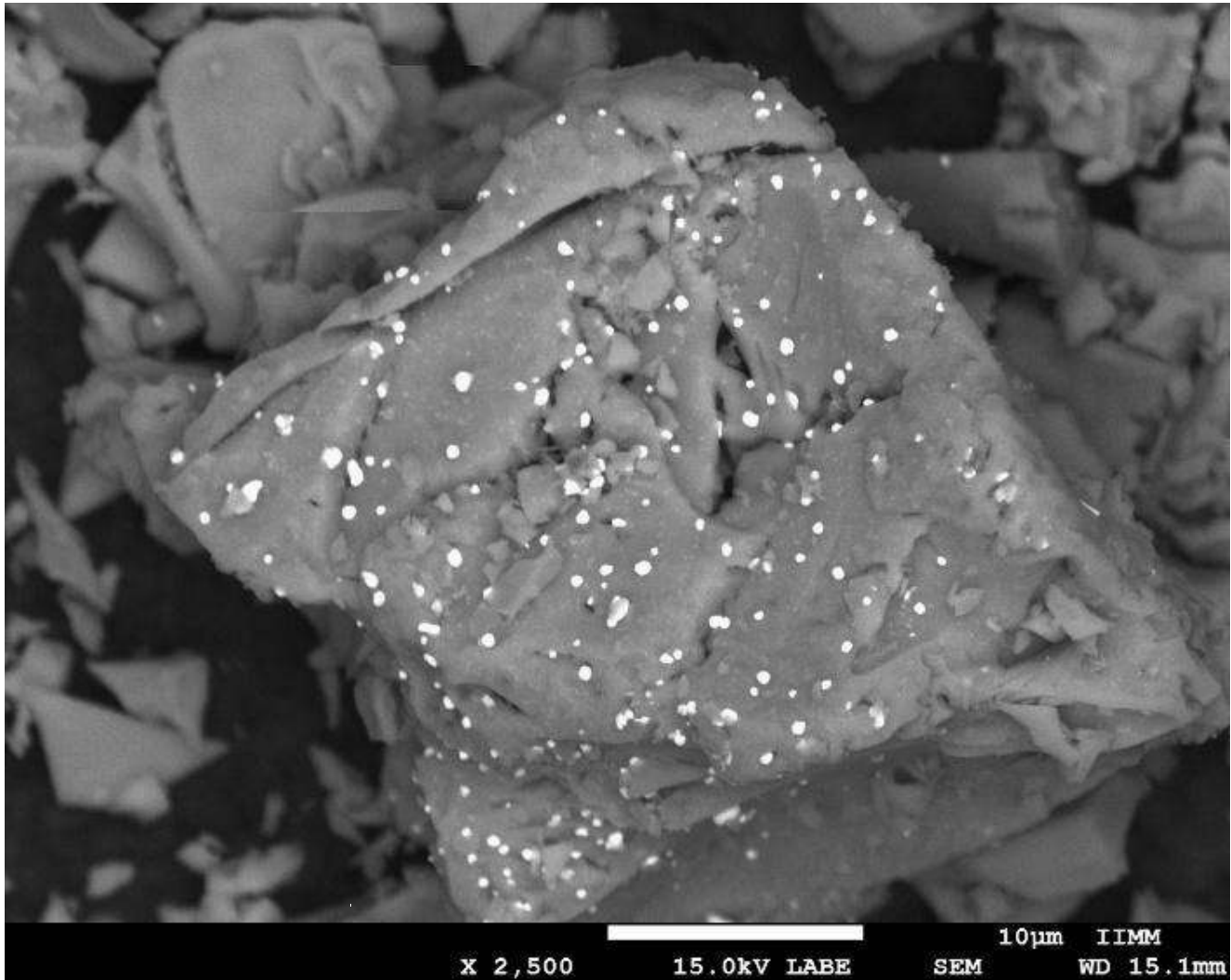


Ilustración 28 Micrografías del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2/Ag$ 5% a 2,500X

En la Ilustración 27 se pueden observar partículas con bordes curvados y ángulos agudos. En cuanto a la distribución de la plata esta se observa como partículas blancas sobre la superficie de los materiales, estas partículas de plata no tienen una distribución uniforme y se puede observar una gran disparidad en la distribución, en la Ilustración 28 podemos observar una buena distribución de la plata, pero si observamos la Ilustración 29, podemos visualizar

que existen parte en las superficies de los materiales donde la presencia de la plata es poca o nula. La morfología de las partículas de plata se puede clasificar en dos formas como partículas esféricas con bordes lisos y como partículas irregulares también, con bordes lisos.

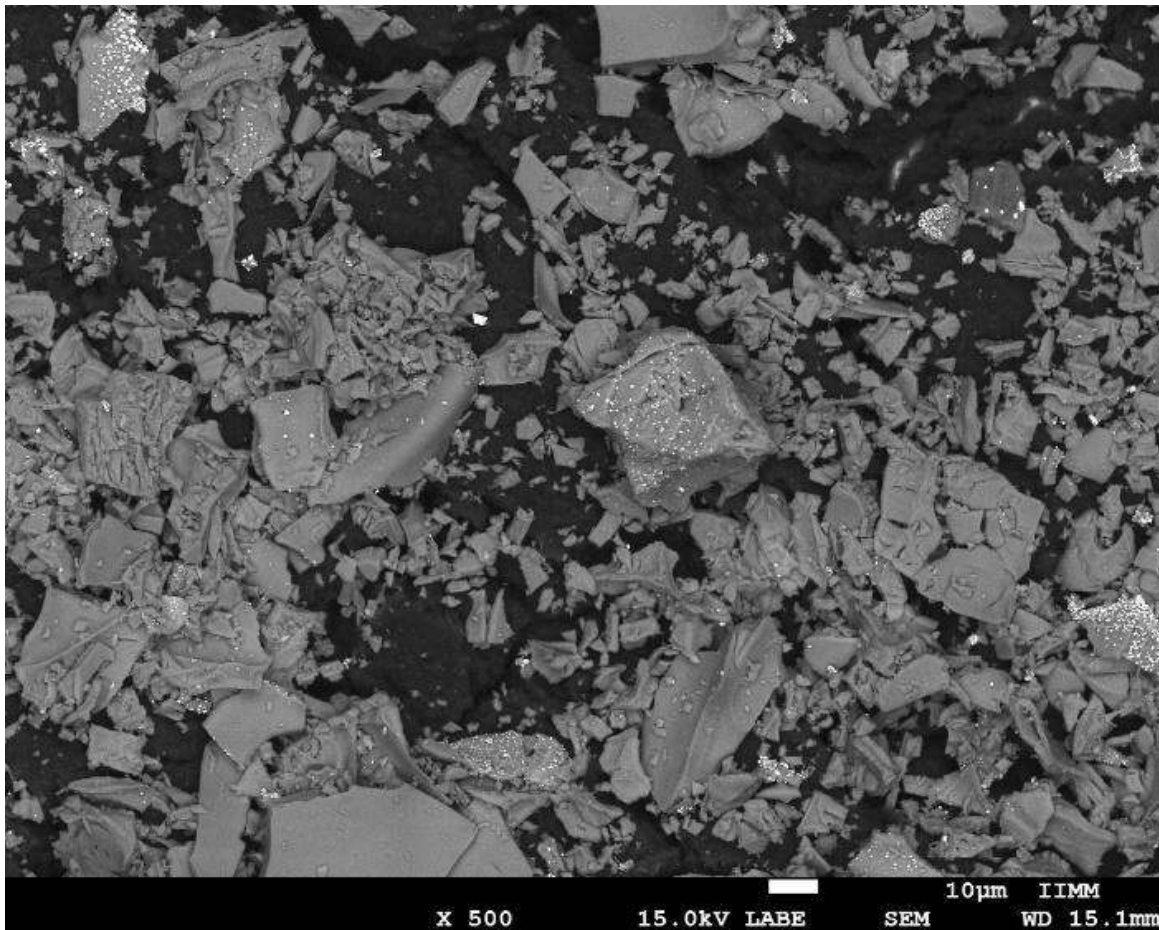


Ilustración 29 Micrografías del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2/Ag$ 5% a 500X

La Ilustración 30 muestra el tamaño de las partículas de plata, teniendo una gran dispersión en los tamaños encontrando desde los 520 nm hasta los 50 nm.

La Ilustración 31 corresponde al análisis EDS del material, en ella se puede ver un pico intenso correspondiente a la plata, nótese de nuevo la ausencia del señalamiento del pico de cerio, sin embargo, se puede observar que justo a la derecha del pico de titanio en la ubicación cercana los 5 keV, se encuentra un pico poco intenso que se le podría adjudicar a la presencia de cerio.

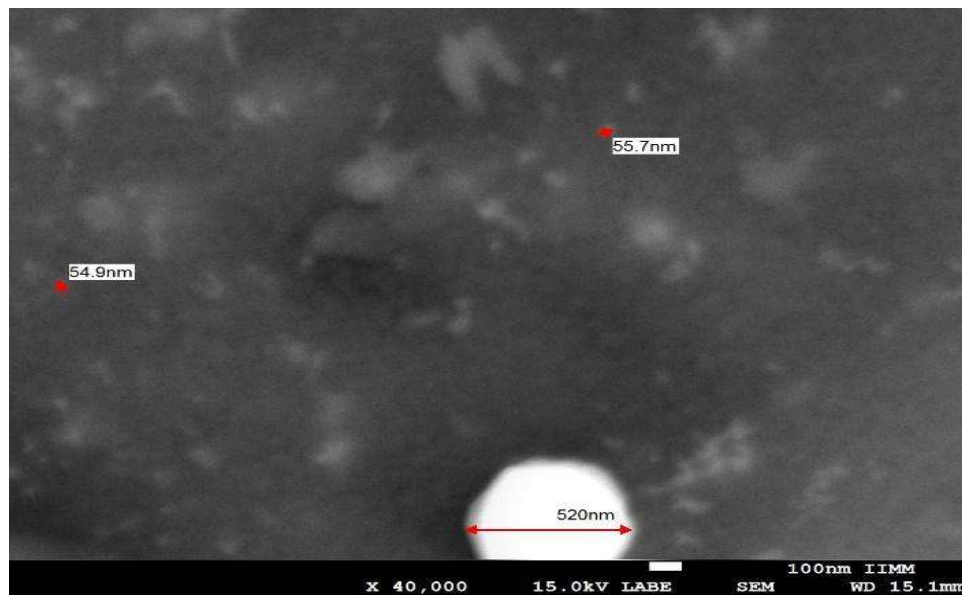


Ilustración 30 Micrografías del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2/Ag$ 5% a 40,000X

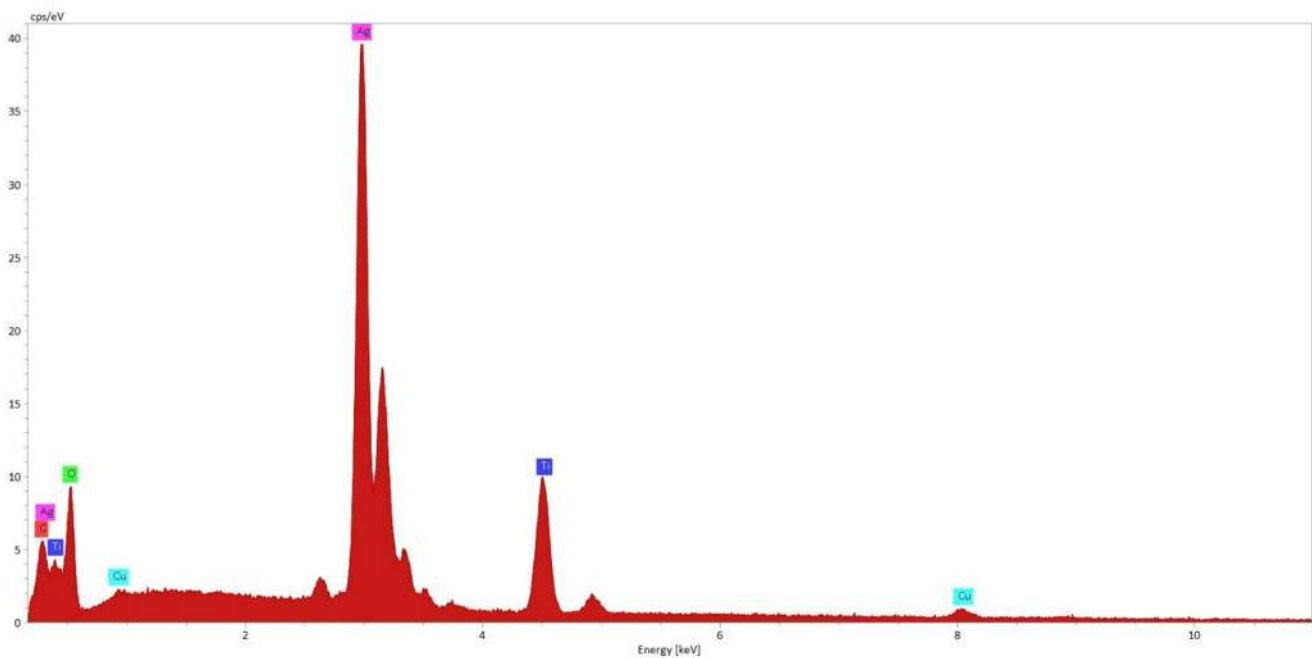


Ilustración 31 Espectroscopia de energía dispersa del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2/Ag$ 5%

La Ilustración 32 muestra el mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%, las manchas rojas que aparecen en la imagen corresponden a las partículas de plata sobre el material.

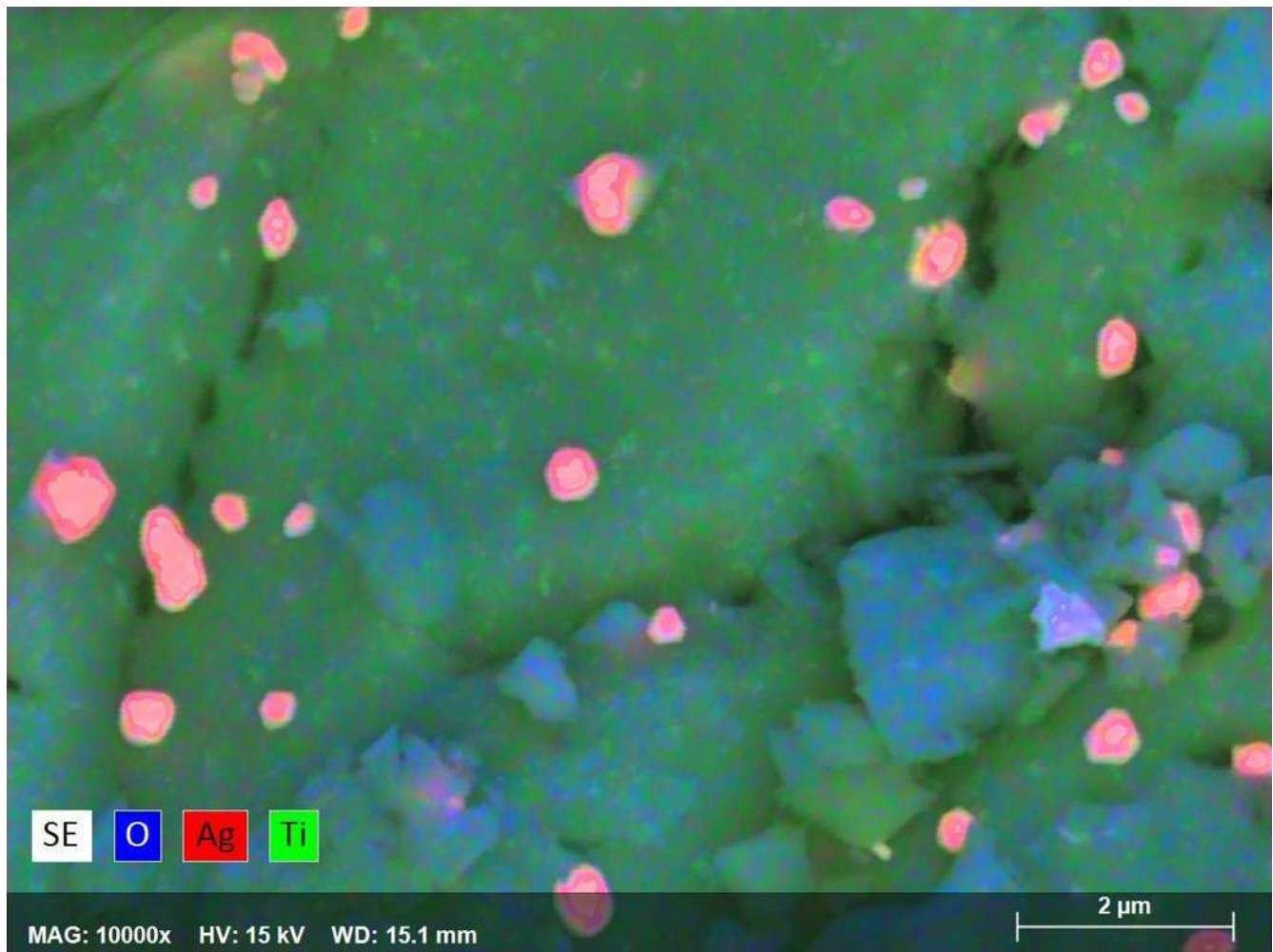


Ilustración 32 Mapeo elemental del material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%

A continuación, se presenta la Tabla 5 de composición del material 945.

Material 945	
Elemento	Porcentaje
Oxigeno	9.94
Titanio	44.27
Plata	45.79

Tabla 5 Componentes en porcentaje del material $Ti_{0.94}Ce_{0.6}O_2/Ag$ 5%

La Tabla 5 nos muestra la proporción en peso de los componentes de los materiales, en la tabla se muestra que la presencia de la plata es del 44.79% sin embargo, el porcentaje al cual se impregno fue al 5% en peso. Esto pudiera deberse principalmente a dos motivos, el área que se tomó como referencia para el análisis y que la plata al encontrarse principalmente sobre la superficie creo un traslape entre la parte externa del material y la parte interna, por lo cual los resultados salieron sesgados.

8.1.2.3 Material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$

En las ilustraciones 33 y 34, se muestran las micrografías del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$. En ellas se pueden observar partículas de distintos tamaños que van desde $<100\mu m$ hasta $>1\mu m$. Las superficies son lisas, con formas irregulares aplanadas, con una cierta concavidad.

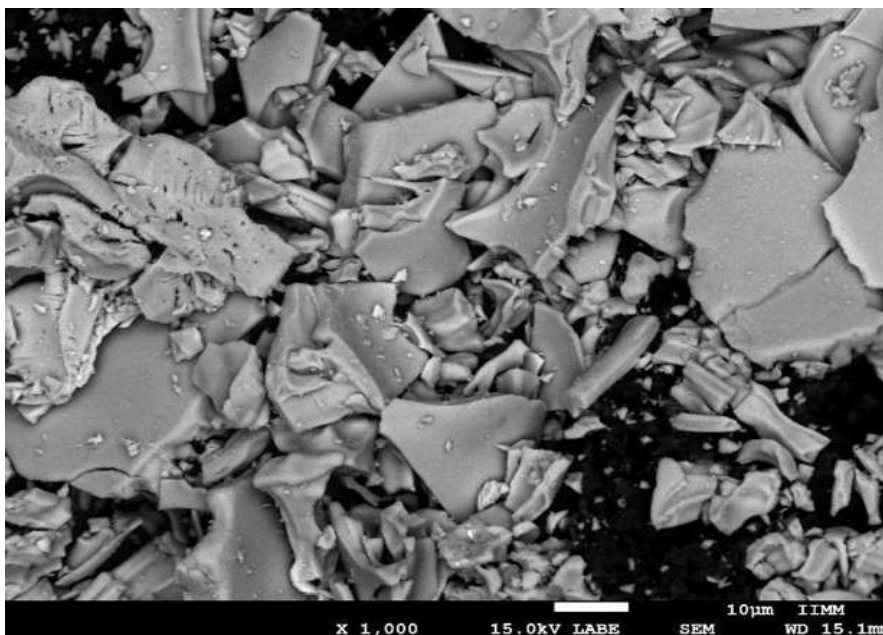


Ilustración 33 Micrografías del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$ a 1,000X

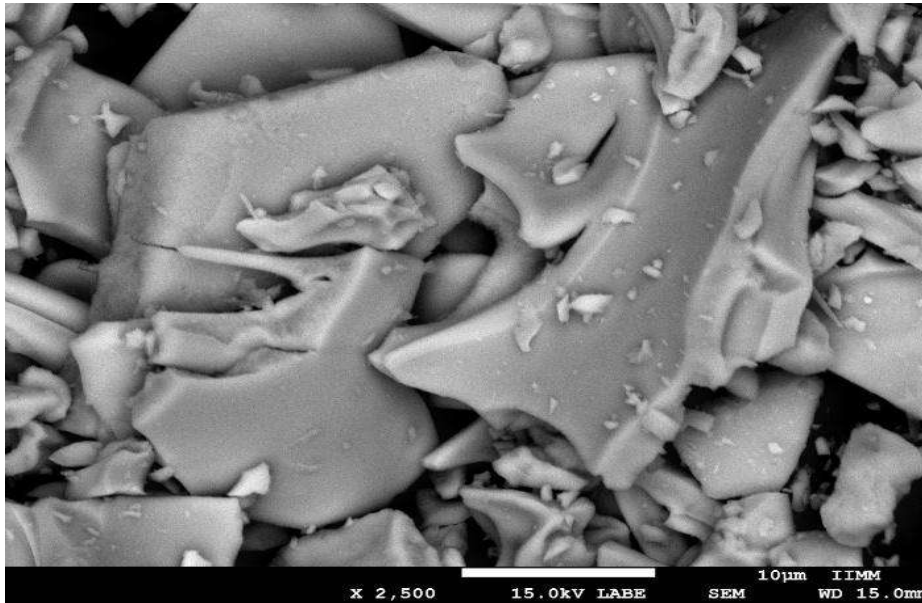


Ilustración 34 Micrografías del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$ a 2,500X

La Ilustración 35 muestra el análisis de EDS, la presencia del elemento cerio no aparece marcada en la espectroscopía, sin embargo, como ya se había mencionado en la descripción de la Ilustración 25, es posible que el pico ubicado cerca de los 5 keV sea debido a la presencia de cerio.

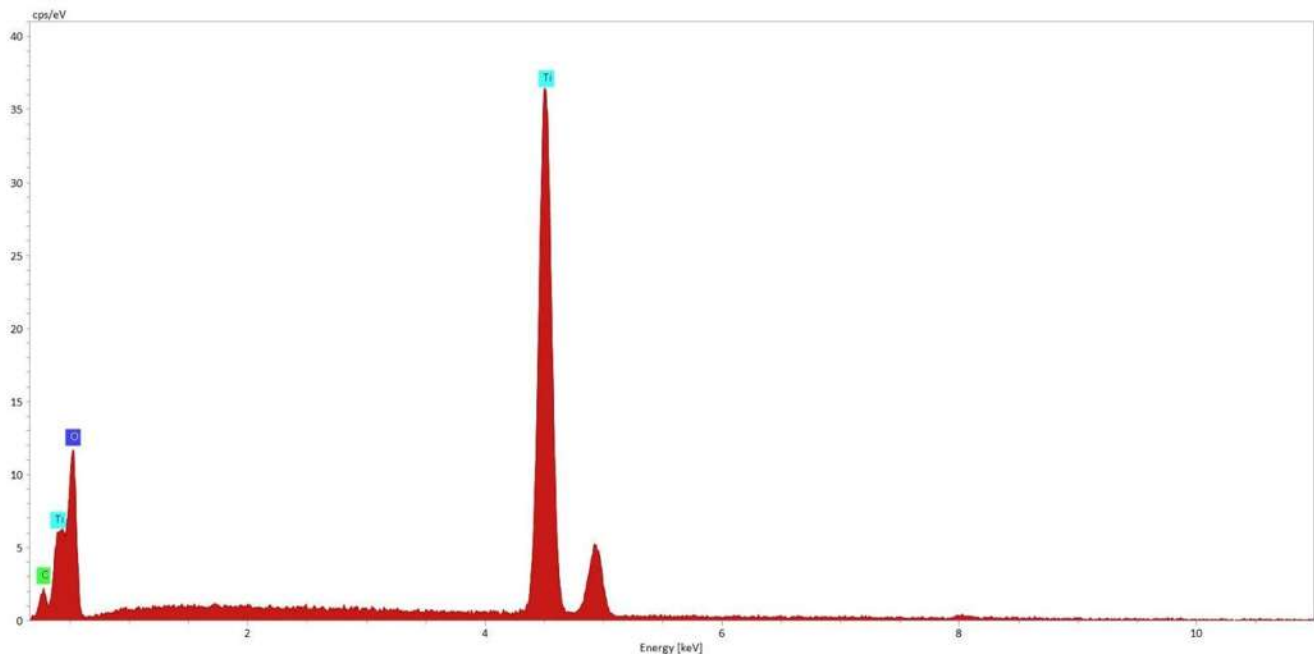


Ilustración 35 Espectroscopia de energía dispersa del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$



La Tabla 6, nos muestra el porcentaje para cada elemento.

Material 92	
Elemento	Porcentaje
Oxígeno	18.55
Titanio	81.44

Tabla 6 Componentes en porcentaje del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$

La Ilustración 36 muestra el mapeo elemental del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$.

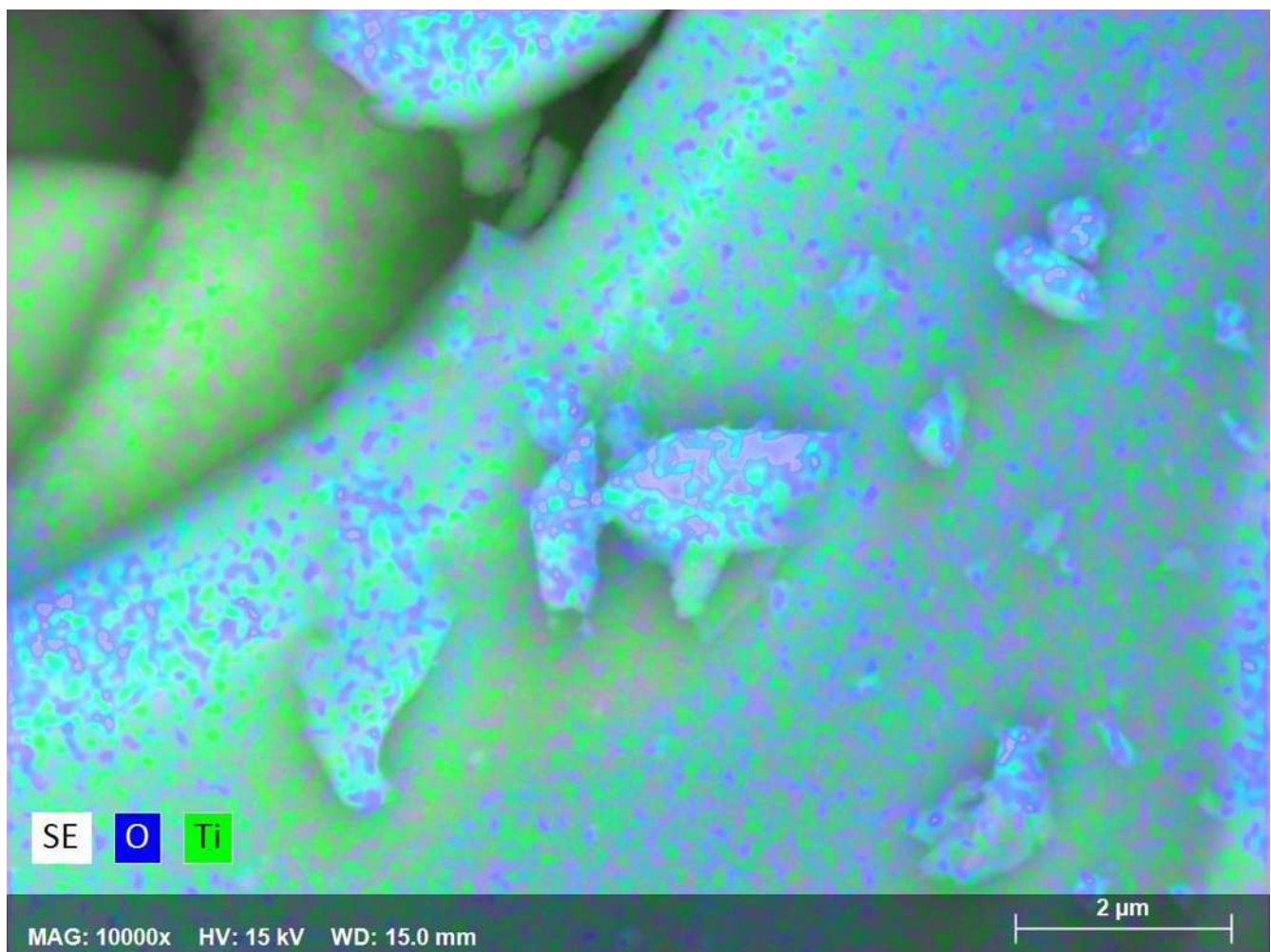


Ilustración 36 Mapeo elemental del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2$

8.1.2.4 Material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2$ impregnado con 5% de plata en peso

En las ilustraciones 37, 38, 39 y 40, se muestran las micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%. En ellas se pueden observar partículas de distintos tamaños que van desde $<100\mu\text{m}$ hasta $>1\mu\text{m}$. Las superficies son lisas, son amorfas, con curvas suaves. Las partículas más pequeñas tienen ángulos más agudos.

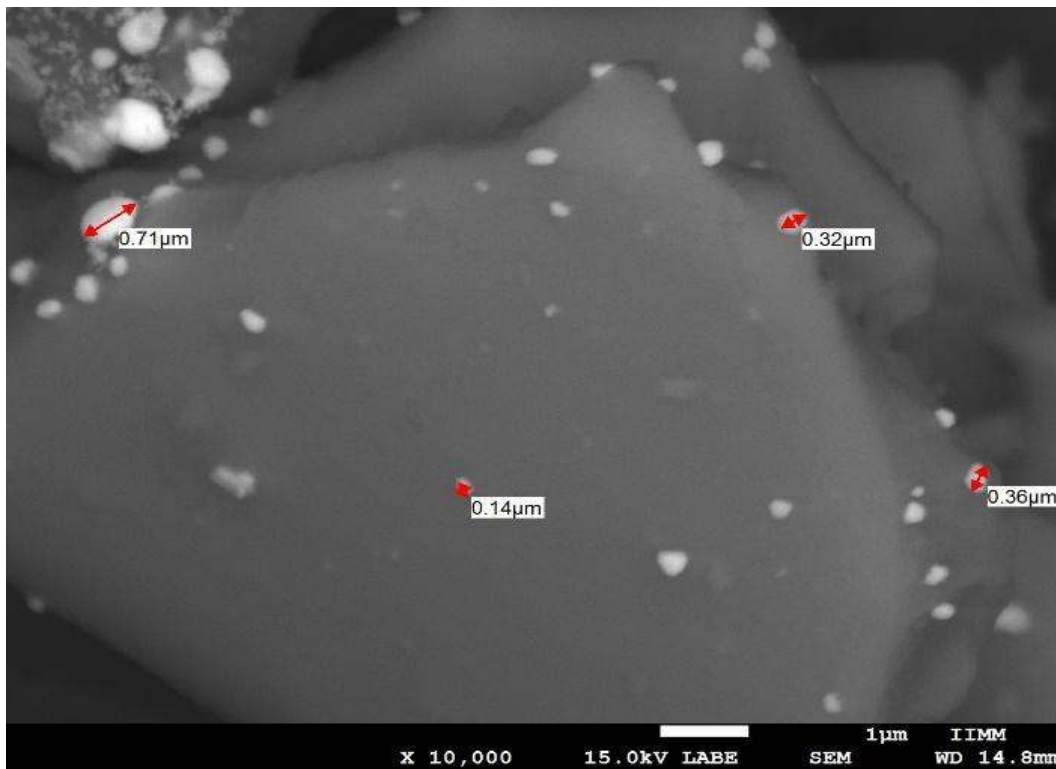


Ilustración 37 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 10,000X

En cuanto a la distribución de la plata estas sigue el mismo patrón que en el material $\text{Ti}_{0.94}\text{Ce}_{0.6}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5%. Las partículas de plata no tienen una distribución uniforme, apareciendo zonas con una alta impregnación de plata y zonas donde la presencia de la plata es poca o nula. La morfología de las partículas de plata se puede clasificar en dos formas como partículas esféricas con bordes lisos y como partículas irregulares también, con bordes lisos. En cuanto al tamaño de las partículas de la plata la Ilustración 37 nos muestra que las partículas de plata son más pequeñas teniendo tamaños de articula que rondan dentro de los $0.14\mu\text{m}$ y $0.72\mu\text{m}$.

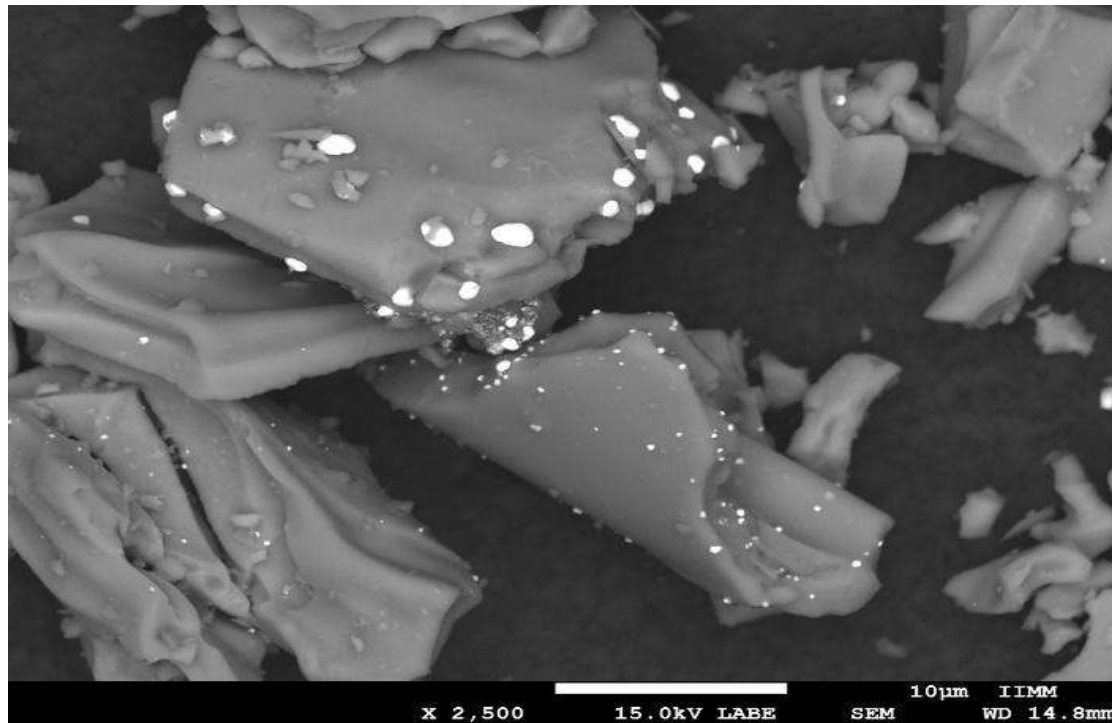


Ilustración 38 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 2,500X

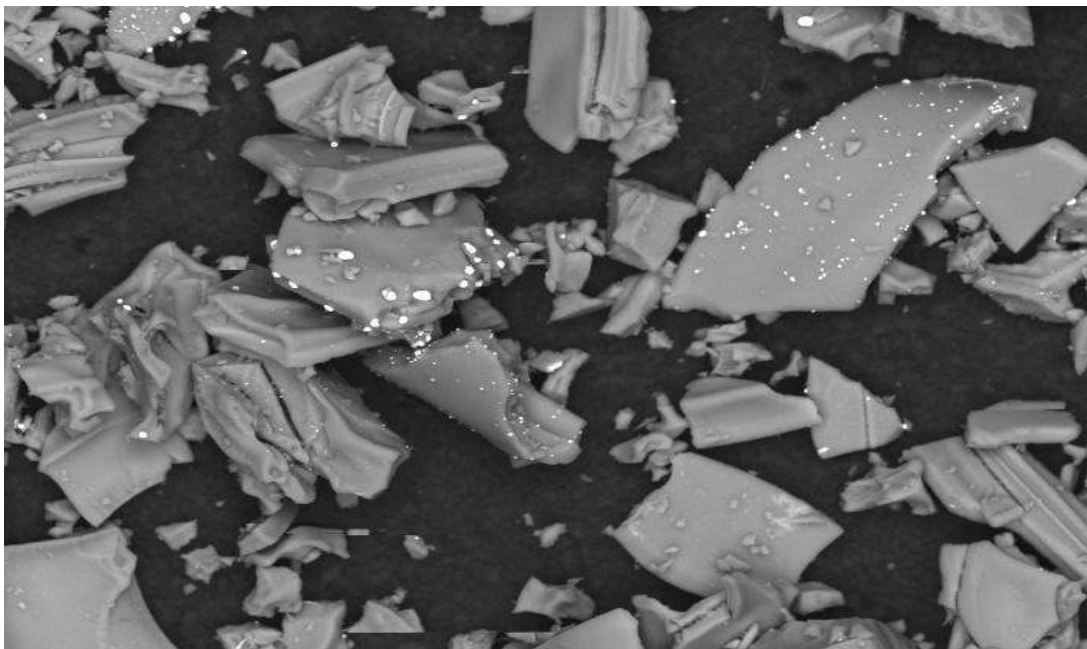


Ilustración 39 Micrografías del material $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.8}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% a 1,100X

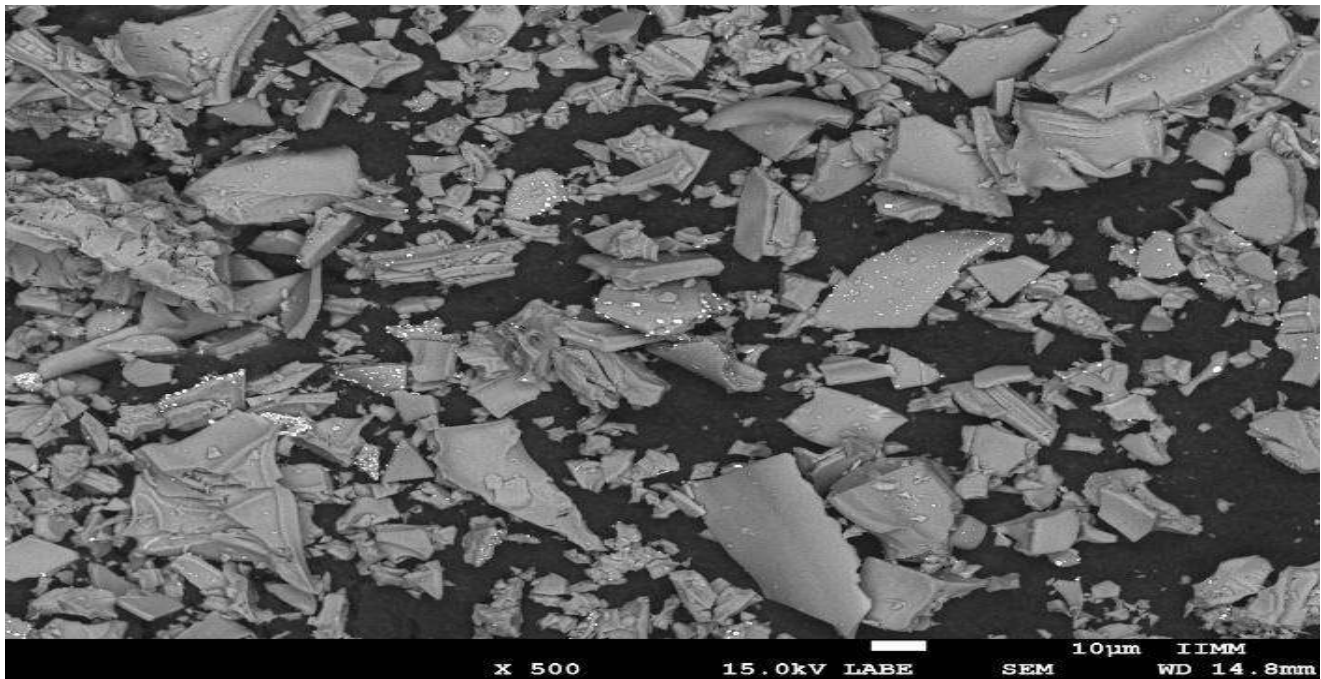


Ilustración 40 Micrografías del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2/Ag$ 5% a 500X

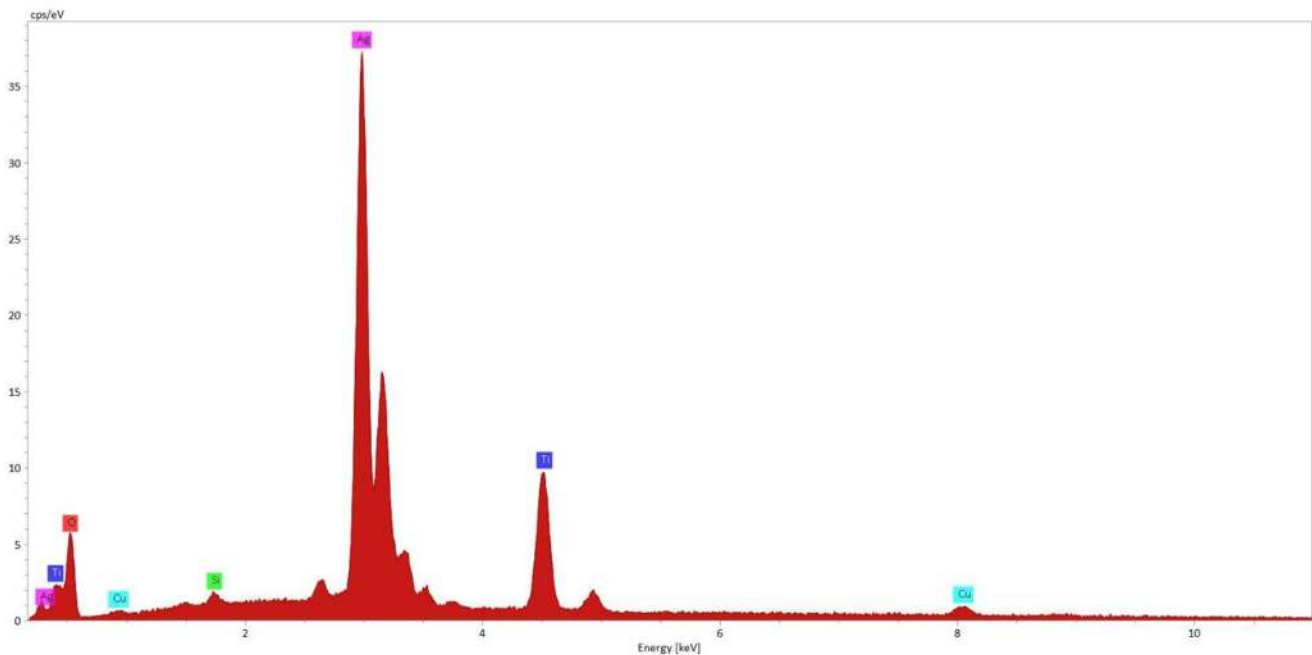


Ilustración 41 Espectroscopia de energía dispersa del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2/Ag$ 5%



El análisis EDS se puede observar en la Ilustración 41. El pico más intenso corresponde a la plata. Se encuentran picos sin identificar, de nuevo el cerio no aparece ser identificado pero el mismo pico cerca de los 5 keV vuelve aparecer, el cual, como ya se había mencionado antes, puede deberse a la presencia de cerio.

Como lo mencionado en la descripción la Tabla 5, el porcentaje mostrado por el EDS presenta un error, ya que en la Tabla 7 la plata aparece en un porcentaje de 46.35% lo cual no puede ser verdadero ya que el porcentaje de impregnación fue 5% en peso, se vuelven a hacer los mismos comentarios anteriores y adjudicándole ese valor a un traslape ocasionado por la alta presencia de la plata en la superficie.

Material 925	
Elemento	Porcentaje
Oxígeno	8.27
Titanio	45.39
Plata	46.35

Tabla 7 Componentes en porcentaje del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2/Ag$ 5%

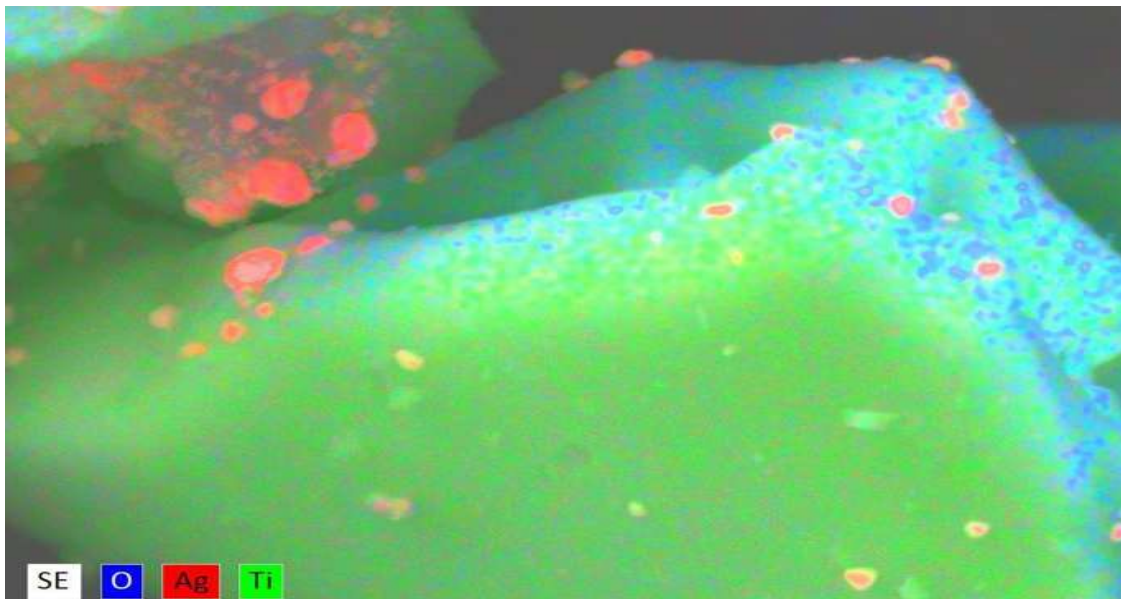


Ilustración 42 Mapeo elemental del material $Ti_{0.92}Ce_{0.8}O_2/Ag$ 5%



8.2 Evaluación antimicrobial

8.2.1 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo

8.2.1.1 *Escherichia coli*

Como se puede observar en la Tabla 8 los materiales que no tenían impregnación de plata no presentaron efecto bactericida. Solamente los materiales impregnados fueron quienes tuvieron efecto bactericida.

Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo para la <i>Escherichia coli</i>						
Material	100	98	96	94	92	Ce
CMI	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida
CMB	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida
Material	1003	983	963	943	923	Ce3
CMI	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml
CMB	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml
Material	1005	985	965	945	925	Ce5
CMI	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml	0.5 mg/ml
CMB	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml

Tabla 8 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo para la *Escherichia coli*

8.2.1.2 *Salmonella typhimurium*

Se realizó una evaluación de la sensibilidad antimicrobiana para *Salmonella typhimurium*, ya que se había observado una mayor resistencia al material en las pruebas en función del tiempo. En la Tabla 9 se puede observar que los materiales sin impregnación no mostraron efecto bactericida. La concentración inicial de la cual se empezó a diluir fue de 3 mg/ml. Para la dilución a 2 mg/ml no se respetó la seriación de diluciones de 1:2. Como esta última concentración fue la que se utilizó para las pruebas en función del tiempo se decidió ajustar la concentración para las evaluaciones de *Salmonella typhimurium* a la última mayor concentración conocida que tuviera un efecto bactericida siendo este caso a 3mg/ml.



Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo para la <i>Salmonella typhimurium</i>						
Materia I	100	98	96	94	92	Ce2
CMI	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida
CMB	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida	No hubo efecto bactericida
Materia I	1003	983	963	943	923	Ce3
CMI	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml
CMB	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml
Materia I	1005	985	965	945	925	Ce5
CMI	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml	1 mg/ml
CMB	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml	2 mg/ml

Tabla 9 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana en macrodilución en caldo para la Salmonella typhimurium



8.2.2 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo

8.2.2.1 *Escherichia coli*

A continuación, en la Tabla 10 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Escherichia coli*.

<i>Escherichia coli</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	248	73	76	2	0	0	0	0	1005	200	1	0	0	0	0	0	0
983	255	268	80	3	0	0	0	0	985	212	60	0	0	0	0	0	0
963	219	87	52	1	0	0	0	0	965	244	102	0	0	0	0	0	0
943	187	8	0	0	0	0	0	0	945	231	38	5	0	0	0	0	0
923	193	7	1	0	0	0	0	0	925	256	41	94	0	0	0	0	0
Ce3	181	7	0	0	0	0	0	0	Ce5	267	274	2	0	0	0	0	0
Control (+)	238	231	220	233	246	223	211	212	Control (+)	238	231	220	233	246	223	211	212
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	189	98	30	0	0	0	0	0	1005	210	0	0	0	0	0	0	0
983	278	145	29	0	0	0	0	0	985	189	36	0	0	0	0	0	0
963	156	66	4	0	0	0	0	0	965	237	49	13	0	0	0	0	0
943	218	11	0	0	0	0	0	0	945	278	17	0	0	0	0	0	0
923	178	9	0	0	0	0	0	0	925	204	18	0	0	0	0	0	0
Ce3	164	15	0	0	0	0	0	0	Ce5	238	38	22	0	0	0	0	0
Control (+)	238	231	220	233	246	223	211	212	Control (+)	238	231	220	233	246	223	211	212

Tabla 10 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Escherichia coli*

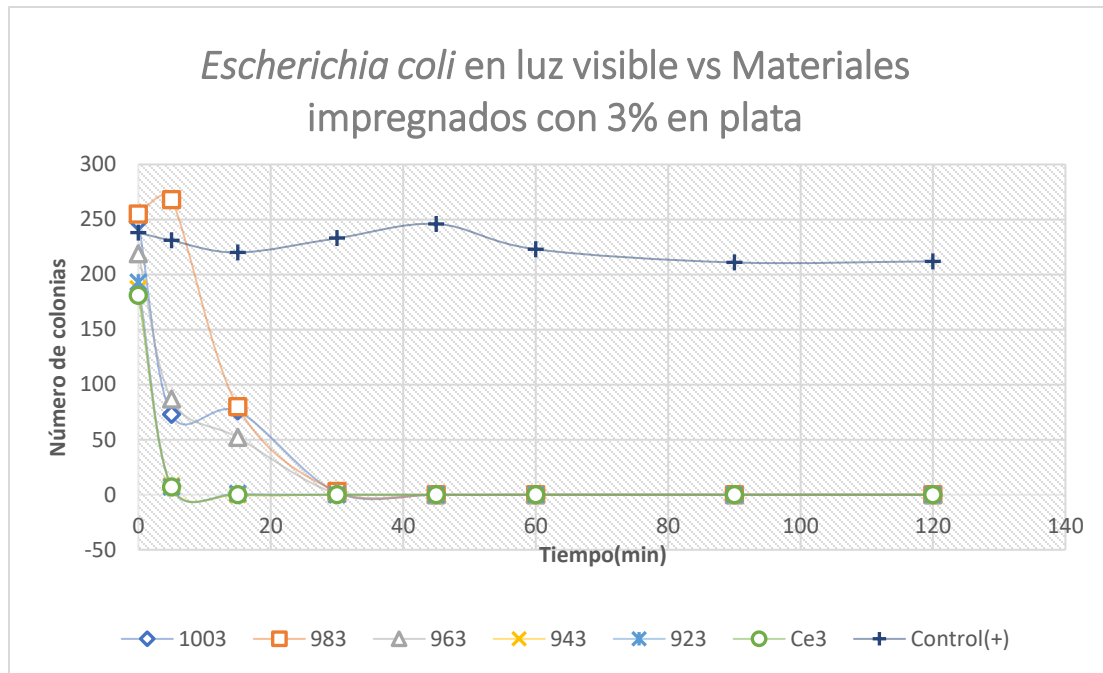


Ilustración 43 *Escherichia coli* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

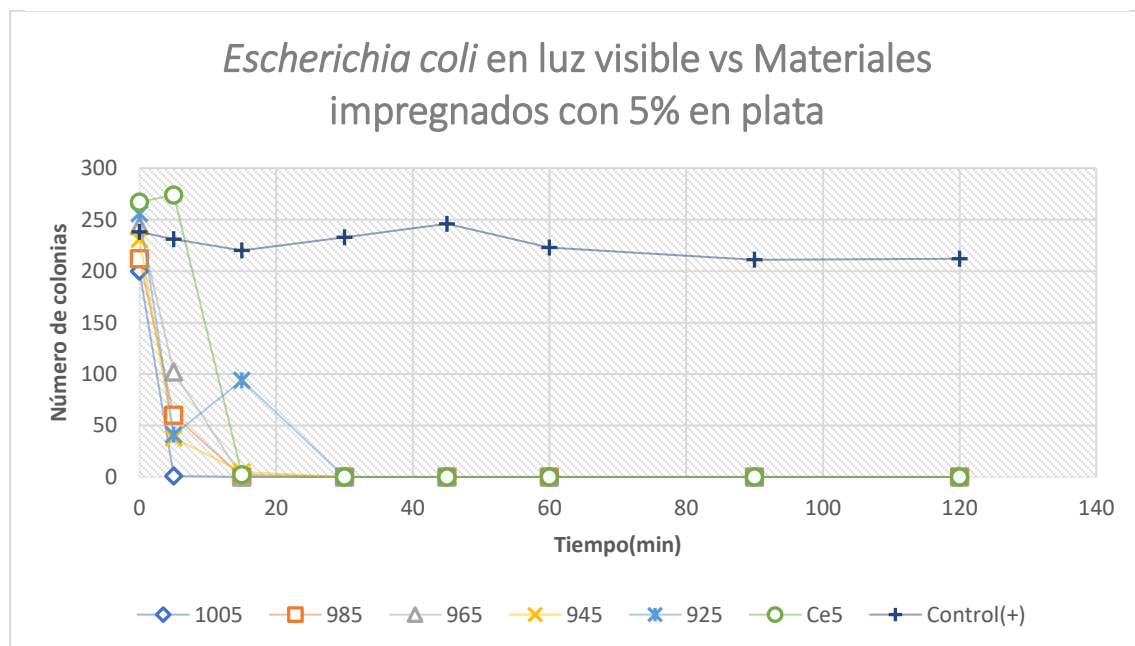


Ilustración 44 *Escherichia coli* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata



Escherichia coli en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

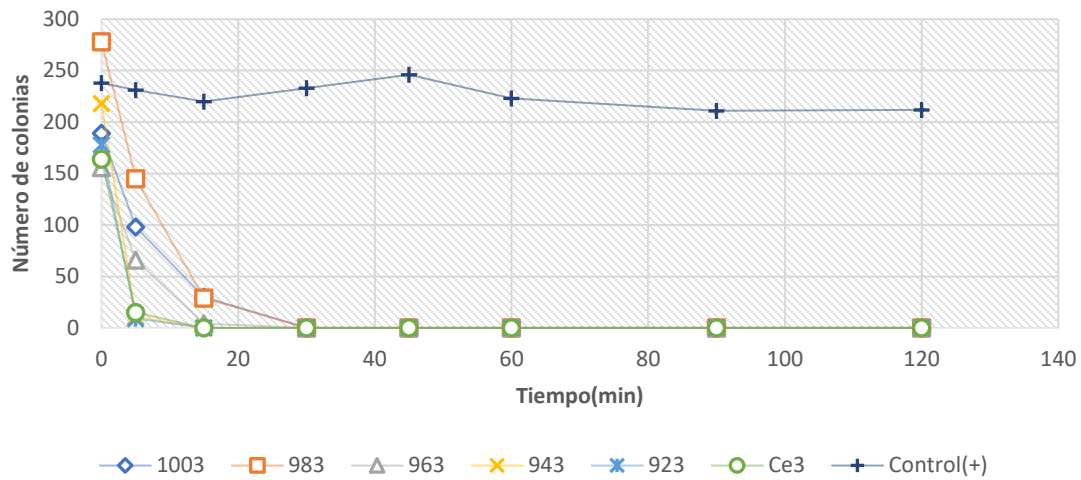


Ilustración 45 Escherichia coli en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

Escherichia coli en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata

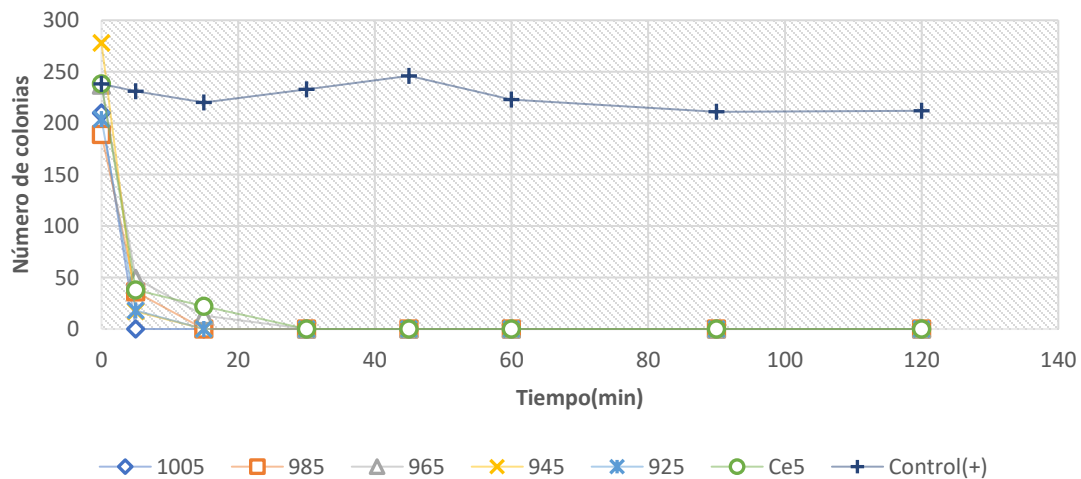


Ilustración 46 Escherichia coli en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Tanto los materiales impregnados con 3% y 5% de plata lograron la completa eliminación de la carga bacteriana a los 30 min, como se puede observar en las Ilustraciones 43, 44, 45 y 46, no hubo diferencia relevante entre los materiales que estaban bajo condiciones de luz visible y los materiales que estaban bajo luz UV. Los materiales que contenían una mayor proporción molar de cerio (923, 943, 925 y 925) en su estructura obtuvieron resultados más satisfactorios que aquellos que contenían menos. El óxido de cerio obtuvo mejores resultados que el óxido de titanio, llegando este primero a la completa eliminación a los 15 min.

8.2.2.2 *Salmonella typhi*

A continuación, en la Tabla 11 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Salmonella typhi*.

<i>Salmonella typhi</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	244	266	10	0	0	0	0	0	1005	231	18	0	0	0	0	0	0
983	267	284	156	138	0	0	0	0	985	220	25	5	0	0	0	0	0
963	216	186	24	3	0	0	0	0	965	188	9	2	0	0	0	0	0
943	167	123	72	0	0	0	0	0	945	113	13	3	0	0	0	0	0
923	245	220	1	0	0	0	0	0	925	216	1	0	0	0	0	0	0
Ce3	156	41	0	0	0	0	0	0	Ce5	195	0	0	0	0	0	0	0
Control (+)	277	251	268	276	255	249	231	248	Control (+)	277	251	268	276	255	249	231	248
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	177	36	0	0	0	0	0	0	1005	110	0	0	0	0	0	0	0
983	234	86	3	0	0	0	0	0	985	69	13	5	0	0	0	0	0
963	213	45	0	0	0	0	0	0	965	114	19	0	0	0	0	0	0
943	229	18	0	0	0	0	0	0	945	255	4	0	0	0	0	0	0
923	155	2	0	0	0	0	0	0	925	178	0	0	0	0	0	0	0
Ce3	113	0	0	0	0	0	0	0	Ce5	123	21	0	0	0	0	0	0
Control (+)	277	251	268	276	255	249	231	248	Control (+)	277	251	268	276	255	249	231	248

Tabla 11 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Salmonella typhi*

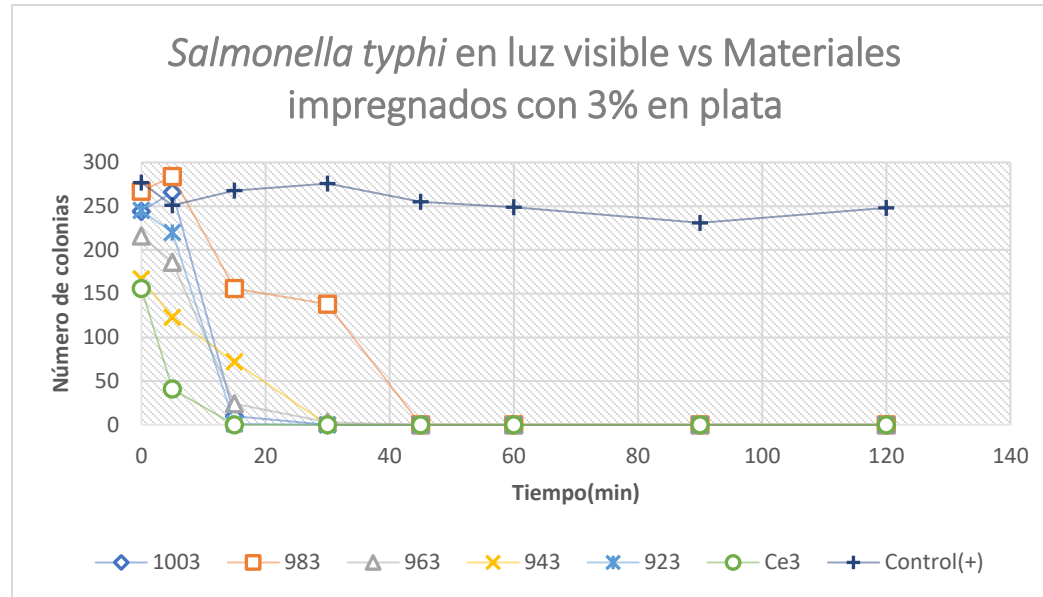


Ilustración 47 *Salmonella typhi* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

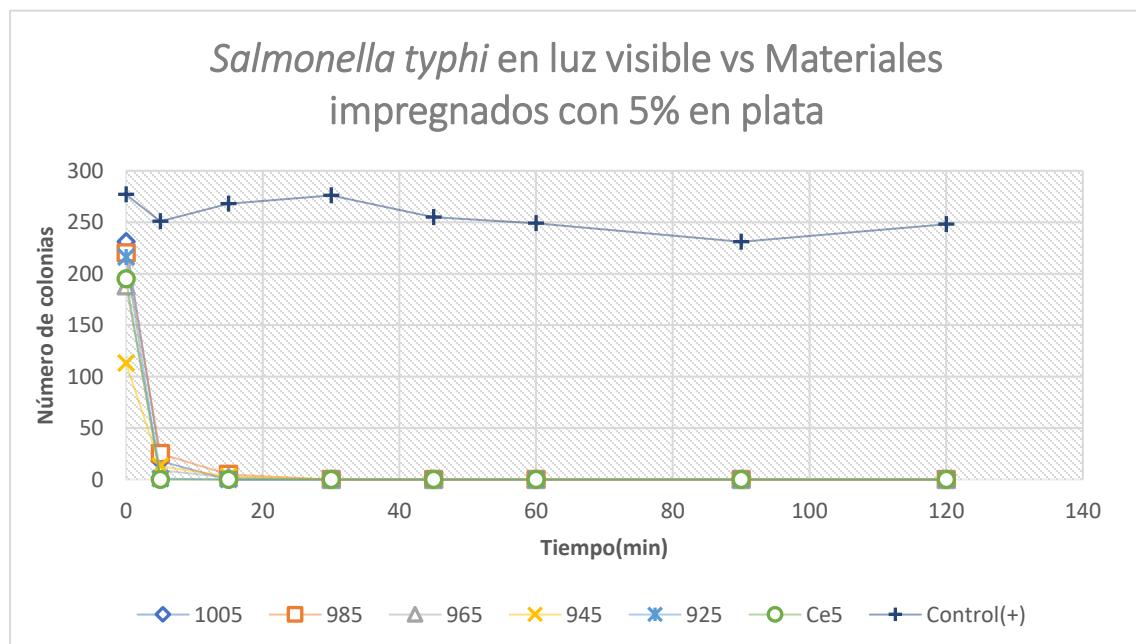


Ilustración 48 *Salmonella typhi* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

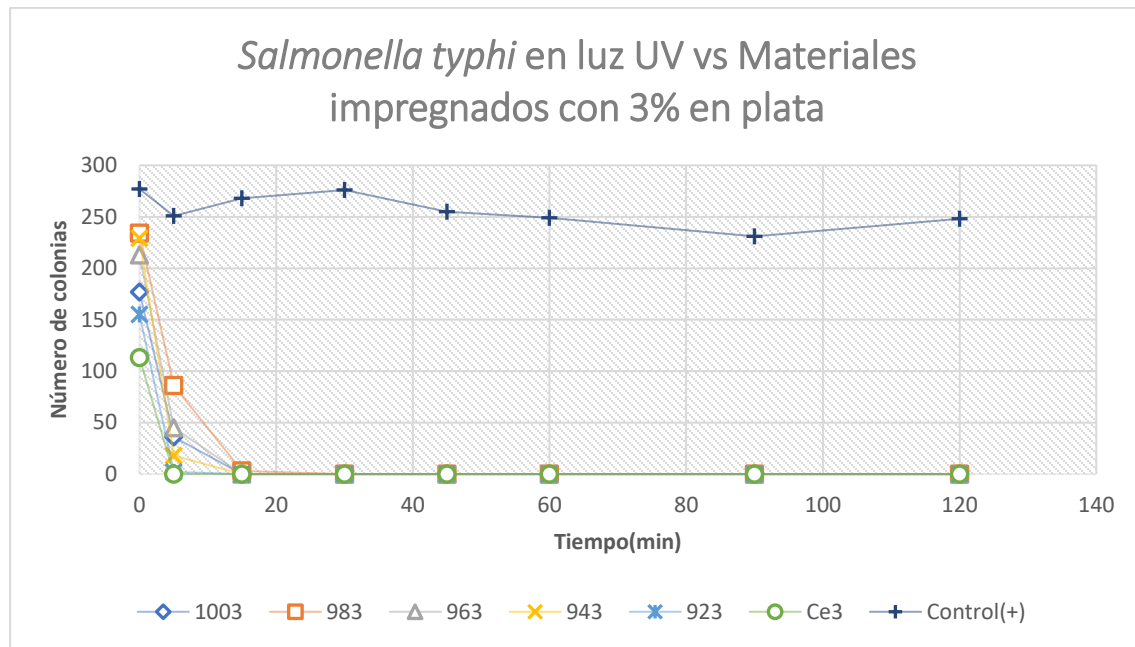


Ilustración 49 *Salmonella typhi* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

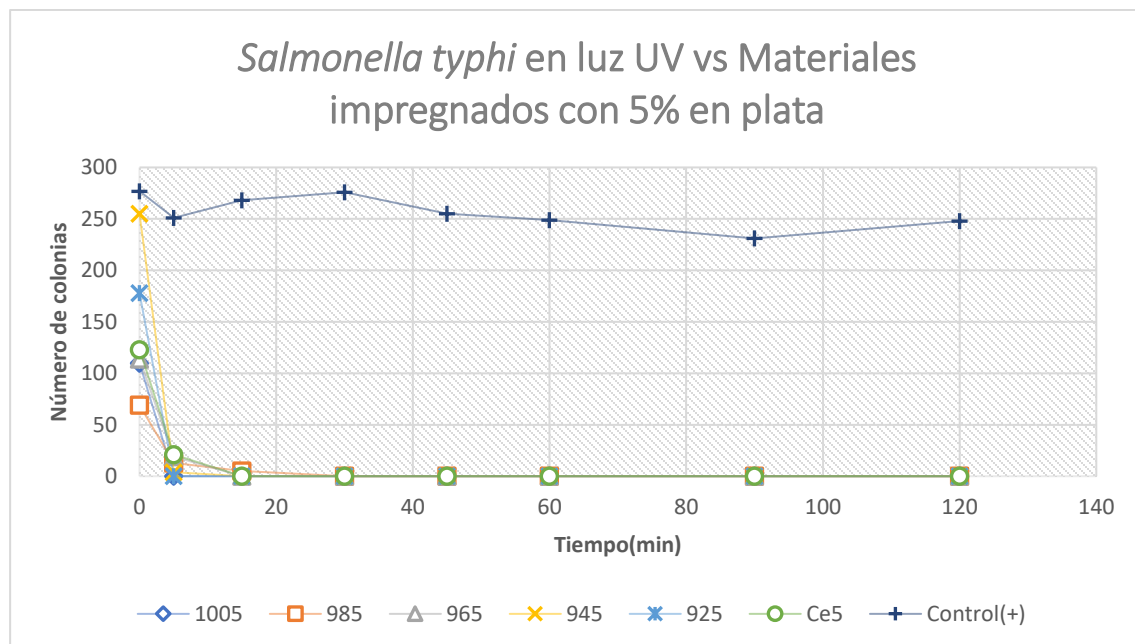


Ilustración 50 *Salmonella typhi* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Se puede observar la completa eliminación de la carga bacteriana a los 30 min en las Ilustraciones 48, 49 y 50. A pesar de que todos los materiales fueron efectivos, podemos señalar que los materiales con peor desempeño fueron aquellos impregnados con 3% de plata bajo condiciones de luz visible como se puede observar en la Ilustración 47. Para los materiales con 5% de impregnación de plata no hubo diferencias rescatables en su comportamiento, siendo ambos casos igual de satisfactorios. Los materiales con 5% de impregnación de plata en ambas condiciones de luz y los materiales con 3% de impregnación de plata e irradiación UV tiene una caída abrupta de la carga bacteriana antes de los 15 min, no se puede establecer una correlación entre la cantidad de cerio molar y su efectividad, no obstante, para los materiales con 3% de plata e irradiación de luz visible se puede observar un ligero mejor desempeño en aquellos con mayor presencia de cerio, llegando a la completa eliminación de la carga bacteriana a los 15 min.

8.2.2.3 *Salmonella typhimurium*

A continuación, en la Tabla 12 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Salmonella typhimurium*.

<i>Salmonella typhimurium</i>																	
Luz visible (2 mg/ml)																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	256	270	264	231	113	67	8	0	1005	259	242	237	128	13	8	0	0
983	249	281	289	228	174	109	23	0	985	255	270	256	215	40	12	0	0
963	258	268	275	287	237	123	43	0	965	270	254	231	187	29	1	0	0
943	267	284	262	230	246	156	52	0	945	248	236	213	206	126	67	12	0
923	270	275	268	211	124	68	13	0	925	276	248	222	185	84	45	2	0
Ce3	282	269	270	283	136	56	5	0	Ce5	269	252	261	249	185	78	15	0
Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259	Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259
Luz visible (3 mg/ml)																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	256	239	208	183	115	67	13	0	1005	228	230	183	154	79	9	0	0
983	249	267	252	203	186	102	24	0	985	245	241	87	20	8	0	0	0
963	238	232	247	179	104	58	9	0	965	264	238	65	17	0	0	0	0
943	289	248	178	135	80	43	8	0	945	271	257	203	86	3	0	0	0
923	277	254	252	154	40	21	0	0	925	258	259	173	8	0	0	0	0



Ce3	264	246	231	116	35	5	0	0	Ce5	247	213	120	65	9	0	0	0
Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259	Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259
Luz Uv (3 mg/ml)																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	283	214	176	125	64	13	0	0	1005	256	243	170	94	18	0	0	0
983	276	259	189	137	74	26	0	0	985	272	231	168	39	3	0	0	0
963	259	202	168	126	65	6	0	0	965	248	219	88	22	0	0	0	0
943	230	245	213	129	73	14	0	0	945	259	223	108	25	0	0	0	0
923	272	256	187	126	68	6	0	0	925	264	208	113	27	0	0	0	0
Ce3	234	231	190	117	58	2	0	0	Ce5	271	218	96	17	0	0	0	0
Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259	Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259
Salmonella typhimurium																	
Luz visible (3 mg/ml) pH = 6.0																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	250	166	10	0	0	0	0	0	1005	155	28	2	0	0	0	0	0
983	271	184	56	18	3	0	0	0	985	167	25	5	0	0	0	0	0
963	223	168	24	3	0	0	0	0	965	145	9	2	0	0	0	0	0
943	209	123	72	2	0	0	0	0	945	164	13	3	0	0	0	0	0
923	217	178	1	0	0	0	0	0	925	150	18	1	0	0	0	0	0
Ce3	180	156	0	0	0	0	0	0	Ce5	166	40	3	0	0	0	0	0
Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259	Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259
Luz visible (3 mg/ml) pH = 8.0																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	165	133	54	9	8	0	0	0	1005	167	50	6	0	0	0	0	0
983	157	75	37	13	8	0	0	0	985	158	100	20	3	1	0	0	0
963	172	101	22	22	7	0	0	0	965	145	60	10	0	0	0	0	0
943	164	110	11	3	0	0	0	0	945	163	101	44	26	0	0	0	0
923	163	70	6	2	0	0	0	0	925	171	117	18	0	0	0	0	0
Ce3	178	33	2	0	0	0	0	0	Ce5	159	158	19	29	0	0	0	0
Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259	Control (+)	283	274	256	260	267	275	287	259

Tabla 12 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Salmonella typhimurium*

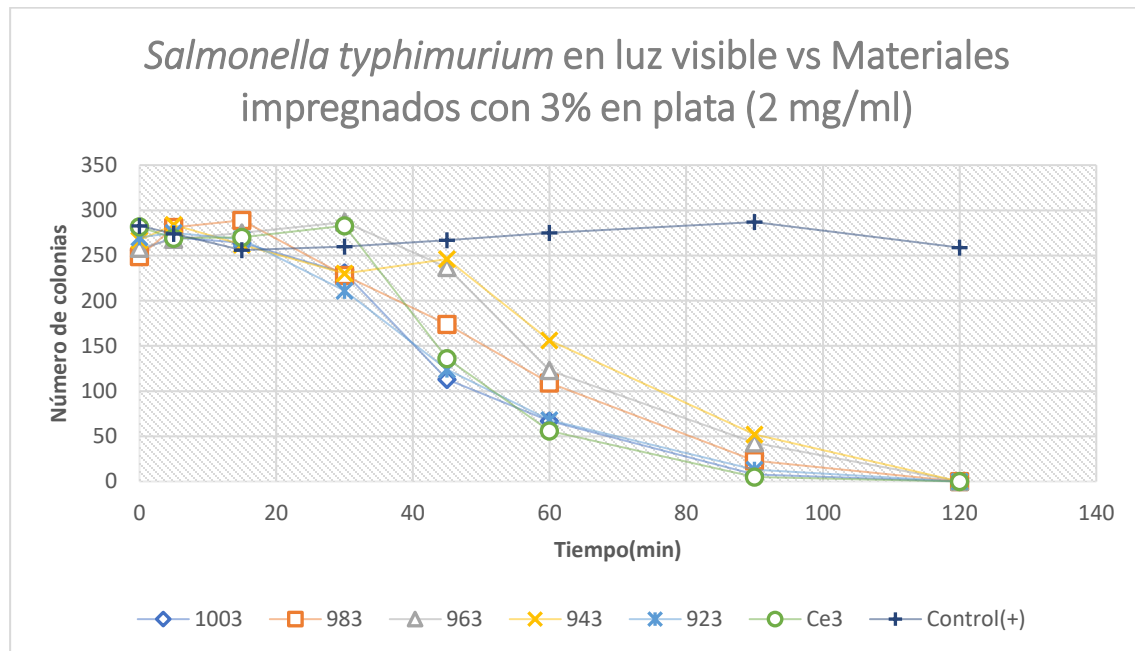


Ilustración 51 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (2 mg/ml)

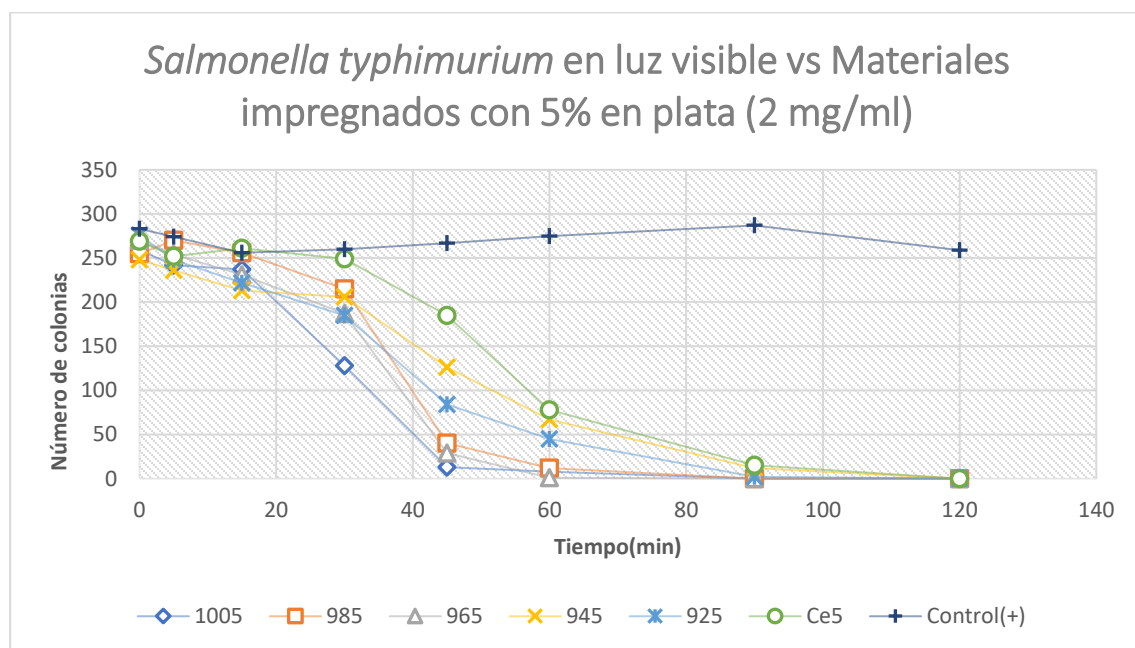


Ilustración 52 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (2 mg/ml)

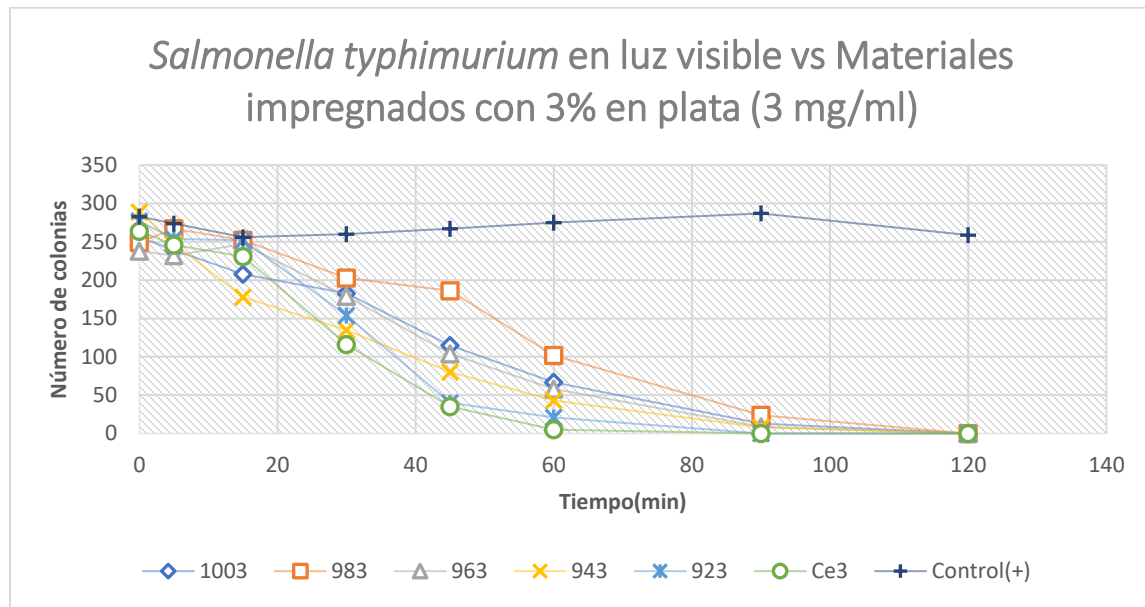


Ilustración 53 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml)

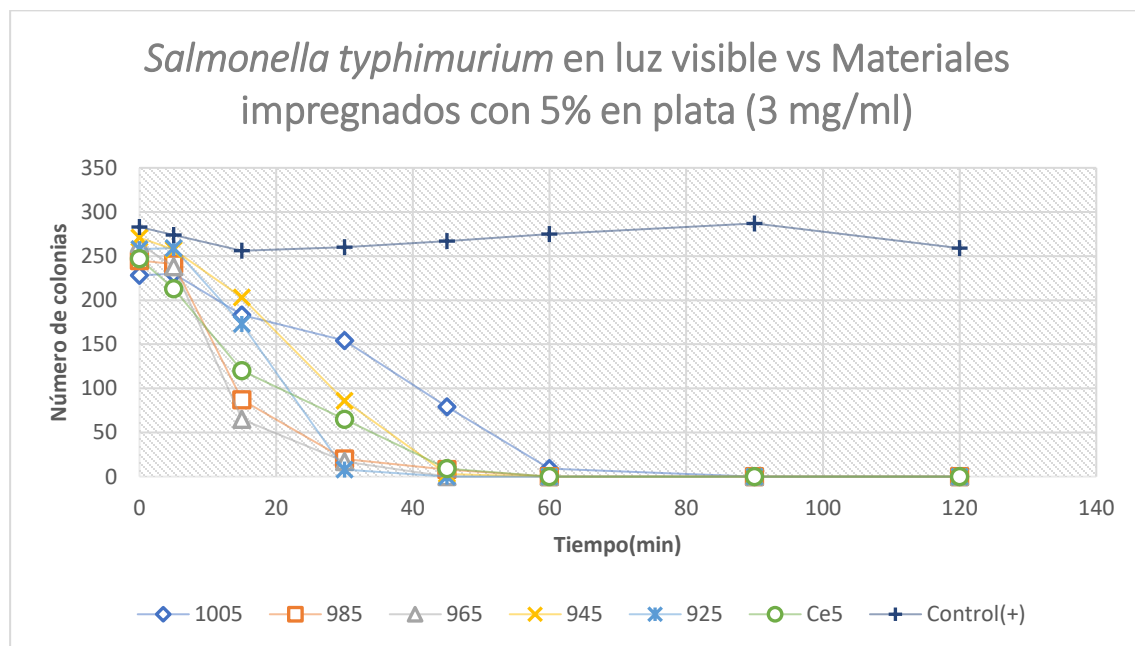


Ilustración 54 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml)

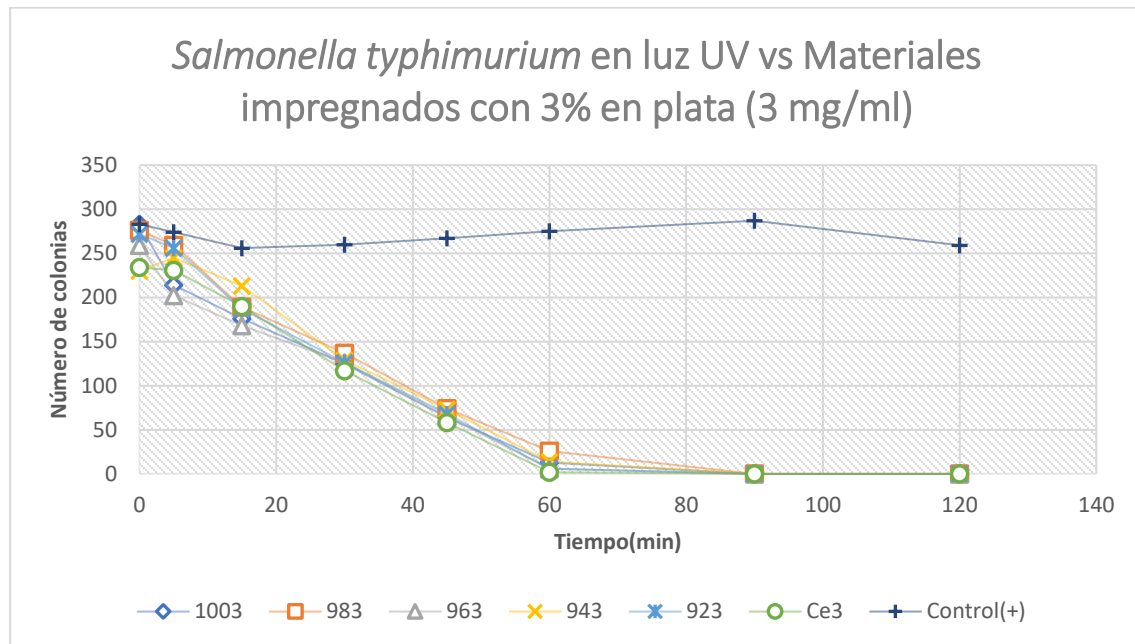


Ilustración 55 *Salmonella typhimurium* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml)

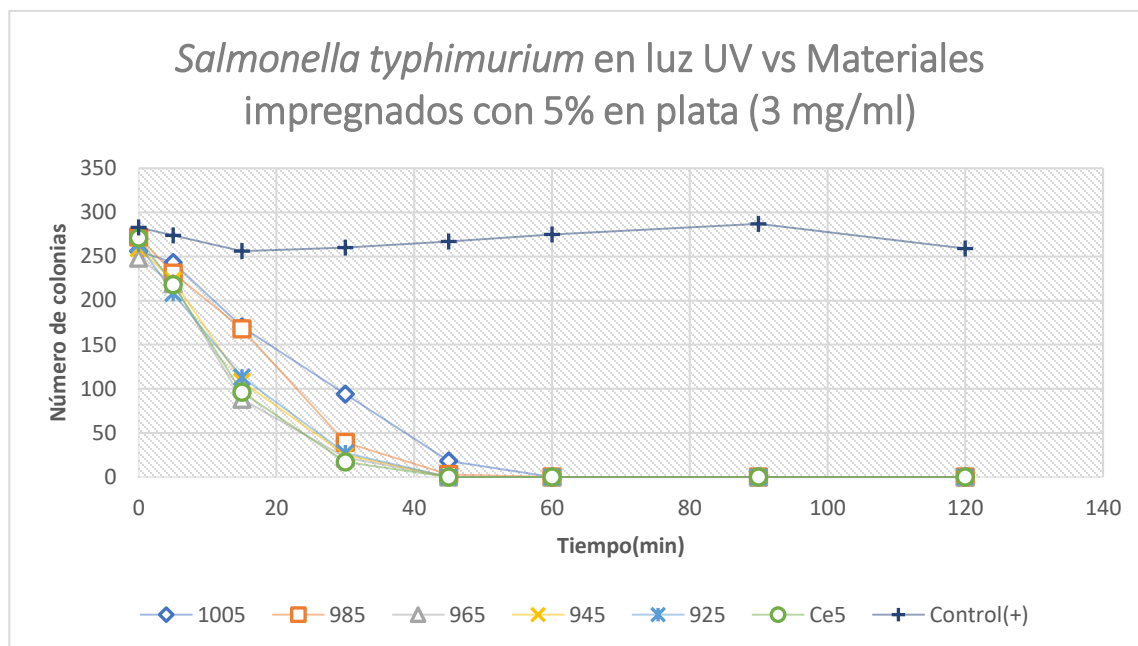


Ilustración 56 *Salmonella typhimurium* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml)

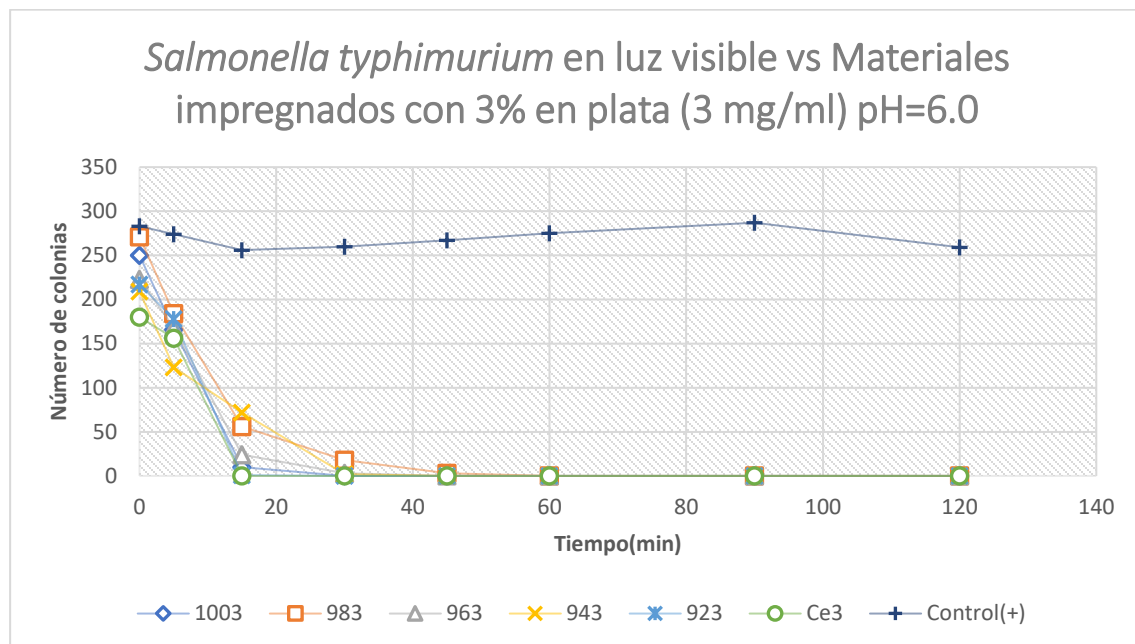


Ilustración 57 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml) pH=6.0

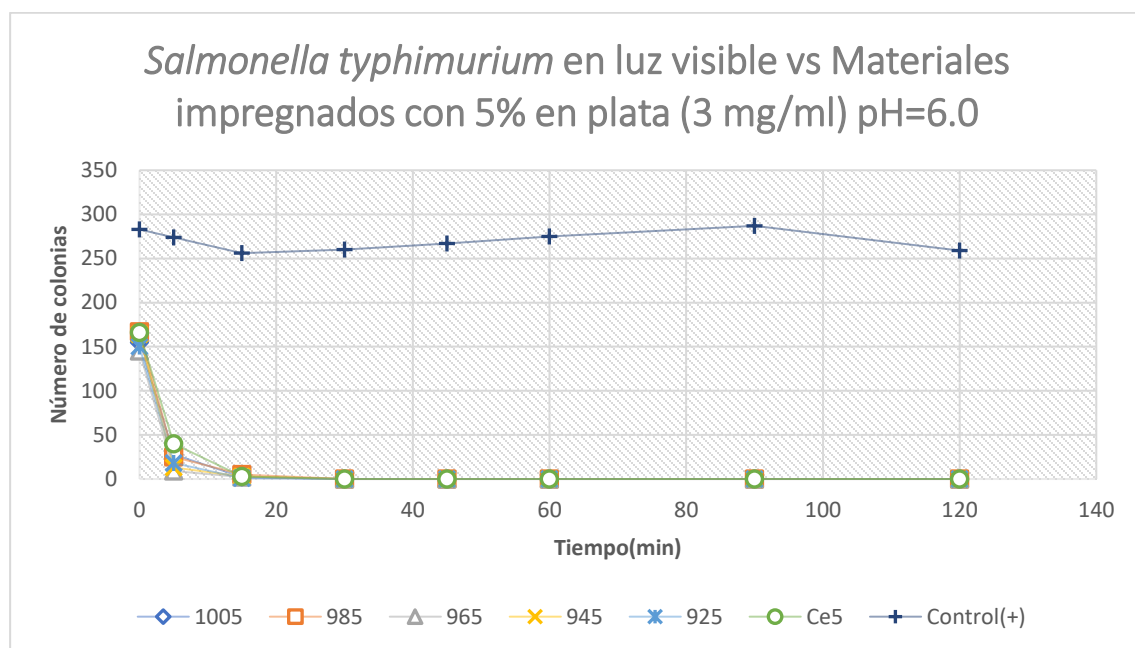


Ilustración 58 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml) pH=6.0

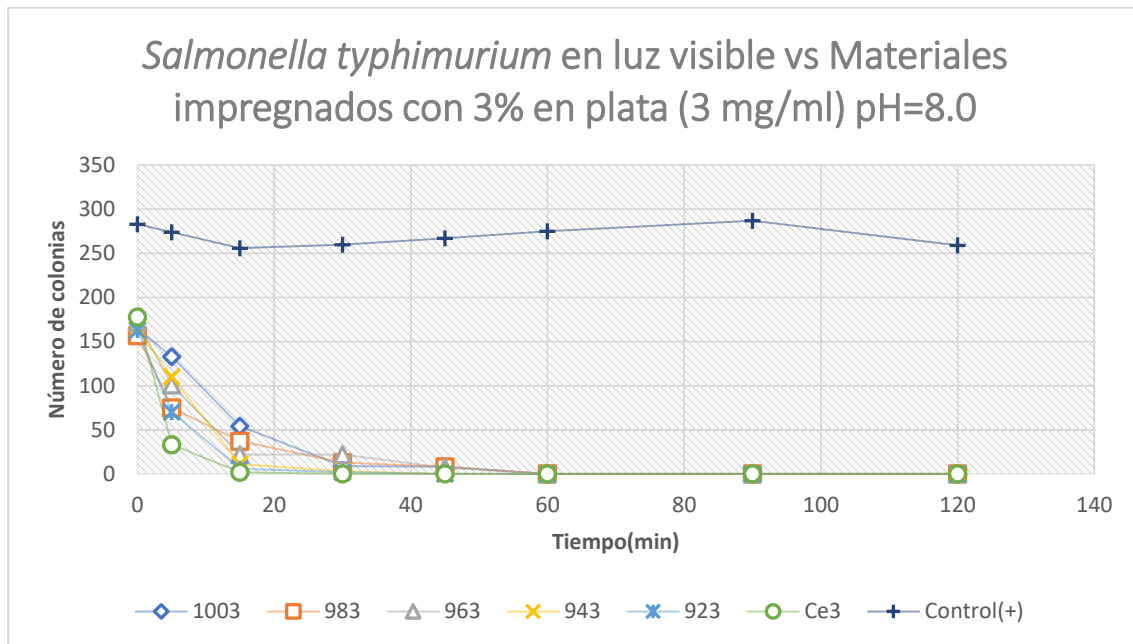


Ilustración 59 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata (3 mg/ml) pH=8.0

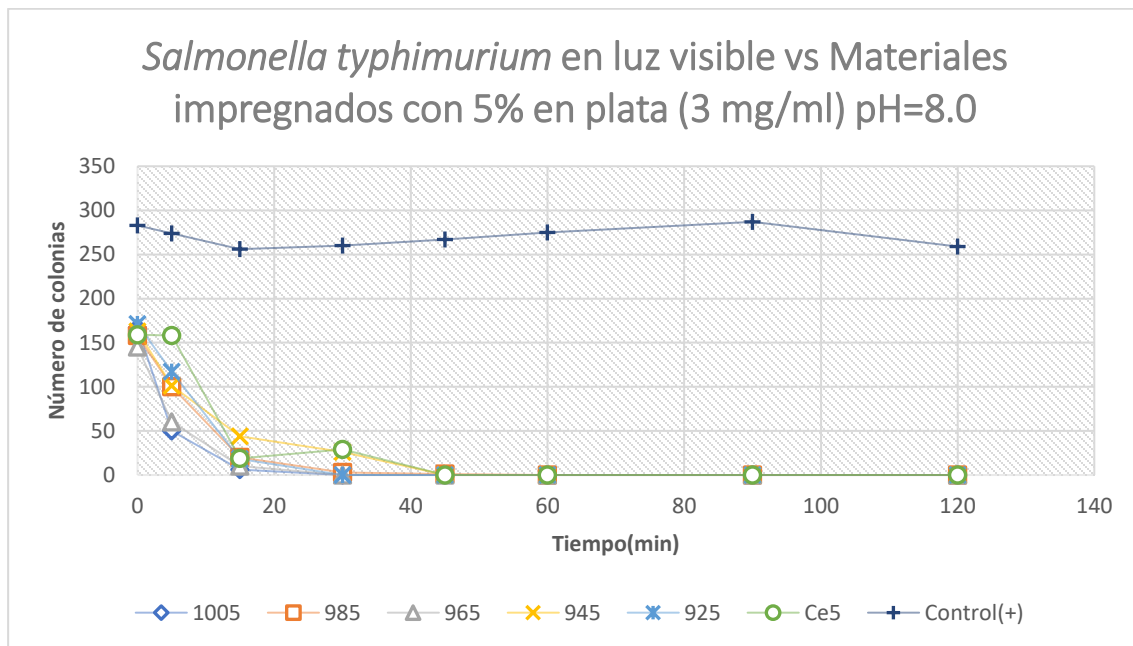


Ilustración 60 *Salmonella typhimurium* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata (3 mg/ml) pH=8.0



Para las evaluaciones antimicrobianas en *Salmonella typhimurium* se realizaron pruebas a diferentes concentraciones ya que se encontró que la cantidad utilizada para las demás pruebas en las demás bacterias resultó insuficiente para lograr la completa eliminación en un tiempo menor a los 60 min como se puede observar en las Ilustraciones 51 y 52. Siendo *Salmonella typhimurium*, la bacteria más resistente del grupo de bacterias con las cuales se evaluaron los materiales. El aumento de un 50% de concentración del material consiguió que redujera los tiempos de eliminación bacteriana a la mitad véase en las Ilustraciones 53 y 55. Los materiales con impregnación del 5% de plata a una concentración de 3mg/ml lograron el objetivo de reducir la carga bacteriana a 0 a los 60 min, como se puede observar en las Ilustraciones 54 y 56, la única excepción fue el material 1005 en condiciones de luz visible el cual requirió 90 min. Los materiales con una mayor proporción de cerio molar (92x, 94x y 96x) obtuvieron mejores resultados, observando una reducción de 15 min en el tiempo de eliminación. Como se puede apreciar en las Ilustraciones 57, 58, 59 y 60, las pruebas realizadas a diferentes pHs arrojaron una mejoría con una reducción de tiempos a la mitad en la mayoría de los casos, Los materiales con mejores resultados fueron aquellos con un potencial de hidrogeno igual seis, condiciones ligeramente acidas, llegando a una completa eliminación a los 45 min para os materiales con 3% de impregnación de plata, y 30 min para aquellos materiales con 5% de impregnación de plata.

8.2.2.4 *Salmonella enterica*

A continuación, en la Tabla 13 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Salmonella enterica*.

<i>Salmonella enterica</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	298	313	96	0	0	0	0	0	1005	124	116	20	0	0	0	0	0
983	264	275	33	0	0	0	0	0	985	136	84	4	0	0	0	0	0
963	228	206	44	0	0	0	0	0	965	237	212	11	0	0	0	0	0
943	159	142	0	0	0	0	0	0	945	225	233	56	0	0	0	0	0
923	179	164	5	0	0	0	0	0	925	142	100	4	0	0	0	0	0



Ce3	154	14	21	0	0	0	0	0	Ce5	113	70	0	0	0	0	0	0
Control (+)	288	253	266	259	223	237	231	244	Control (+)	288	253	266	259	223	237	231	244
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	142	86	36	0	0	0	0	0	1005	103	18	0	0	0	0	0	0
983	178	95	22	0	0	0	0	0	985	112	42	3	0	0	0	0	0
963	117	83	44	0	0	0	0	0	965	126	58	2	0	0	0	0	0
943	127	68	13	0	0	0	0	0	945	95	28	0	0	0	0	0	0
923	123	74	17	0	0	0	0	0	925	147	18	0	0	0	0	0	0
Ce3	110	49	8	0	0	0	0	0	Ce5	77	13	0	0	0	0	0	0
Control (+)	288	253	266	259	223	237	231	244	Control (+)	288	253	266	259	223	237	231	244

Tabla 13 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Salmonella enterica*

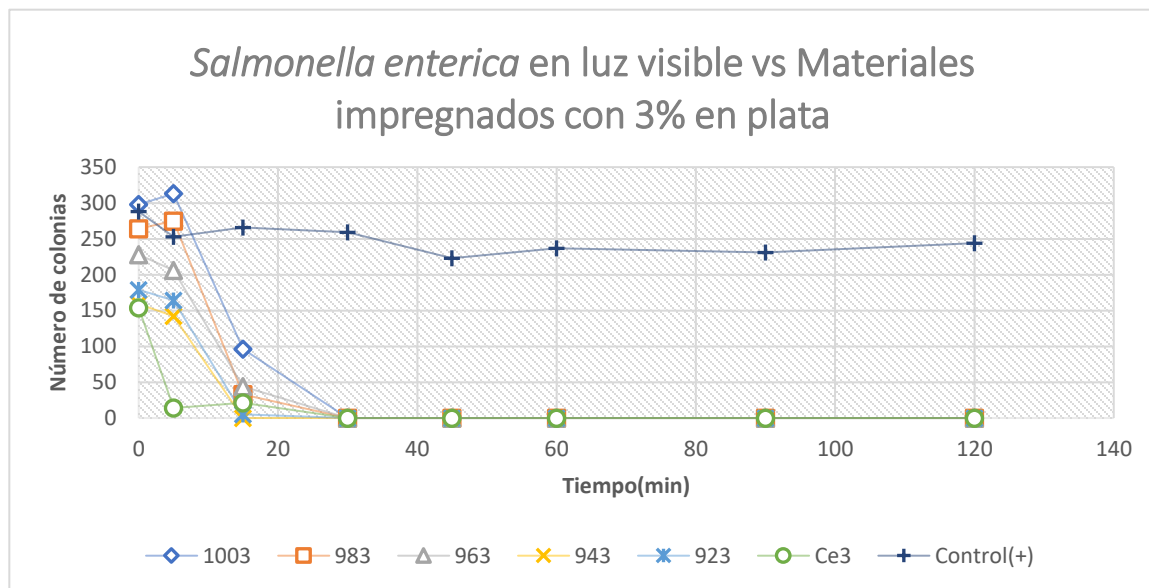


Ilustración 61 *Salmonella enterica* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata



Salmonella enterica en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

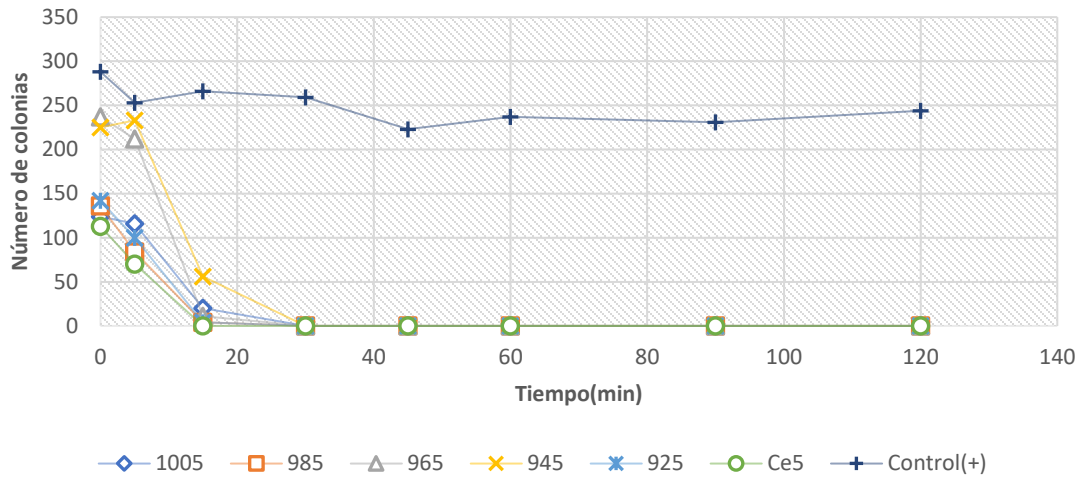


Ilustración 62 Salmonella enterica en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

Salmonella enterica en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

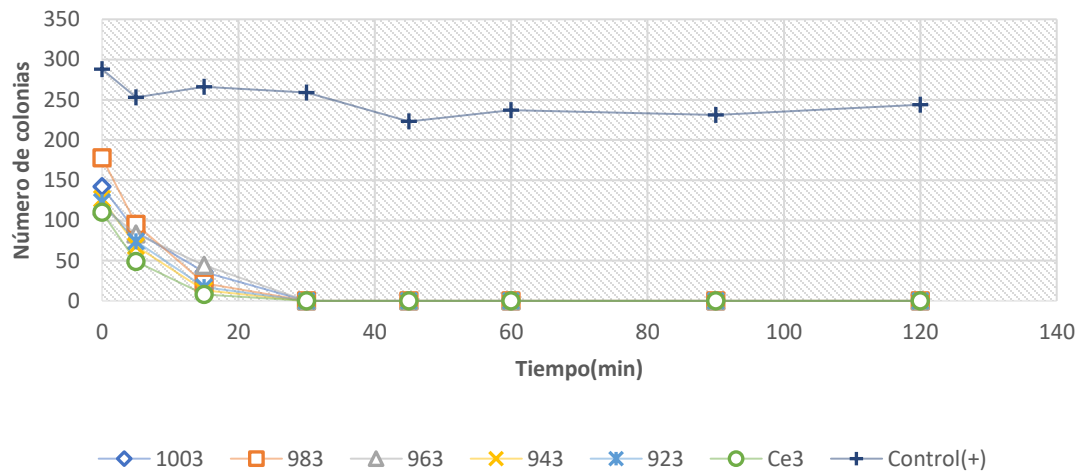


Ilustración 63 Salmonella enterica en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

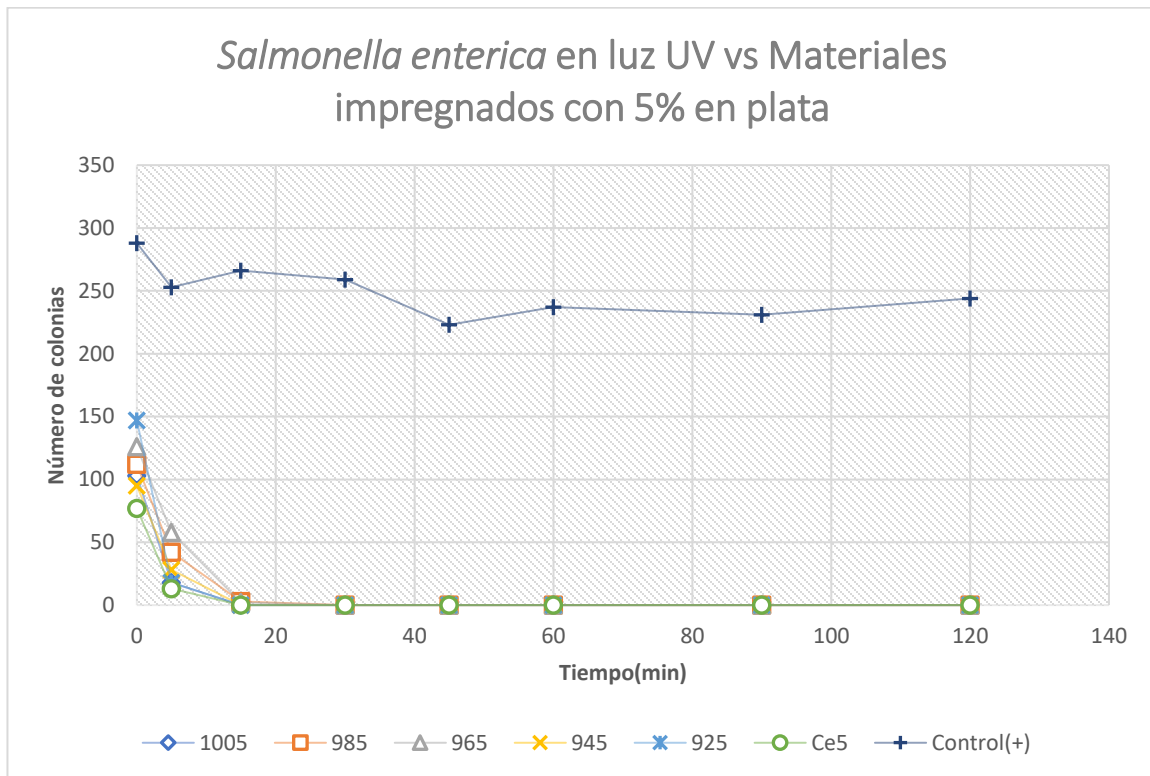


Ilustración 64 *Salmonella enterica* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata

Como se puede observar en las Ilustraciones 61, 62, 63 y 64, la eliminación de la completa carga bacteriana se logró a los 30 min para todos los casos, los materiales que estuvieron bajo condiciones de luz UV obtuvieron mejores resultados independientemente del porcentaje de impregnación de plata. Se puede observar una vez más los materiales con un mayor porcentaje de cerio molar (92x y 94x) tienen un mejor desempeño, en comparación con el resto de los materiales. El óxido de cerio obtuvo un mejor rendimiento en la eliminación de la carga bacteriana a comparación del óxido de titanio, aunque, ambos lograron los mismos tiempos de eliminación.



8.2.2.5 *Staphylococcus aureus*

A continuación, en la Tabla 14 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Staphylococcus aureus*.

<i>Staphylococcus aureus</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	278	123	68	75	23	0	0	0	1005	244	243	120	75	50	0	0	0
983	241	258	170	100	34	0	0	0	985	236	118	73	50	31	0	0	0
963	238	100	68	45	0	0	0	0	965	257	145	24	38	0	0	0	0
943	168	242	88	56	3	0	0	0	945	255	139	91	47	24	0	0	0
923	189	115	79	41	11	0	0	0	925	242	137	84	42	23	0	0	0
Ce3	196	65	32	12	0	0	0	0	Ce5	213	168	70	3	0	0	0	0
Control (+)	298	245	278	256	213	233	259	278	Control (+)	298	245	278	256	213	233	259	278
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	171	88	26	0	0	0	0	0	1005	123	13	0	0	0	0	0	0
983	186	96	78	12	0	0	0	0	985	143	62	34	0	0	0	0	0
963	187	113	74	4	0	0	0	0	965	155	54	7	0	0	0	0	0
943	147	67	18	0	0	0	0	0	945	106	36	0	0	0	0	0	0
923	176	126	37	0	0	0	0	0	925	198	27	0	0	0	0	0	0
Ce3	199	145	84	9	0	0	0	0	Ce5	88	10	0	0	0	0	0	0
Control (+)	298	245	278	256	213	233	259	278	Control (+)	298	245	278	256	213	233	259	278

Tabla 14 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Staphylococcus aureus*

Staphylococcus aureus en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

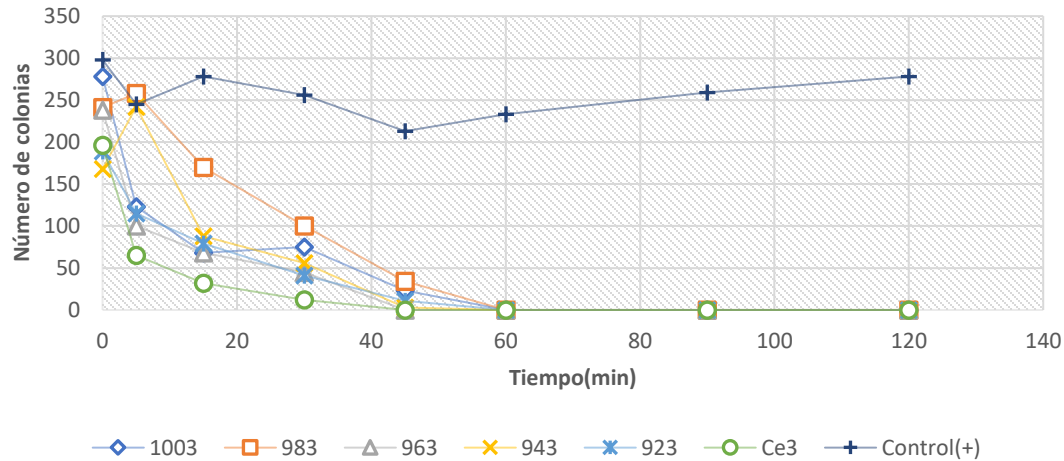


Ilustración 65 *Staphylococcus aureus* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

Staphylococcus aureus en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

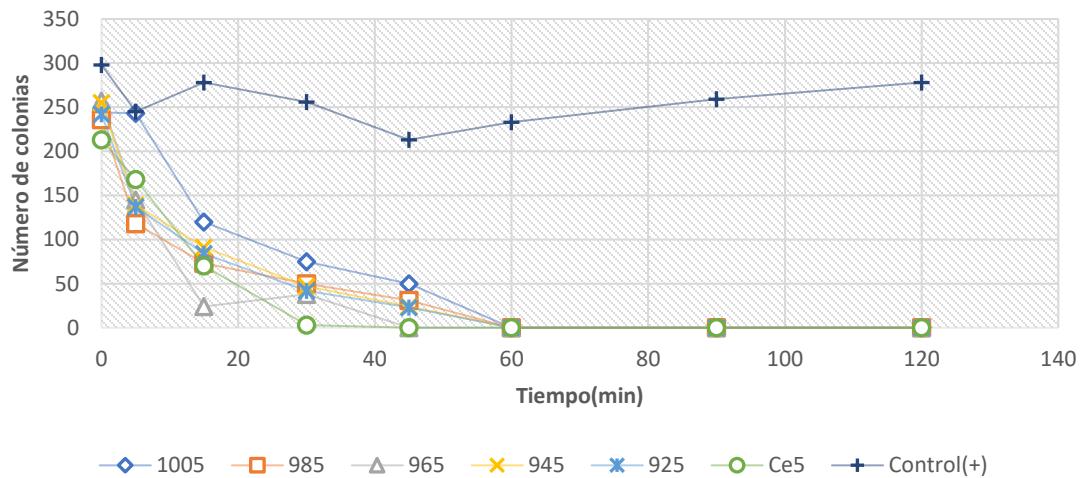


Ilustración 66 *Staphylococcus aureus* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

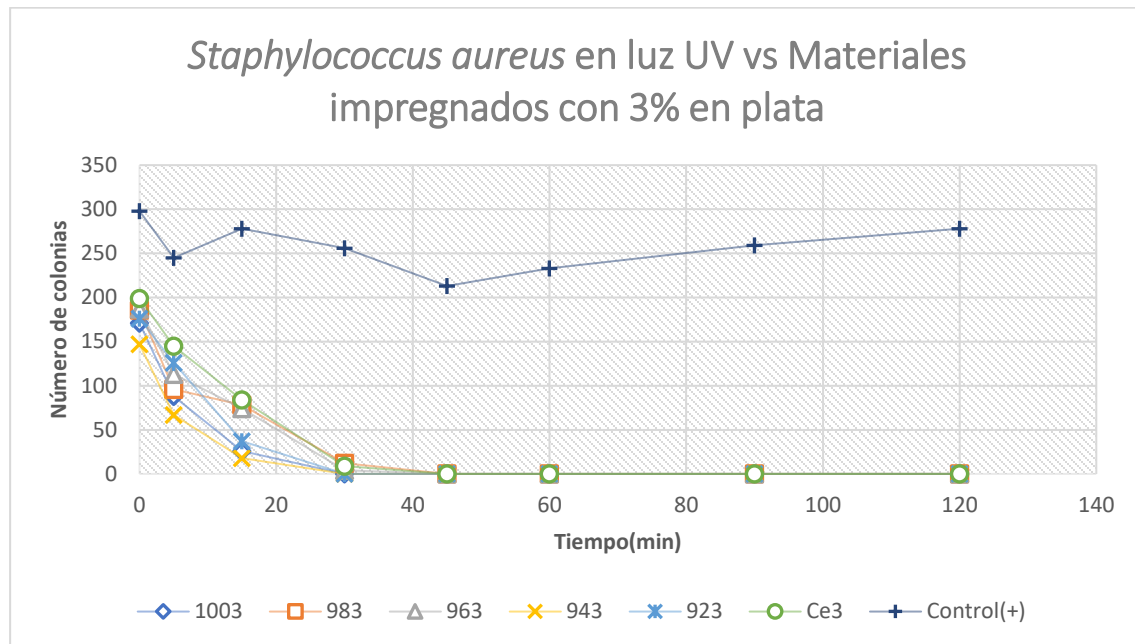


Ilustración 67 *Staphylococcus aureus* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

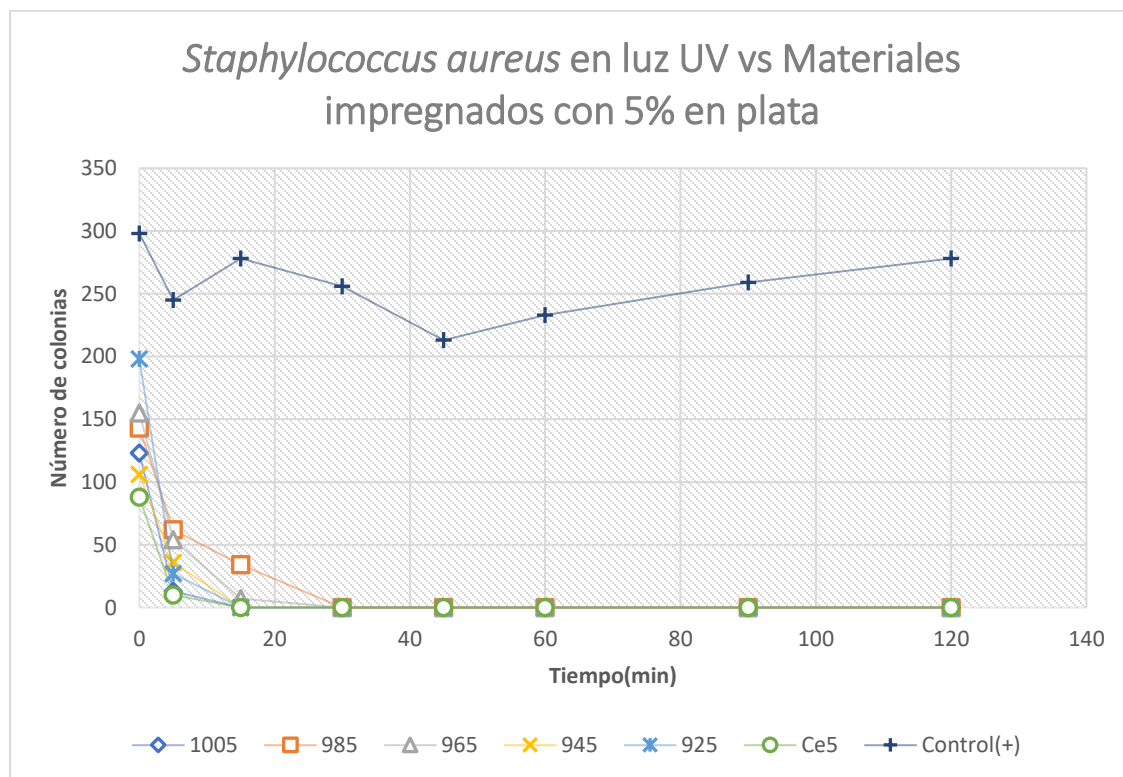


Ilustración 68 *Staphylococcus aureus* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



La eliminación de la bacteria grampositiva *Staphylococcus aureus* se logró en tu tiempo menor a los 60 min para el caso de aquellos materiales irradiados bajo luz visible, esto se puede apreciar en las Ilustraciones 65 y 67. Los mejores tiempos de eliminación los obtuvieron aquellos materiales irradiados con luz UV, se puede apreciar en la Ilustración 66 que los materiales con 3% de impregnación de plata lograron la eliminación completa a los 45 min y en la Ilustración 68 se puede observar que aquellos materiales con 5% de impregnación de plata lo lograron a los 30 min. Un porcentaje mayor de cerio mejora el comportamiento antibacteriano, esto debido a diversos factores, tales como el daño físico en la membrana celular provocado por las formas irregulares en la superficie del cerio y también al arreglo en la estructura del TiO_2 , la fase anatasa es la fase fotocatalítica activa.

8.2.2.6 *Citrobacter freundii*

A continuación, en la Tabla 15 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Citrobacter freundii*.

<i>Citrobacter freundii</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	275	281	278	246	105	51	4	0	1005	253	238	216	36	2	0	0	0
983	273	282	256	244	250	43	12	0	985	262	273	113	5	0	0	0	0
963	268	285	300	265	131	25	8	0	965	250	249	166	3	0	0	0	0
943	272	257	239	100	15	2	0	0	945	247	261	179	44	1	0	0	0
923	256	266	223	207	18	3	0	0	925	187	30	20	0	0	0	0	0
Ce3	269	274	251	144	1	0	0	0	Ce5	177	7	4	0	0	0	0	0
Control (+)	256	213	265	234	218	252	243	236	Control (+)	256	213	265	234	218	252	243	236
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	252	243	218	152	34	4	0	0	1005	243	187	123	22	0	0	0	0
983	245	203	165	97	25	3	0	0	985	240	186	99	12	0	0	0	0
963	232	188	113	45	12	0	0	0	965	238	145	68	13	0	0	0	0
943	238	197	132	78	13	0	0	0	945	223	160	77	23	0	0	0	0
923	224	202	123	76	14	0	0	0	925	212	45	16	0	0	0	0	0
Ce3	231	178	109	43	0	0	0	0	Ce5	191	33	8	0	0	0	0	0
Control (+)	256	213	265	234	218	252	243	236	Control (+)	256	213	265	234	218	252	243	236

Tabla 15 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Citrobacter freundii*

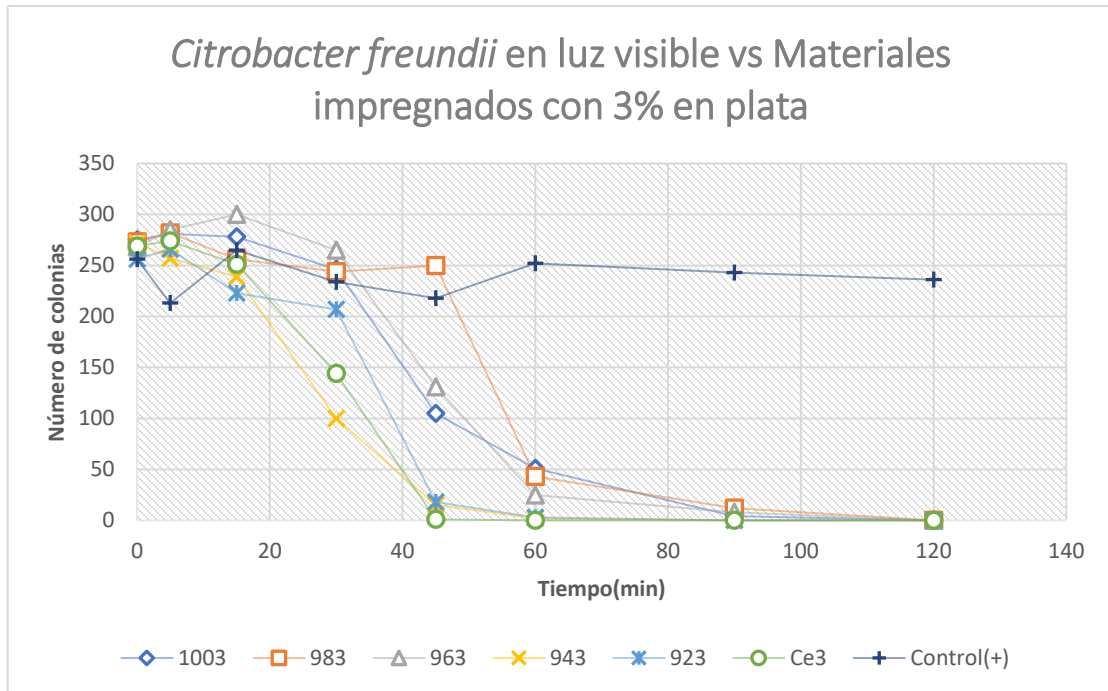


Ilustración 69 *Citrobacter freundii* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

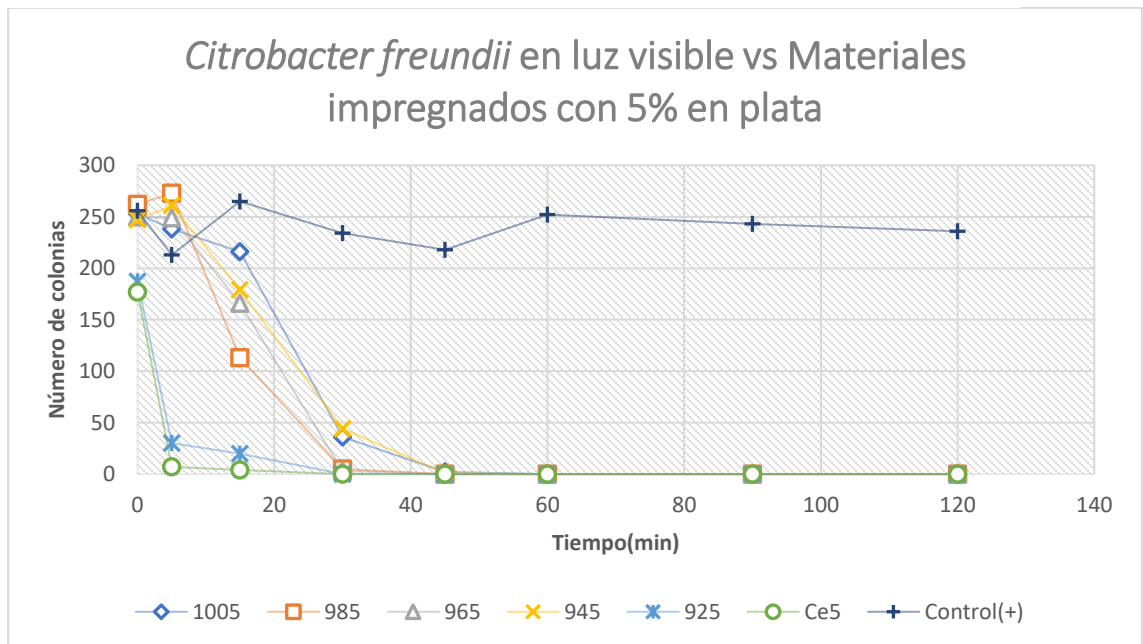


Ilustración 70 *Citrobacter freundii* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

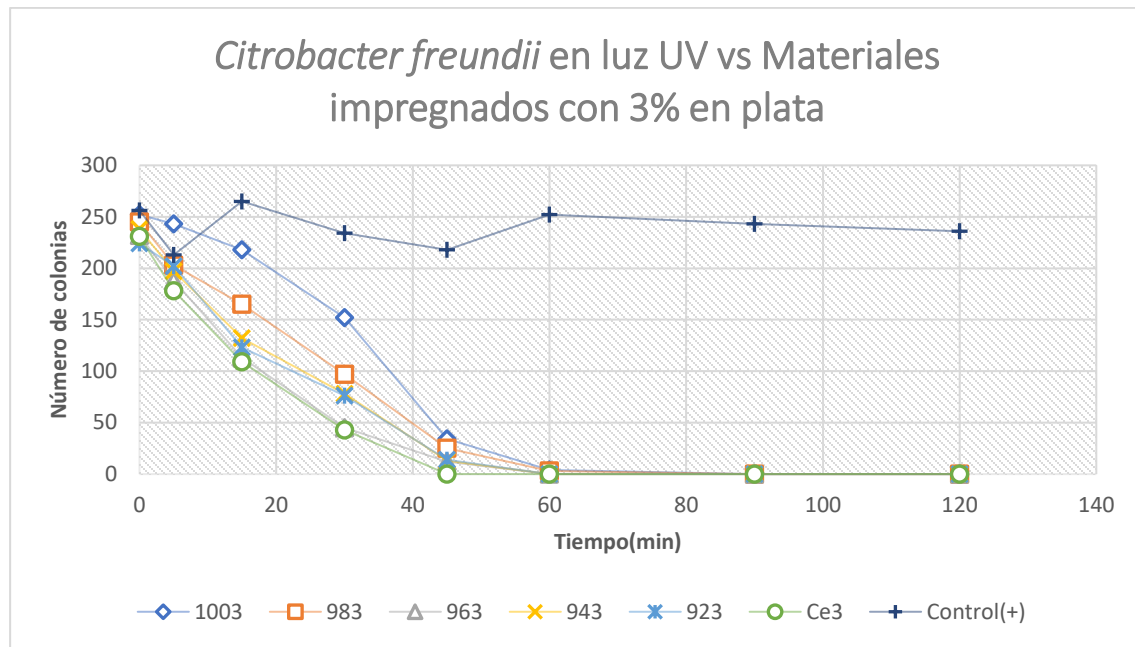


Ilustración 71 *Citrobacter freundii* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

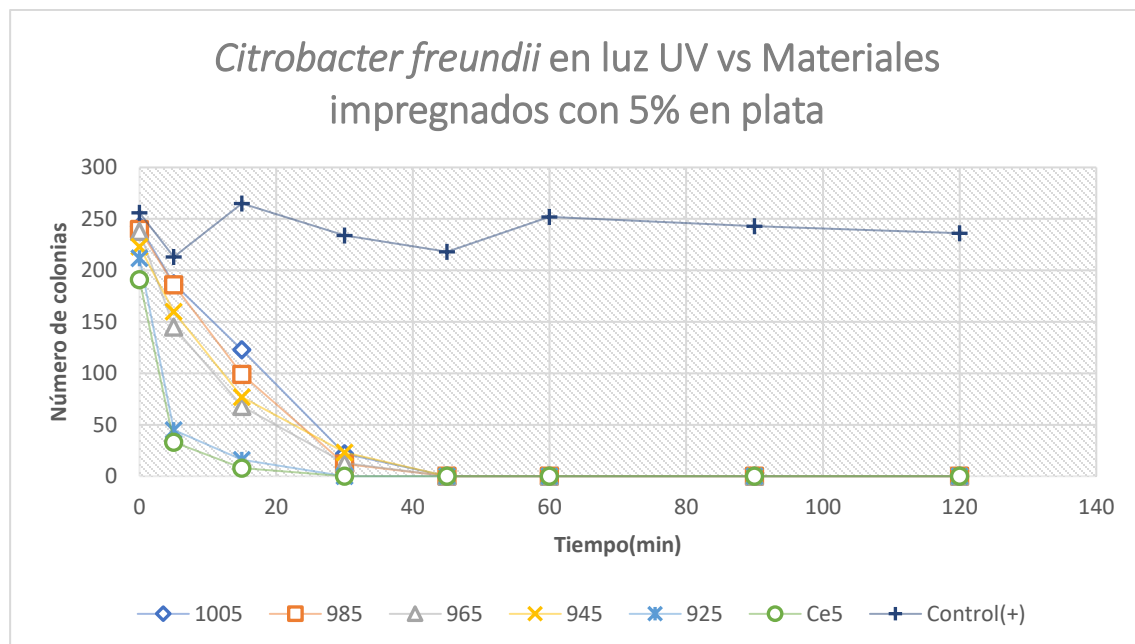


Ilustración 72 *Citrobacter freundii* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Los materiales irradiados con luz visible y un porcentaje de plata de 3% no lograron la eliminación completa de la carga bacteriana dentro de los 60 min, esto se puede observar en la Ilustración 69, tardando el doble de lo esperado. Se observa en la Ilustración 70 que los materiales irradiados bajo luz visible que un mayor porcentaje de impregnación de plata en los materiales mostró una mejoría en la eficiencia bactericida, teniendo una reducción en el tiempo de eliminación, teniendo un tiempo menor a los 60min. Los materiales irradiados bajo luz UV obtuvieron el mejor comportamiento bactericida, véase las Ilustraciones 71 y 72, para el caso de los materiales con impregnaciones de 3% de plata, la completa eliminación se llegó a los 60 min y para los materiales con impregnaciones de 5% de plata se logró a los 45 min.

8.2.2.7 *Klebsiella pneumoniae*

A continuación, en la Tabla 16 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Klebsiella pneumoniae*.

<i>Klebsiella pneumoniae</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	213	72	23	0	0	0	0	0	1005	178	124	10	0	0	0	0	0
983	187	85	1	0	0	0	0	0	985	166	10	0	0	0	0	0	0
963	175	87	10	2	0	0	0	0	965	184	35	12	0	0	0	0	0
943	183	66	8	0	0	0	0	0	945	179	138	83	11	0	0	0	0
923	190	52	0	0	0	0	0	0	925	188	74	4	0	0	0	0	0
Ce3	201	70	3	0	0	0	0	0	Ce5	170	28	0	0	0	0	0	0
Control (+)	215	205	201	224	218	237	213	213	Control (+)	215	205	201	224	218	237	213	213
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	195	56	15	0	0	0	0	0	1005	176	88	11	0	0	0	0	0
983	178	57	6	0	0	0	0	0	985	154	13	0	0	0	0	0	0
963	198	65	13	0	0	0	0	0	965	180	29	9	0	0	0	0	0
943	180	58	3	0	0	0	0	0	945	167	83	12	0	0	0	0	0
923	174	50	4	0	0	0	0	0	925	183	49	0	0	0	0	0	0
Ce3	169	69	0	0	0	0	0	0	Ce5	172	19	0	0	0	0	0	0
Control (+)	215	205	201	224	218	237	213	213	Control (+)	215	205	201	224	218	237	213	213

Tabla 16 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Klebsiella pneumoniae*

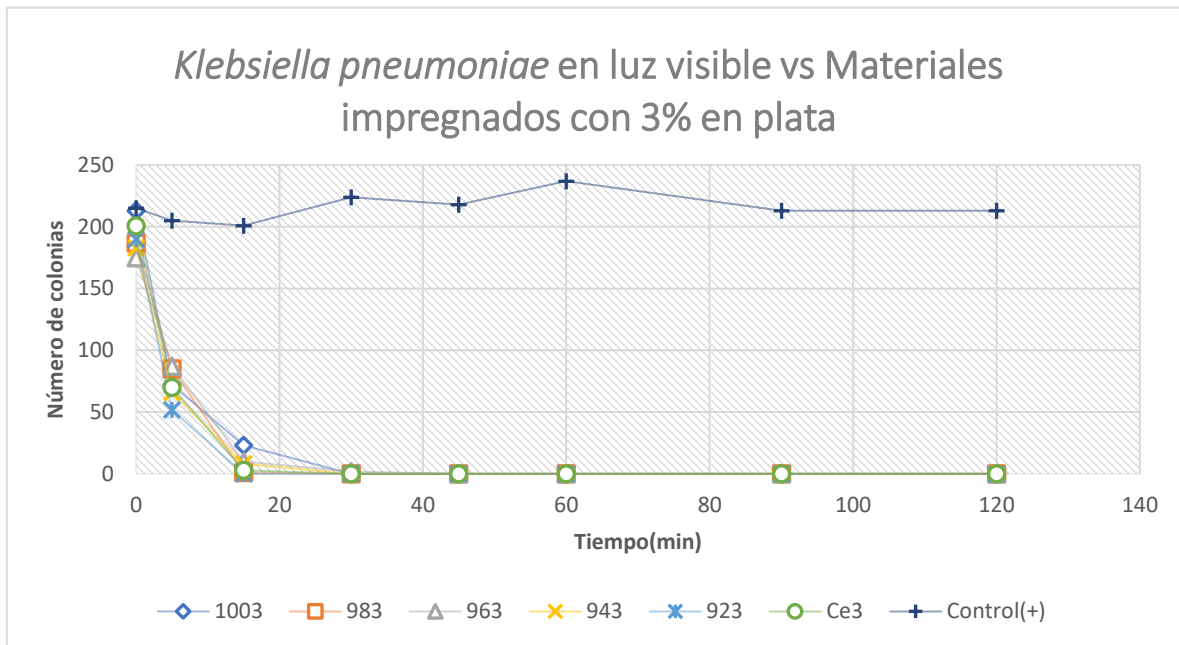


Ilustración 73 *Klebsiella pneumoniae* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

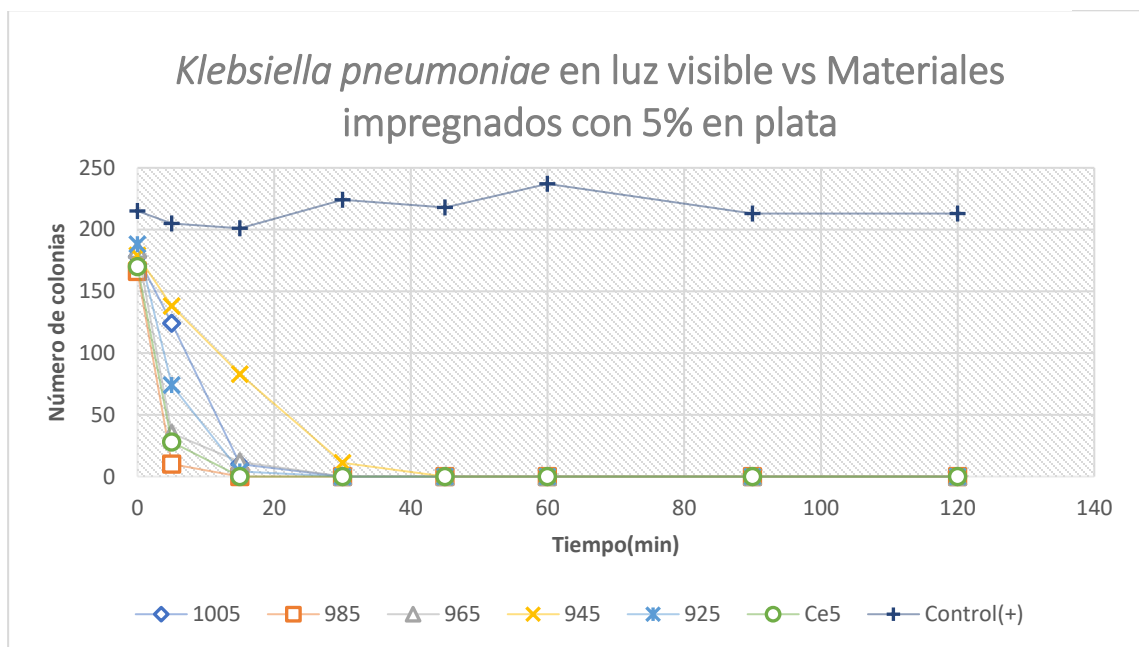


Ilustración 74 *Klebsiella pneumoniae* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

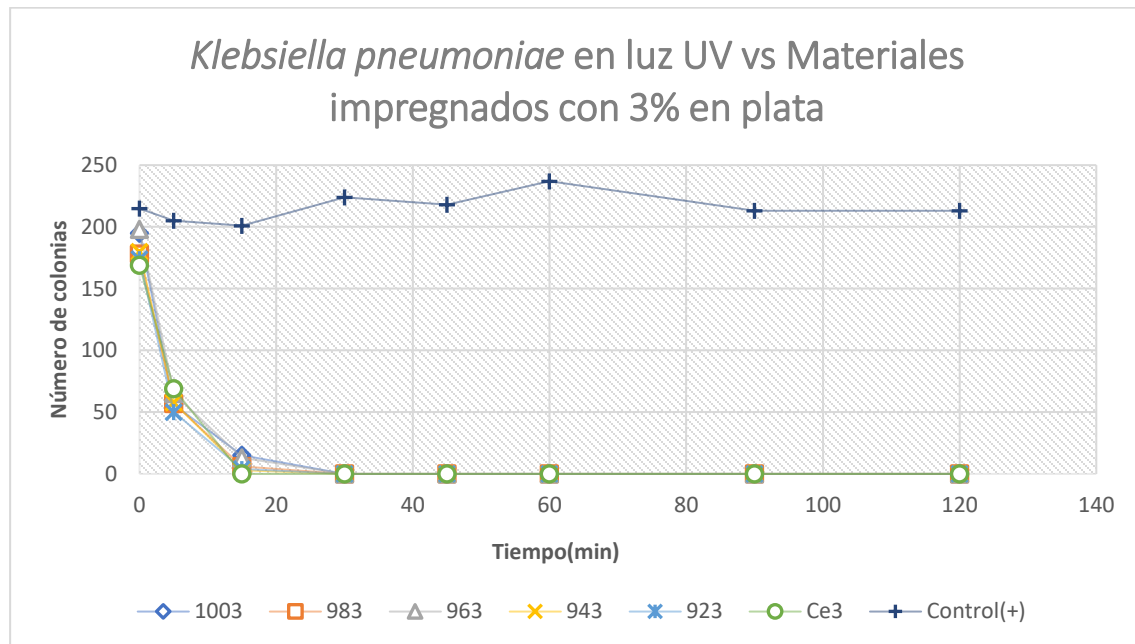


Ilustración 75 *Klebsiella pneumoniae* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

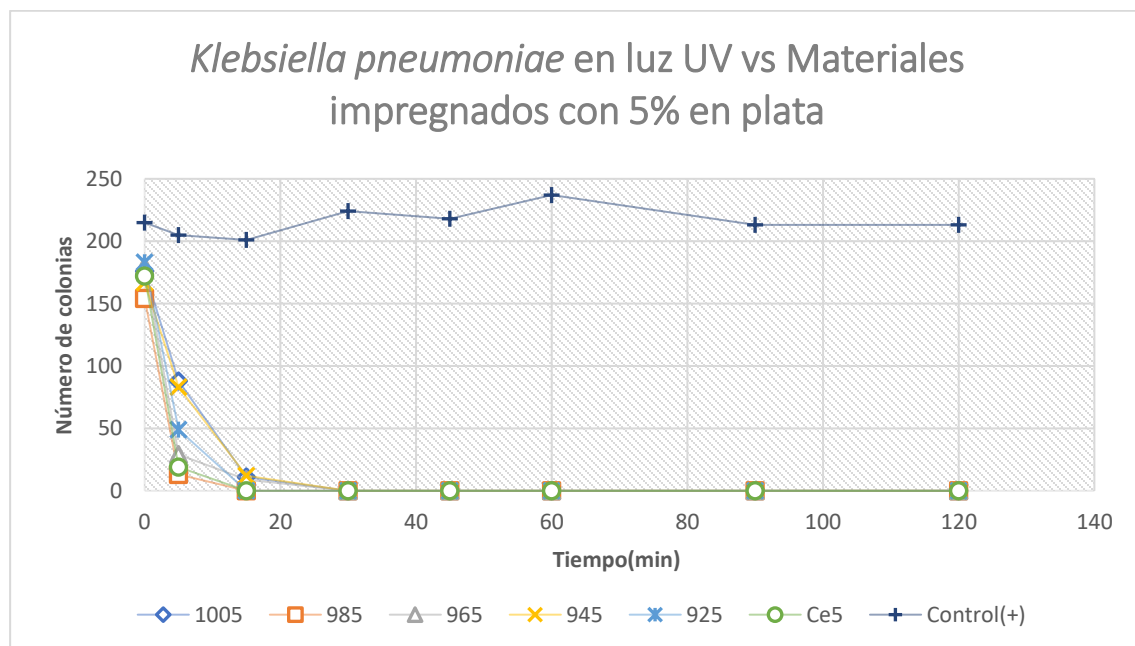


Ilustración 76 *Klebsiella pneumoniae* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Se puede observar en las ilustraciones 73, 74, 75 y 76, que en todas las evaluaciones realizadas contra *Klebsiella pneumoniae* que se logró la completa eliminación de la carga bacteriana a los 30 minutos. El comportamiento bactericida de los materiales bajo condiciones de luz visible y luz UV fue similar, así mismo, el porcentaje de cerio molar en los materiales no mostró diferencias significativas en los resultados.

8.2.2.8 *Enterococcus faecalis*

A continuación, en la Tabla 17 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Enterococcus faecalis*.

<i>Enterococcus faecalis</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	276	287	243	143	80	14	0	0	1005	280	274	235	175	80	23	0	0
983	254	241	205	138	84	17	0	0	985	275	261	145	138	65	1	0	0
963	249	218	176	142	123	53	3	0	965	256	267	168	115	70	11	0	0
943	277	289	178	127	76	8	0	0	945	245	243	147	90	34	0	0	0
923	253	264	243	140	116	19	0	0	925	261	235	66	25	10	0	0	0
Ce3	275	265	132	76	48	2	0	0	Ce5	270	258	147	92	70	5	0	0
Control (+)	276	254	268	280	263	272	251	269	Control (+)	276	254	268	280	263	272	251	269
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	268	272	202	103	44	4	0	0	1005	272	262	201	113	23	0	0	0
983	264	233	197	84	32	0	0	0	985	279	255	114	56	15	0	0	0
963	252	207	176	56	12	0	0	0	965	266	276	103	43	2	0	0	0
943	263	238	178	73	21	0	0	0	945	256	233	98	45	3	0	0	0
923	259	227	243	78	24	0	0	0	925	257	228	72	17	0	0	0	0
Ce3	275	206	132	62	27	0	0	0	Ce5	268	234	78	24	0	0	0	0
Control (+)	276	254	268	280	263	272	251	269	Control (+)	276	254	268	280	263	272	251	269

Tabla 17 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Enterococcus faecalis*

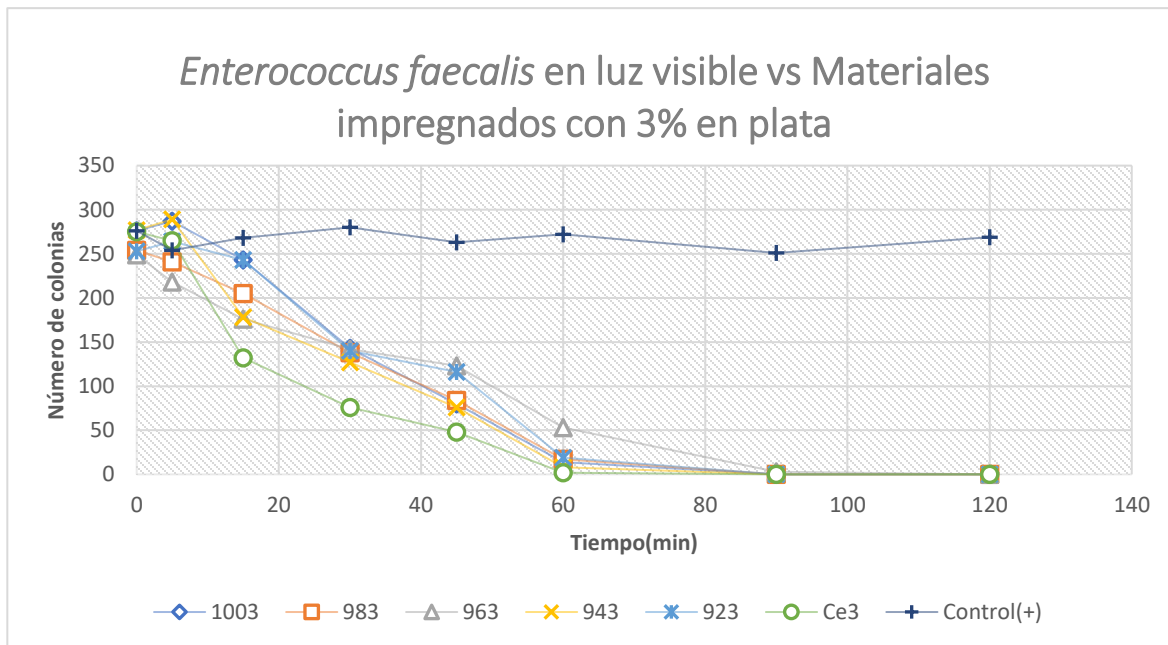


Ilustración 77 *Enterococcus faecalis* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

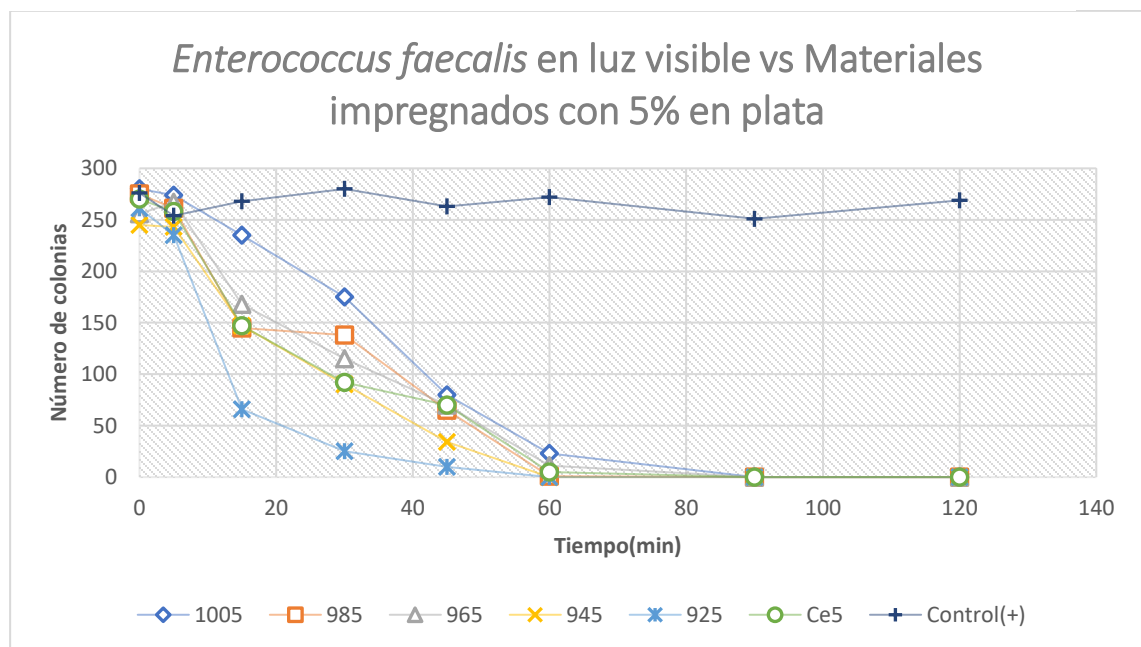


Ilustración 78 *Enterococcus faecalis* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

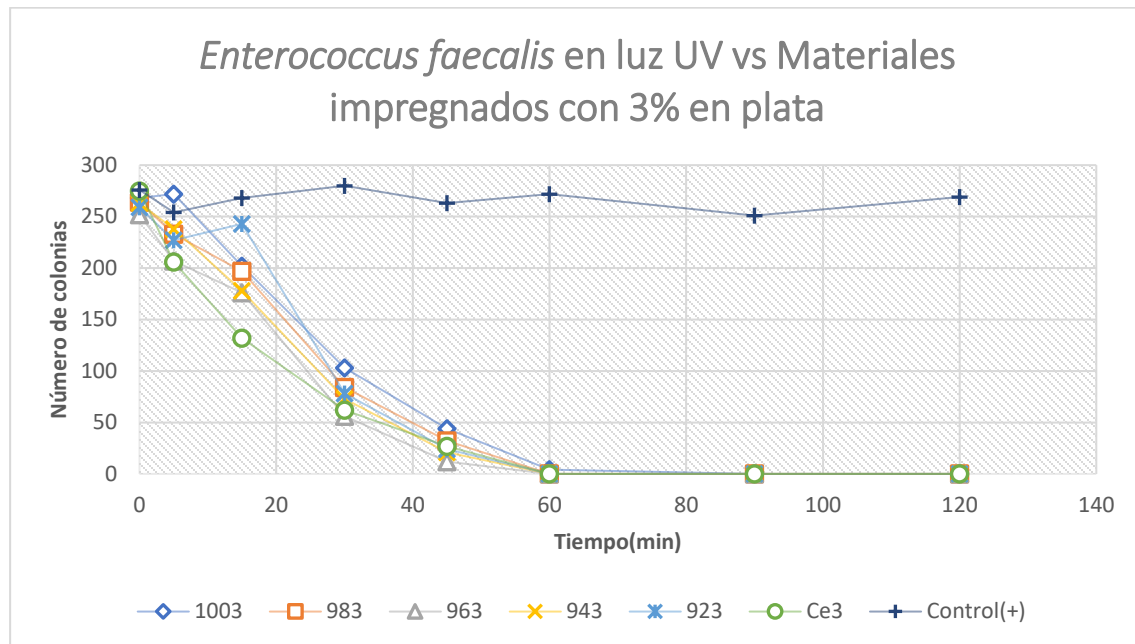


Ilustración 79 *Enterococcus faecalis* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

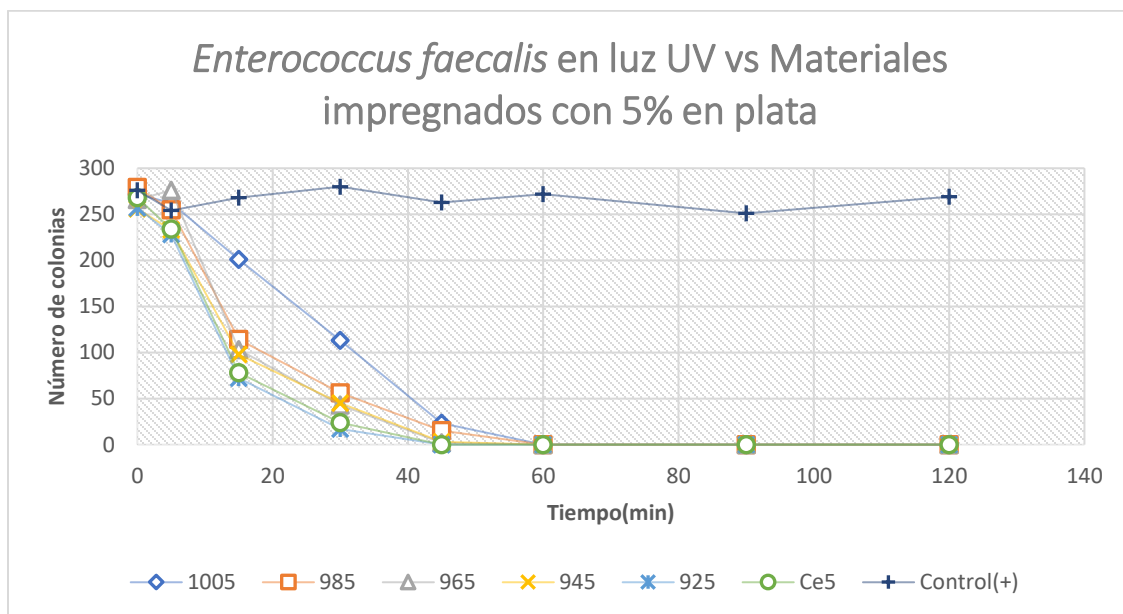


Ilustración 80 *Enterococcus faecalis* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Se puede observar en las Ilustraciones 77 y 78, que los materiales irradiados bajo luz visible tardaron hasta 90 min en lograr la completa eliminación bacteriana, siendo por lo tanto un tiempo mayor a lo esperado. En las Ilustraciones 79 y 80, los materiales que lograron la eliminación a los 60 min fueron aquellos irradiados bajo luz UV. El aumento de plata impregnada mejoro el desempeño de los materiales independientemente de las condiciones. El aumento del cerio molar mejoro las capacidades bactericidas de los materiales.

8.2.2.9 *Proteus mirabilis*

A continuación, en la tabla 18 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Proteus mirabilis*.

<i>Proteus mirabilis</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	273	282	266	162	98	33	0	0	1005	254	274	150	48	1	0	0	0
983	281	298	285	180	13	0	0	0	985	276	259	104	0	0	0	0	0
963	267	281	264	174	28	0	0	0	965	245	237	34	0	0	0	0	0
943	287	278	272	14	1	0	0	0	945	254	266	213	15	2	0	0	0
923	289	290	205	42	9	0	0	0	925	242	243	27	1	0	0	0	0
Ce3	296	280	211	13	2	0	0	0	Ce5	213	231	5	0	0	0	0	0
Control (+)	271	250	269	265	241	238	242	260	Control (+)	271	250	269	265	241	238	242	260
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	208	185	99	0	0	0	0	0	1005	172	63	12	0	0	0	0	0
983	218	178	67	15	0	0	0	0	985	169	62	34	0	0	0	0	0
963	229	186	86	8	0	0	0	0	965	170	54	7	0	0	0	0	0
943	189	167	41	0	0	0	0	0	945	146	44	5	0	0	0	0	0
923	217	183	30	0	0	0	0	0	925	207	96	13	0	0	0	0	0
Ce3	235	186	104	32	0	0	0	0	Ce5	142	48	2	0	0	0	0	0
Control (+)	271	250	269	265	241	238	242	260	Control (+)	271	250	269	265	241	238	242	260

Tabla 18 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Proteus mirabilis*

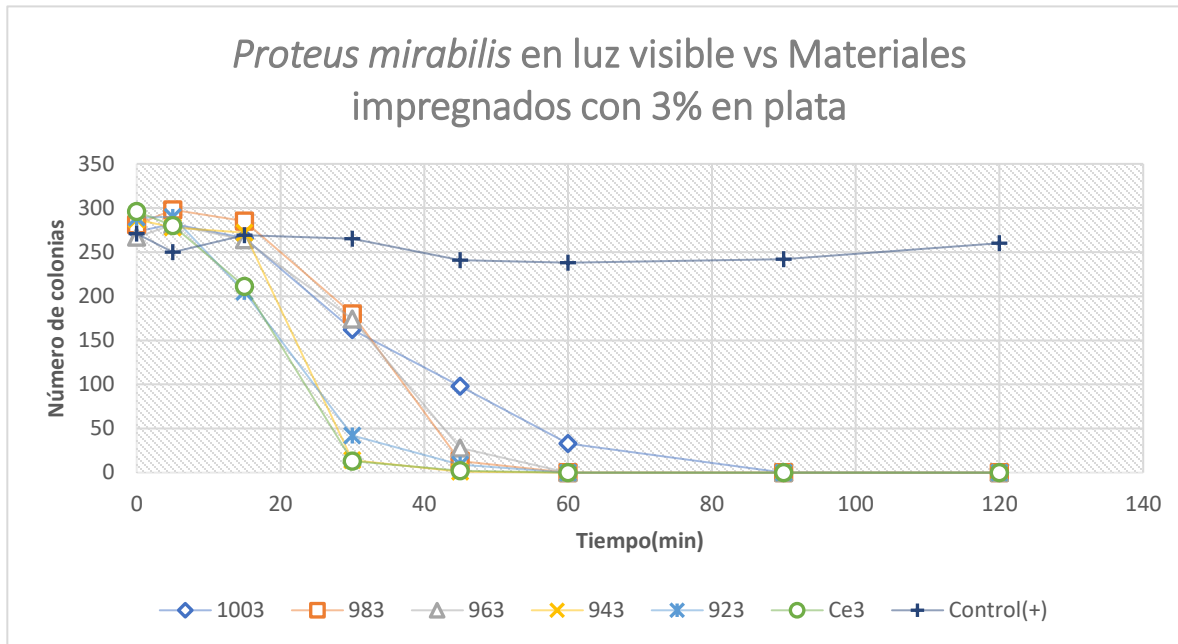


Ilustración 81 *Proteus mirabilis* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

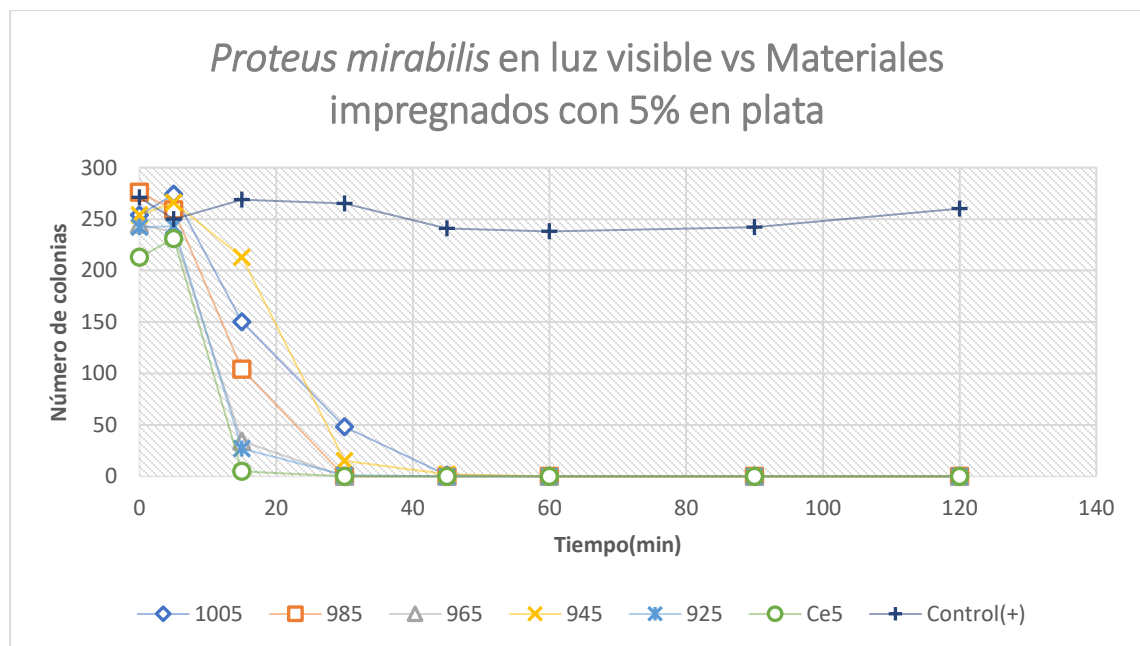


Ilustración 82 *Proteus mirabilis* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata

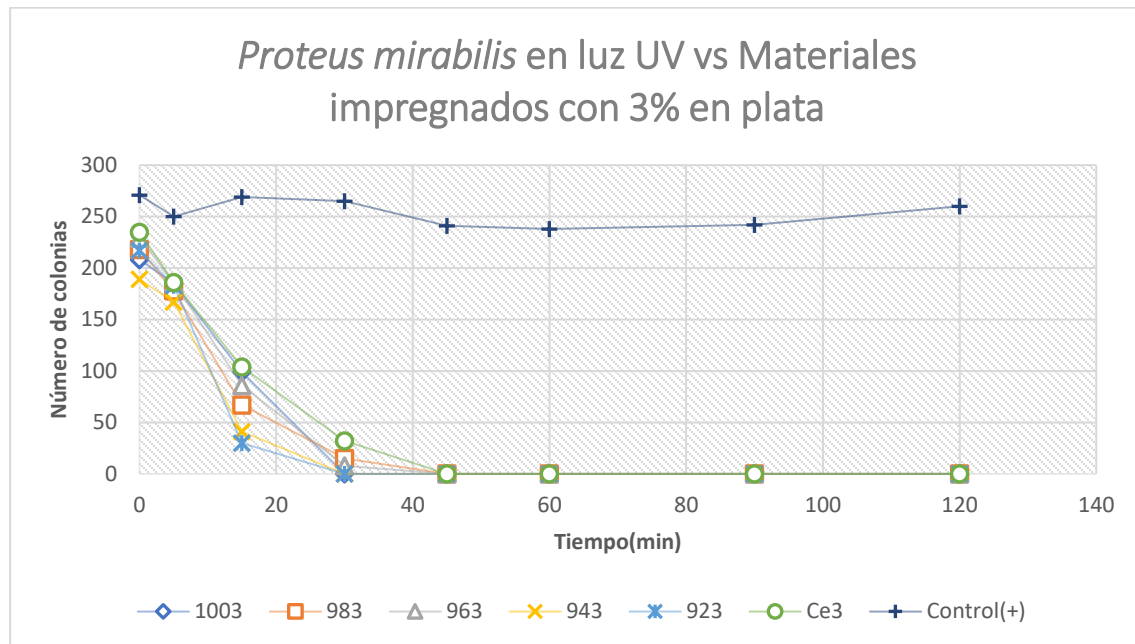


Ilustración 83 *Proteus mirabilis* en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

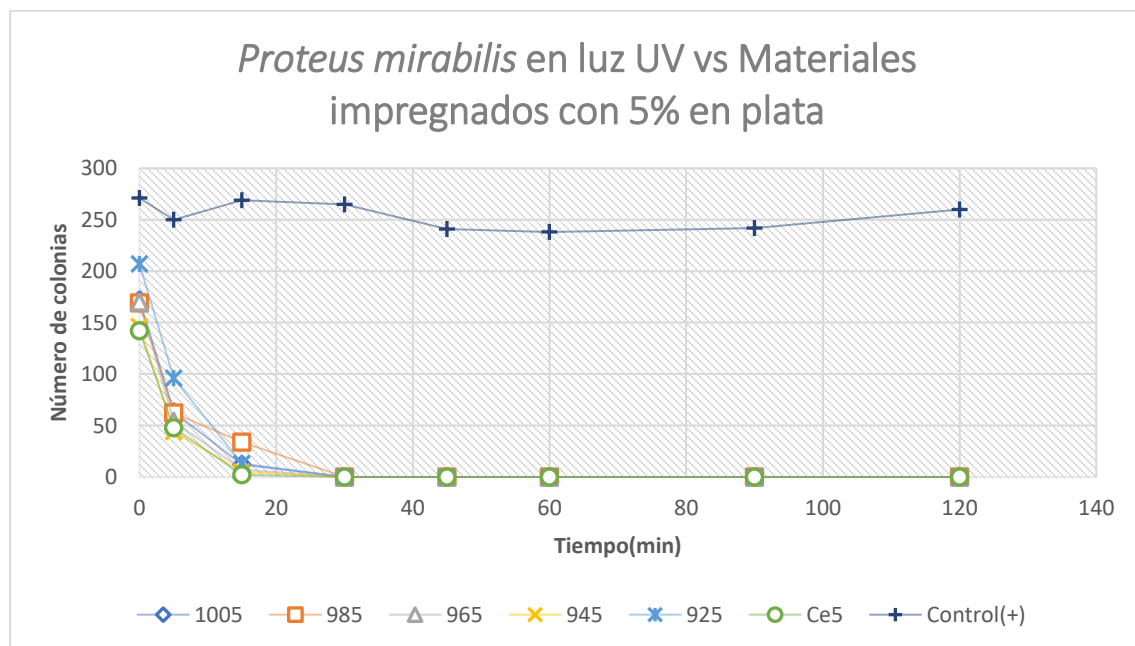


Ilustración 84 *Proteus mirabilis* en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Como se puede observar en la Ilustración 81, los materiales irradiados con luz visible y 3% de impregnación de plata lograron la completa eliminación bacteriana a los 90 min, en la Ilustración 82 se puede apreciar que los materiales bajo estas mismas condiciones de luz, pero con un 5% de impregnación de plata lograron tiempos mejores llegando a los 45 min, es decir la mitad del tiempo requerido. En la Ilustración 83 se puede apreciar que los materiales bajo irradiación de luz UV con una impregnación de 3% de plata se logró la eliminación bacteriana a los 45 min. En la Ilustración 84, se puede observar que los materiales con impregnación del 5% de plata lo consiguieron a los 30 minutos. Los materiales con mayor porcentaje de cerio molar consiguieron mejores desempeños bactericida, teniendo una tasa de eliminación del doble.

8.2.2.10 *Shigella sonnei*

A continuación, en la Tabla 19 se presentan los resultados de las evaluaciones con *Shigella sonnei*.

<i>Shigella sonnei</i>																	
Luz visible																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	284	287	268	246	167	75	7	0	1005	286	284	237	153	29	5	0	0
983	280	294	250	208	118	58	2	0	985	283	298	192	131	15	0	0	0
963	284	278	279	227	143	82	3	0	965	278	289	265	157	36	9	0	0
943	286	302	246	183	93	53	5	0	945	276	291	259	185	75	17	0	0
923	277	283	235	231	114	34	0	0	925	255	287	284	114	34	0	0	0
Ce3	269	246	213	140	88	41	2	0	Ce5	282	295	163	78	9	0	0	0
Control (+)	278	285	280	273	262	274	277	263	Control (+)	278	285	280	273	262	274	277	263
Luz Uv																	
	0	5	15	30	45	60	90	120		0	5	15	30	45	60	90	120
1003	288	265	223	185	78	12	0	0	1005	259	276	216	87	12	0	0	0
983	287	258	228	173	81	21	0	0	985	266	280	218	93	20	0	0	0
963	276	252	216	181	92	7	0	0	965	268	279	202	126	28	0	0	0
943	281	257	213	170	77	15	0	0	945	273	281	218	127	64	4	0	0
923	283	277	209	164	81	9	0	0	925	287	273	207	99	9	0	0	0
Ce3	272	260	202	157	72	11	0	0	Ce5	268	267	184	83	7	0	0	0
Control (+)	278	285	280	273	262	274	277	263	Control (+)	278	285	280	273	262	274	277	263

Tabla 19 Evaluación de la sensibilidad antimicrobiana de los materiales en función del tiempo para *Shigella sonnei*

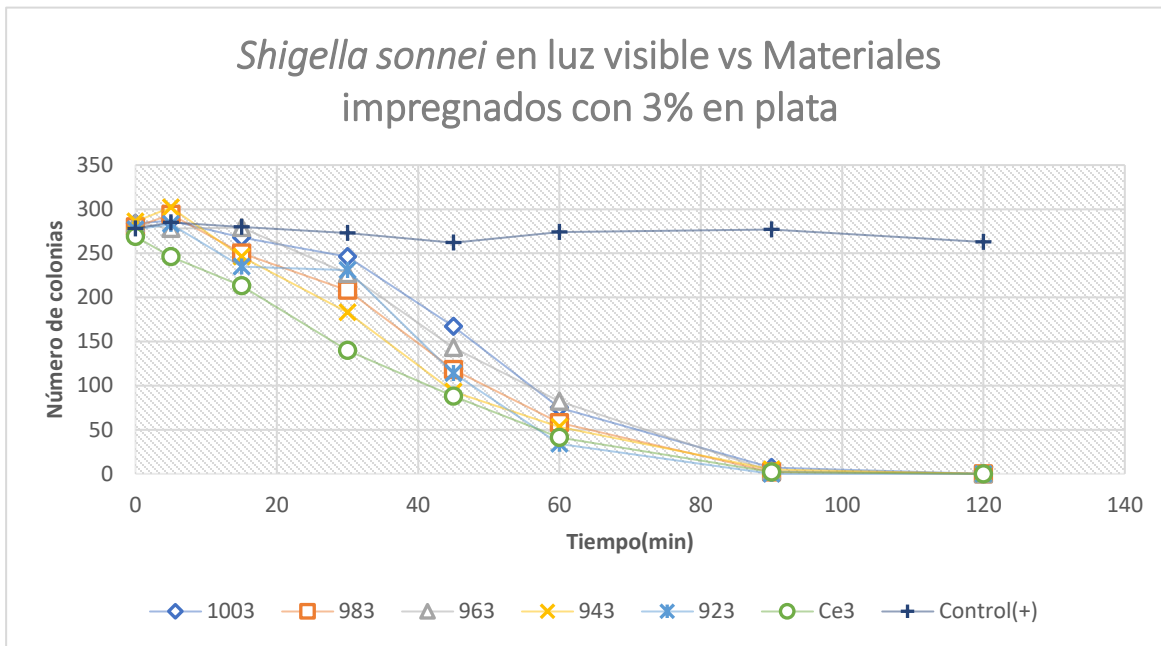


Ilustración 85 *Shigella sonnei* en luz visible vs Materiales impregnados con 3% en plata

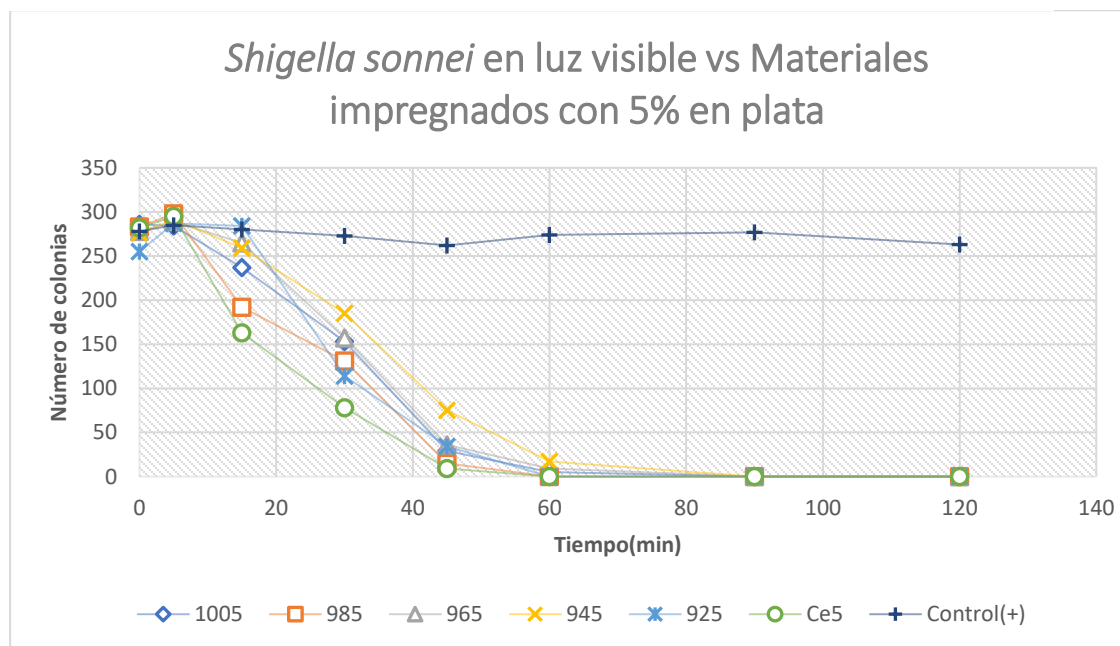


Ilustración 86 *Shigella sonnei* en luz visible vs Materiales impregnados con 5% en plata



Shigella sonnei en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

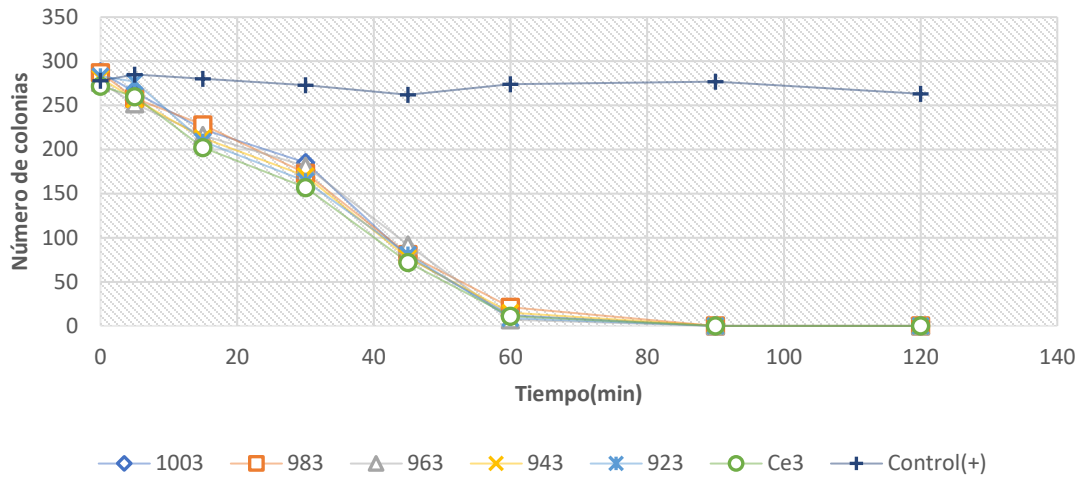


Ilustración 87 Shigella sonnei en luz UV vs Materiales impregnados con 3% en plata

Shigella sonnei en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata

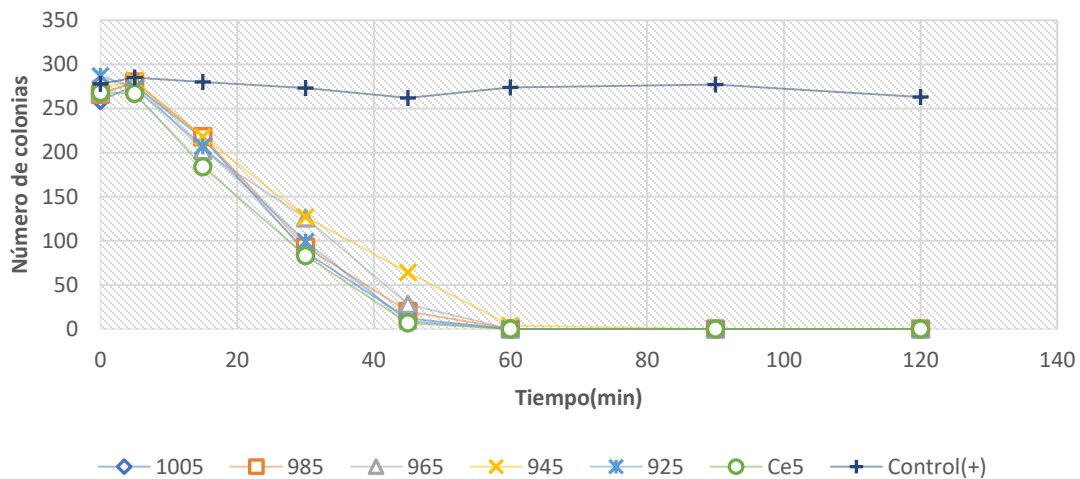


Ilustración 88 Shigella sonnei en luz UV vs Materiales impregnados con 5% en plata



Se puede observar en las Ilustraciones 85 y 86, que los materiales bajo irradiación de luz visible tardaron más de hora y media en lograr la completa eliminación. Los materiales con impregnaciones de 3% de plata tardaron hasta 120 min en eliminar la completa carga bacteriana. Los materiales con 5% de plata tardaron hasta 90 min. Lo mejores resultados los obtuvieron aquellos materiales que trabajaron bajo condiciones de luz UV, se puede observar en la Ilustración 87, que para los materiales con 3% de impregnación de plata, se tardó hasta 90 min en llegar a la carga bacteriana cero. En la Ilustración 88, se puede observar que los materiales con 5% de impregnación con plata tardaron 60 minutos en reducir completamente la carga bacteriana a cero.

8.2.3 Pruebas en agua de zoológico

8.2.3.1 Diseño del tanque y metodología

Las muestras de agua fueron tomadas del estanque de rinocerontes del Parque Zoológico Benito Juárez, ubicado en la ciudad de Morelia. Las muestras se recolectaron en envases de plástico transparentes, desinfectados y esterilizados con luz UV para evitar una contaminación cruzada de microorganismos no deseados. Se realizó un tratamiento previo, el cual consistió en un filtrado de toda aquella materia suspendida de tamaño visualmente considerable, los filtrados se realizaron primero con un tamiz de cocina y después se volvió a realizar un segundo filtrado con filtros de café. A las muestras se les hizo un análisis de sus propiedades organolépticas, observando su color y olor. Se le realizó una medición del pH. Para las pruebas de susceptibilidad bacteriana en función del tiempo se hizo el diseño de un tanque escalado a miniatura con un volumen de 5 litros. Para las pruebas se escogieron los materiales 925 y 945, ya que habían sido los materiales con mejores tasas de eliminación. Se utilizaron en una proporción de 50% y 50% respectivamente y se utilizó la cantidad suficiente para tener una concentración de 2 mg/ml en el tanque. El método de introducción del material fue realizado de la siguiente manera, el material se introdujo en filtro de café diseñados en forma de bolsa de té para evitar que el material se esparciera por todo el tanque y este fuera imposible de recuperar, el material adicionalmente se resguardó en una celda de plástico que funcionó para fijar su posición en una esquina específica del tanque y evitar que este se moviera de manera



aleatoria por todo el tanque. Se utilizó una bomba de aire de pecera para crear un flujo en el tanque, la salida de aire se colocó justo debajo de la celda que resguardaba al material para generar una mayor interacción del líquido del tanque con el material. Todos aquellos materiales e instrumentos introducidos en el tanque, así como el tanque mismo fueron desinfectados y/o esterilizados ya sea por calor húmedo, seco y luz UV. Para la toma de muestras estas se recolectaron en tubos de ensaye de 10 ml con tapa de rosca, previamente esterilizados en la autoclave, las muestras se tomaron de la parte central del tanque, tratando de llenar aproximadamente un 80% del tubo con dos fines, el primero, que era evitar tomar muestra insuficiente para el cultivo en placa y segundo, evitar un llenado excesivo que pudiera ser derramado sobre el área de trabajo. Las muestras se recolectaron a los siguientes tiempos 0 min, 5 min, 15 min, 30 min, 45 min, 60 min, 75 min y 90 min, considerando el tiempo 0 como el momento después de haber prendido la bomba de aire. Las muestras fueron cultivadas en agar MacConkey y se incubaron durante 24 h a $36.5^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ en condiciones aerobias, las muestras fueron tomadas por triplicado. Al finalizar el periodo de incubación se realizó un conteo de colonias. Se tomaron muestras control a los 15 min, 30 min, 60 min y 90 min.

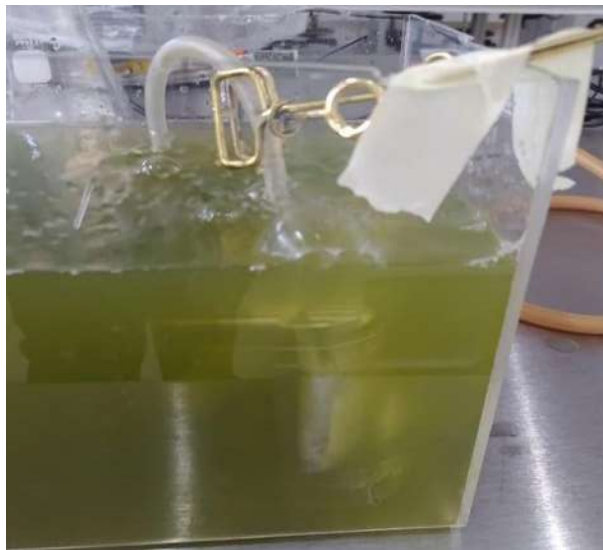


Ilustración 89 Tanque con los materiales en funcionamiento



8.2.3.2 Evaluación bactericida en agua del estanque del zoológico

Antes de realizar la evaluación bactericida del material, se hizo un análisis de sus propiedades organolépticas. El color de la muestra de agua era verdoso y opaco, posiblemente debido a una alta cantidad de algas. La muestra no tenía olor. El pH de la muestra era de 7.84. En la Tabla 20 se muestran los resultados de la evaluación bactericida.

Agua del Zoológico						
Tiempo	1	2	3	Promedio	Desviación estándar	Control
0	0	17	12	10	8.736894948	-
5	1	4	1	2	1.732050808	-
15	2	10	59	24	30.85989847	20
30	167	162	155	161	6.027713773	0
45	100	98	113	104	8.144527815	-
60	13	17	35	22	11.71893055	1
75	83	69	60	71	11.59022577	-
90	87	98	116	100	14.6401275	33

Tabla 20 Evaluación bactericida en agua de zoológico del estanque de rinocerontes



Ilustración 90 Gráfica de la evaluación bactericida en agua de zoológico del estanque de rinocerontes



Se observa en la Ilustración 90, que en los primeros minutos hay claro efecto bactericida en los primeros 15 minutos, después vuelve un repunte en la carga bacteriana teniendo su pico máximo en el minuto 30 para después de nuevo volver a bajar hasta los 60 min y de nueva cuenta vuelven a subir, esto se puede deber a un mezclado ineficiente, a medida que el tiempo pasa el fluido se mueve y el material no tiene el tiempo suficiente para lograr la eliminación bacteriana adecuada, es decir, la interacción entre el material y el líquido no es completamente homogénea. Un problema parecido surgió al realizar los cultivos del control, no se hizo la homogenización correcta es por eso por lo que los resultados son tan inconsistentes, como la muestra era insuficiente para volver a realizar una ronda más no se logró repetir el control.

8.3 Tabla resumen de las evaluaciones bactericidas

A continuación, en la Tabla 21 se muestra un resumen de las evaluaciones bactericidas de los materiales impregnados con 3% de plata en condiciones de luz visible.

Bacteria	1003	983	963	943	923	Ce3
<i>Escherichia coli</i>	45 min	45 min	45 min	30 min	45 min	30 min
<i>Salmonella typhi</i>	30 min	45 min	45 min	30 min	30 min	15 min
<i>Shigella sonnei</i>	120 min	120 min	120 min	120 min	90 min	120 min
<i>Proteus mirabilis</i>	90 min	60 min	60 min	60 min	60 min	60 min
<i>Citrobacter freundii</i>	120 min	120 min	120 min	90 min	90 min	45 min
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	30 min	30 min	45 min	30 min	15 min	30 min



<i>Salmonella typhimurium</i>	120 min	120 min	120 min	120 min	90 min	90 min
<i>Salmonella enteriditis</i>	30 min	30 min	30 min	15 min	30 min	30 min
<i>Staphylococcus aureus</i>	60 min	60 min	45 min	60 min	60 min	45 min
<i>Enterococcus faecalis</i>	90 min	90 min	120 min	90 min	90 min	90 min

Tabla 21 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz visible e impregnación de plata al 3%

A continuación, en la Tabla 22 se muestra un resumen de las evaluaciones bactericidas de los materiales impregnados con 5% de plata en condiciones de luz visible.

Bacteria	1005	985	965	945	925	Ce5
<i>Escherichia coli</i>	15 min	15 min	15 min	30 min	30 min	30 min
<i>Salmonella typhi</i>	15 min	30 min	30 min	30 min	15 min	15 min
<i>Shigella sonnei</i>	90 min	60 min	90 min	90 min	60 min	60 min
<i>Proteus mirabilis</i>	60 min	30 min	30 min	60 min	45 min	30 min
<i>Citrobacter freundii</i>	60 min	45 min	45 min	60 min	30 min	30 min
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	30 min	15 min	30 min	45 min	30 min	15 min
<i>Salmonella typhimurium</i>	60 min	60 min	45 min	60 min	45 min	60 min
<i>Salmonella enteriditis</i>	30 min	30 min	30 min	30 min	30 min	15 min
<i>Staphylococcus aureus</i>	60 min	60 min	45 min	60 min	60 min	45 min



<i>Enterococcus faecalis</i>	90 min	90 min	90 min	60 min	60 min	90 min
------------------------------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

Tabla 22 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz visible e impregnación de plata al 5%

A continuación, en la Tabla 23 se muestra un resumen de las evaluaciones bactericidas de los materiales impregnados con 3% de plata en condiciones de luz UV.

Bacteria	1003	983	963	943	923	Ce3
<i>Escherichia coli</i>	30 min	30 min	30 min	15 min	15 min	15 min
<i>Salmonella typhi</i>	15 min	30 min	15 min	15 min	15 min	5 min
<i>Shigella sonnei</i>	90 min	90 min	90 min	90 min	90 min	90 min
<i>Proteus mirabilis</i>	30 min	45 min	45 min	30 min	30 min	45 min
<i>Citrobacter freundii</i>	90 min	90 min	45 min	45 min	45 min	30 min
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	30 min	30 min	30 min	30 min	30 min	15 min
<i>Salmonella typhimurium</i>	90 min	90 min	90 min	90 min	90 min	90 min
<i>Salmonella enteritidis</i>	30 min	30 min	30 min	30 min	30 min	30 min
<i>Staphylococcus aureus</i>	30 min	45 min	45 min	30 min	30 min	45 min
<i>Enterococcus faecalis</i>	90 min	60 min	60 min	60 min	60 min	60 min

Tabla 23 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz UV e impregnación de plata al 3%



A continuación, en la Tabla 24 se muestra un resumen de las evaluaciones bactericidas de los materiales impregnados con 5% de plata en condiciones de luz UV.

Bacteria	1005	985	965	945	925	Ce5
<i>Escherichia coli</i>	5 min	5 min	15 min	5 min	5 min	30 min
<i>Salmonella typhi</i>	5 min	30 min	15 min	15 min	5 min	15 min
<i>Shigella sonnei</i>	60 min	60 min	60 min	90 min	60 min	60 min
<i>Proteus mirabilis</i>	30 min	30 min	30 min	30 min	30 min	30 min
<i>Citrobacter freundii</i>	45 min	45 min	45 min	45 min	30 min	30 min
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	30 min	15 min	30 min	45 min	30 min	30 min
<i>Salmonella typhimurium</i>	60 min	60 min	30 min	30 min	30 min	30 min
<i>Salmonella enteriditis</i>	15 min	30 min	30 min	15 min	15 min	15 min
<i>Staphylococcus aureus</i>	15 min	30 min	30 min	15 min	15 min	15 min
<i>Enterococcus faecalis</i>	60 min	60 min	60 min	60 min	45 min	45 min

Tabla 24 Resumen de las evaluaciones bactericidas en luz UV e impregnación de plata al 3%



8.4 Análisis de Resultados

Conforme a los datos que se han exhibido, en la difracción de rayos X, se puede observar en que una mayor presencia de cerio en la estructura del dióxido de titanio tiende a favorecer la formación de la estructura anatasa, esto debido a que limita el crecimiento del tamaño del cristal y restringe la transformación de la fase anatasa a rutilo (Zi-shang et al., 2018). La plata no estuvo presente en los difractogramas posiblemente a que el equipo no tenía la sensibilidad necesaria para poder captarlo.

En la Microscopia electrónica de barrido se puede observar que los materiales muestran superficies lisas en su mayoría, los tamaños de partículas difieren mucho, se observan partículas con tamaños que van desde $<100\ \mu\text{m}$ hasta $>1\ \mu\text{m}$, siendo por lo tanto clasificados los materiales como micromateriales. La presencia de la plata no fue uniforme sobre toda la superficie del material, observándose superficies de material sin plata. Los tamaños de las partículas de plata encontrados iban desde $0.14\ \mu\text{m}$ a $0.72\ \mu\text{m}$. De acuerdo con el análisis EDS, para aquellos materiales con impregnación de plata al 5%, se evidencia que la cantidad de plata presente es del 44.79%, a pesar de que la impregnación inicial se realizó al 5% en peso. Esto podría explicarse principalmente por dos razones: la región de referencia tomada para el análisis y la presencia mayoritaria de la plata en la superficie, lo que genera una superposición entre la parte externa e interna del material, lo que podría haber influido en los resultados sesgados.

En relación con la evaluación bactericida de los materiales, en términos generales los materiales tuvieron éxito en la tarea de eliminar la carga bacteriana en un tiempo menor a los 120 minutos, siendo los expuestos a la luz UV los que obtuvieron mejores resultados. Respecto a los materiales impregnados con plata no fue sorpresa que los materiales con 5% en peso obtuvieran los mejores resultados. Ahora, en cuanto al dopaje de los materiales con cerio, se puede apreciar que aquellos materiales con un mayor dopaje de cerio mostraron mejores resultados, los materiales con dopajes del 8% y 6% molar fueron los que mejores resultados obtuvieron. Las bacterias grampositivas presentaron mayor resistencia esto posiblemente debido a la naturaleza de su gruesa capa de peptidoglicano en su pared celular. La bacteria mas resistente fue la *Salmonella typhimurium* la cual requirió un 50% más de concentración



de material (3mg/ml), debido a que en las primeras pruebas esta bacteria seguía aun presenta a las dos horas de haber tenido contacto con el material. No está claro, por qué esta bacteria tuvo una mayor resistencia. Con esta misma bacteria se realizaron pruebas a pH de 6 y 8, obteniendo mejores resultados, esto se debe a que un cambio en el pH de la solución modifica la permeabilidad de la membrana ya sea por cambios en las cargas de la moléculas y en la estabilidad de la membrana, lo que provocaría que las partículas de plata entren mas fácil al interior de la célula, por lo tanto, habilitaría a la plata para llevar a cabo su efecto bactericida de una manera mas eficiente.



9. Conclusiones

1. Se logró sintetizar los materiales TiO_2 , $\text{Ti}_{1-x}\text{Ce}_x\text{O}_2$ ($x = 0.2, 0.4, 0.6$ y 0.8), y CeO_2 , por el método de Pechini.
2. Se logró impregnar plata al 3% y 5% en peso por el método de impregnación húmeda en los materiales TiO_2 , $\text{Ti}_{1-x}\text{Ce}_x\text{O}_2$ ($x = 0.2, 0.4, 0.6$ y 0.8), y CeO_2 .
3. Se logró establecer la relación óptima de plata en los materiales, siendo esta la de 5%. Materiales con dicho porcentaje presentaron los mejores resultados.
4. Un incremento en el porcentaje de cerio molar promueve la aparición de la fase anatasa en los materiales $\text{Ti}_{1-x}\text{Ce}_x\text{O}_2$, como se puede observar en los resultados de DRX.
5. No se observó una distribución uniforme de la plata en el material, quedando partes con ausencia de plata y viceversa, partes con una alta impregnación de plata.
6. Se logró establecer la relación óptima de cerio en los materiales $\text{Ti}_{1-x}\text{Ce}_x\text{O}_2$ ($x = 0.2, 0.4, 0.6$ y 0.8), incrementar el porcentaje de cerio molar mejoraba los efectos bactericidas de los materiales. Siendo los materiales con un porcentaje molar de Cerio igual a 0.8% los que mejores resultados presentaron.
7. Los materiales tuvieron un mejor desempeño en condiciones de luz ultravioleta, sin embargo, los materiales que trabajaron bajo luz visible cumplieron el objetivo de eliminación de la carga bacteriana antes de los 60 minutos.
8. Los materiales que no fueron impregnados con plata no tuvieron un efecto bactericida ni inhibitorio, se desaconseja su uso.
9. Los materiales con mejores rendimientos bactericidas fueron el $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.08}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% y CeO_2/Ag 5%, pero al realizar un análisis de precios se encontró que el $\text{Ti}_{0.92}\text{Ce}_{0.08}\text{O}_2/\text{Ag}$ 5% es seis veces más barato que el CeO_2/Ag 5%, por lo cual se escoge este primero como el mejor material bactericida de los materiales sintetizados.
10. *Salmonella typhimurium* fue la bacteria más resistente llegando a necesitar 3 mg/ml para asegurar una eliminación dentro de los 60 minutos esperados, caso particular frente a los demás casos donde se usó 2mg/ml.



11. Se logró el diseño de un sistema de tratamiento a microescala, los resultados confirmaron la capacidad del material de trabajar en condiciones más parecidas a las esperadas en un sistema de tratamiento en la vida real.

Sugerencias para trabajos futuros: se recomienda mejorar el sistema de mezclado del sistema que se propuso, cambiar la bomba de aire por una bomba de agua que tome volúmenes de las partes más alejadas del material y descargue en la trampa que se diseñó para el material con el fin de crear un mejor contacto entre el material y el agua contaminada.



10. Referencias

- Akhavan, O. (2009). Lasting antibacterial activities of Ag-TiO₂/Ag/a-TiO₂ nanocomposite thin film photocatalysts under solar light irradiation. *Journal of Colloid and Interface Science*, 336(1), 117–124. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2009.03.018>
- Alexander, Wesley, J. (2009). History of the medical use of silver. *Surgical Infections*, 10(3), 289–294.
- Allen, N. S., Mahdjoub, N., Vishnyakov, V., Kelly, P. J., & Kriek, R. J. (2018). The effect of crystalline phase (anatase, brookite and rutile) and size on the photocatalytic activity of calcined polymorphic titanium dioxide (TiO₂). *Polymer Degradation and Stability*, 150, 31–36. <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2018.02.008>
- Azam, A., Ahmed, A. S., Oves, M., Khan, M. S., Habib, S. S., & Memic, A. (2012). Antimicrobial activity of metal oxide nanoparticles against Gram-positive and Gram-negative bacteria: A comparative study. *International Journal of Nanomedicine*, 7, 6003–6009. <https://doi.org/10.2147/IJN.S35347>
- Beganovic, M., Luther, M. K., Rice, L. B., Arias, C. A., Rybak, M. J., & Laplante, K. L. (2018). A review of combination antimicrobial therapy for enterococcus faecalis bloodstream infections and infective endocarditis. *Clinical Infectious Diseases*, 67(2), 303–309. <https://doi.org/10.1093/cid/ciy064>
- Biao, L., Tan, S., Wang, Y., Guo, X., Fu, Y., Xu, F., Zu, Y., & Liu, Z. (2017). Synthesis, characterization and antibacterial study on the chitosan-functionalized Ag nanoparticles. *Materials Science and Engineering C*, 76, 73–80. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.02.154>
- Cacciotti, I., Bianco, A., Pezzotti, G., & Gusmano, G. (2011). Synthesis, thermal behaviour and luminescence properties of rare earth-doped titania nanofibers. *Chemical Engineering Journal*, 166(2), 751–764. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.07.008>
- Carlson, C., Hussein, S. M., Schrand, A. M., Braydich-Stolle, L. K., Hess, K. L., Jones, R. L., & Schlager, J. J. (2008). Unique cellular interaction of silver nanoparticles: Size-dependent generation of reactive oxygen species. *Journal of Physical Chemistry B*, 112(43), 13608–13619. <https://doi.org/10.1021/jp712087m>
- Chaker, H., Fourmentin, S., & Chérif-Aouali, L. (2020). Efficient Photocatalytic Degradation of Ibuprofen under Visible Light Irradiation Using Silver and Cerium Co-Doped Mesoporous TiO₂. *ChemistrySelect*, 5(38), 11787–11796. <https://doi.org/10.1002/slct.202002730>
- Chen, W. F., Mofarah, S. S., Hanaor, D. A. H., Koshy, P., Chen, H. K., Jiang, Y., & Sorrell, C. C. (2018). Enhancement of Ce/Cr Codopant Solubility and Chemical Homogeneity in TiO₂ Nanoparticles through Sol-Gel versus Pechini Syntheses. *Inorganic Chemistry*, 57(12), 7279–7289. <https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.8b00926>



- Cheng, Y., Zhang, M., Yao, G., Yang, L., Tao, J., Gong, Z., He, G., & Sun, Z. (2016). Band gap manipulation of cerium doping TiO₂ nanopowders by hydrothermal method. *Journal of Alloys and Compounds*, 662, 179–184. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.12.034>
- Chernousova, S., & Epple, M. (2013). Silver as antibacterial agent: Ion, nanoparticle, and metal. *Angewandte Chemie - International Edition*, 52(6), 1636–1653. <https://doi.org/10.1002/anie.201205923>
- Choi, O., Deng, K. K., Kim, N. J., Ross, L., Surampalli, R. Y., & Hu, Z. (2008). The inhibitory effects of silver nanoparticles, silver ions, and silver chloride colloids on microbial growth. *Water Research*, 42(12), 3066–3074. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2008.02.021>
- Chudasama, B., Vala, A. K., Andhariya, N., Mehta, R. V., & Upadhyay, R. V. (2010). Highly bacterial resistant silver nanoparticles: Synthesis and antibacterial activities. *Journal of Nanoparticle Research*, 12(5), 1677–1685. <https://doi.org/10.1007/s11051-009-9845-1>
- Dimesso, L. (2017). Pechini Processes: An Alternate Approach of the Sol–Gel Method, Preparation, Properties, and Applications. In L. Klein, M. Aparicio, & A. Jitianu (Eds.), *Handbook of Sol-Gel Science and Technology* (p. 22). Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-19454-7>
- Espino-Estévez, M. R., Fernández-Rodríguez, C., González-Díaz, O. M., Araña, J., Espinós, J. P., Ortega-Méndez, J. A., & Doña-Rodríguez, J. M. (2016). Effect of TiO₂-Pd and TiO₂-Ag on the photocatalytic oxidation of diclofenac, isoproturon and phenol. *Chemical Engineering Journal*, 298, 82–95. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.04.016>
- Fan, X., Wan, J., Liu, E., Sun, L., Hu, Y., Li, H., Hu, X., & Fan, J. (2015). High efficiency photoelectrocatalytic hydrogen generation enabled by Ag deposited and Ce doped TiO₂ nanotube arrays. *Ceramics International*, 41(3), 5107–5116. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.12.083>
- Fujishima, A., Zhang, X., & Tryk, D. A. (2008). TiO₂ photocatalysis and related surface phenomena. *Surface Science Reports*, 63(12), 515–582. <https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2008.10.001>
- Fujishima, A., & Honda, K. (1972). Electrochemical Photolysis of Water at a Semiconductor Electrode. *Nature*, 238(5358), 37–38. <https://doi.org/10.1038/238037a0>
- Gao, H., Qiao, B., Wang, T. J., Wang, D., & Jin, Y. (2014). Cerium oxide coating of titanium dioxide pigment to decrease its photocatalytic activity. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 53(1), 189–197. <https://doi.org/10.1021/ie402539n>
- Graham, P., Lin, S. X., & Elaine, L. L. (2006). A U.S. Population-Based Survey of Staphylococcus aureus Colonization. *Annals of Internal Medicine*, 144(5), 318–325. <https://doi.org/10.7326/0003->



4819-132-3-200002010-00002

- Guo, Y., Song, G., Sun, M., Wang, J., & Wang, Y. (2020). Prevalence and Therapies of Antibiotic-Resistance in *Staphylococcus aureus*. *Frontiers in Cellular and Infection Microbiology*, 10(March), 1–11. <https://doi.org/10.3389/fcimb.2020.00107>
- Han, H., & Bai, R. (2009). Buoyant photocatalyst with greatly enhanced visible-light activity prepared through a low temperature hydrothermal method. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 48(6), 2891–2898. <https://doi.org/10.1021/ie801362a>
- Hernández Cortez, C., Aguilera Arreola, M. G., & Castro Escarpulli, G. (2011). Situación de las enfermedades gastrointestinales en México. *Enfermedades Infecciosas y Microbiología*, 31(4), 137–151.
- Hua, C., Dong, X., Wang, X., Zhang, X., & Ma, H. (2019). The synergistic reaction of Ag deposition and Ce dopant to modify TiO₂-based nanomaterials for efficient light photocatalysis. *Functional Materials Letters*, 12(1), 4–7. <https://doi.org/10.1142/S1793604718500959>
- Jacob, J. M., John, M. S., Jacob, A., Abitha, P., Kumar, S. S., Rajan, R., Natarajan, S., & Pugazhendhi, A. (2019). Bactericidal coating of paper towels via sustainable biosynthesis of silver nanoparticles using *Ocimum sanctum* leaf extract. *Materials Research Express*, 6(4). <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aafaed>
- Jang, J., Hur, H.-G., Sadowsky, M. J., Byappanahalli, M. N., Yan, T., & Ishii, S. (2017). Environmental *Escherichia coli*: ecology and public health implications-a review. *Journal of Applied Microbiology*, 123(3), 570–581. <https://doi.org/10.1111/jam.13468>
- Jia, S., McWhorter, A. R., Andrews, D. M., Underwood, G. J., & Chousalkar, K. K. (2020). Challenges in vaccinating layer hens against salmonella typhimurium. *Vaccines*, 8(4), 1–12. <https://doi.org/10.3390/vaccines8040696>
- Karkey, A., Thwaites, G. E., & Baker, S. (2018). The evolution of antimicrobial resistance in *Salmonella* Typhi. *Current Opinion in Gastroenterology*, 34(1), 25–30. <https://doi.org/10.1097/MOG.0000000000000406>
- Kędziora, A., Speruda, M., Krzyżewska, E., Rybka, J., Łukowiak, A., & Bugla-Płoskońska, G. (2018). Similarities and differences between silver ions and silver in nanoforms as antibacterial agents. *International Journal of Molecular Sciences*, 19(2). <https://doi.org/10.3390/ijms19020444>
- Kittl, S., Brodard, I., Heim, D., Andina-pfister, P., & Overesch, G. (2020). *Methicillin-Resistant Staphylococcus aureus* Strains in Swiss. 86(5), 1–12.
- Kittler, S., Greulich, C., Gebauer, J. S., Diendorf, J., Treuel, L., Ruiz, L., Gonzalez-Calbet, J. M., Vallet-



- Regi, M., Zellner, R., Köller, M., & Epple, M. (2010). The influence of proteins on the dispersability and cell-biological activity of silver nanoparticles. *Journal of Materials Chemistry*, 20(3), 512–518. <https://doi.org/10.1039/b914875b>
- Latha, P., Prakash, K., & Karuthapandian, S. (2018). Effective Photodegradation of CR & MO dyes by morphologically controlled Cerium oxide nanocubes under visible light Illumination. *Optik*, 154, 242–250. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2017.10.054>
- Liang, W., Li, J., & Jin, Y. (2012). Photo-catalytic degradation of gaseous formaldehyde by TiO₂/UV, Ag/TiO₂/UV and Ce/TiO₂/UV. *Building and Environment*, 51, 345–350. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2011.12.007>
- Liu, D. (2019). Escherichia coli. In *Encyclopedia of Microbiology* (Issue August). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-801238-3.02291-1>
- Liu, L. H., Wang, N. Y., Wu, A. Y. J., Lin, C. C., Lee, C. M., & Liu, C. P. (2018). Citrobacter freundii bacteremia: Risk factors of mortality and prevalence of resistance genes. *Journal of Microbiology, Immunology and Infection*, 51(4), 565–572. <https://doi.org/10.1016/j.jmii.2016.08.016>
- Liu, X., Li, Y., Zhou, X., Luo, K., Hu, L., Liu, K., & Bai, L. (2018). Photocatalytic degradation of dimethoate in Bok choy using cerium-doped nano titanium dioxide. 1–16.
- Malagi, I., Sampaio, S. C., Pinto, F. G. S., Rosa, D. M., & Dos Reis, R. R. (2020). Physicochemical quality of and Escherichia coli resistance profiles in urban surface waters. *Brazilian Journal of Biology*, 80(3), 661–668. <https://doi.org/10.1590/1519-6984.218915>
- Malato, S., Fernández-Ibáñez, P., Maldonado, M. I., Blanco, J., & Gernjak, W. (2009). Decontamination and disinfection of water by solar photocatalysis: Recent overview and trends. *Catalysis Today*, 147(1), 1–59. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2009.06.018>
- Malato, Sixto, Maldonado, M. I., Fernández-Ibáñez, P., Oller, I., Polo, I., & Sánchez-Moreno, R. (2016). Decontamination and disinfection of water by solar photocatalysis: The pilot plants of the Plataforma Solar de Almeria. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 42, 15–23. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2015.07.017>
- Mccullagh, C., Robertson, J. M. C., Bahnemann, D. W., & Robertson, P. K. J. (2007). The application of TiO₂ photocatalysis for disinfection of water contaminated with pathogenic micro-organisms: A review. *Research on Chemical Intermediates*, 33(3–5), 359–375. <https://doi.org/10.1163/156856707779238775>
- Meikle, T. G., Dyett, B. P., Strachan, J. B., White, J., Drummond, C. J., & Conn, C. E. (2020). Preparation, Characterization, and Antimicrobial Activity of Cubosome Encapsulated Metal



- Nanocrystals. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 12(6), 6944–6954. <https://doi.org/10.1021/acsami.9b21783>
- Miyauchi, M., Sunada, K., & Hashimoto, K. (2020). Antiviral effect of visible light-sensitive $\text{Cu}_2\text{O}/\text{TiO}_2$ photocatalyst. *Catalysts*, 10(9), 1–19. <https://doi.org/10.3390/catal10091093>
- Mondragón Herrera, A. A. (2021). *Nanopartículas de plata soportadas en $\text{Ti1-xCe}_x\text{O}_2$: síntesis y aplicación antibacterial* [Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo]. http://bibliotecavirtual.dgb.umich.mx:8083/xmlui/handle/DGB_UMICH/4776
- Moongraksathum, B., & Chen, Y. W. (2018). Anatase TiO_2 co-doped with silver and ceria for antibacterial application. *Catalysis Today*, 310(May), 68–74. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2017.05.087>
- Morgado, M. E., Jiang, C., Zambrana, J., Upperman, C. R., Mitchell, C., Boyle, M., Sapkota, A. R., & Sapkota, A. (2021). Climate change, extreme events, and increased risk of salmonellosis: foodborne diseases active surveillance network (FoodNet), 2004-2014. *Environmental Health: A Global Access Science Source*, 20(1), 1–11. <https://doi.org/10.1186/s12940-021-00787-y>
- Naciones Unidas. (2010). Resolución 64/292. El derecho humano al agua y al saneamiento. *Asamblea General de Las Naciones Unidas*, 660, 9–11. http://www.un.org/ga/search/view_doc.asp?symbol=A/RES/64/292&Lang=S
- Nekooie, R., Shamspur, T., & Mostafavi, A. (2021). Novel $\text{CuO}/\text{TiO}_2/\text{PANI}$ nanocomposite: Preparation and photocatalytic investigation for chlorpyrifos degradation in water under visible light irradiation. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 407, 113038. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2020.113038>
- Ondusko, D. S., & Nolt, D. (2018). *Staphylococcus aureus*. *Pediatrics in Review*, 39(6), 287–298. <https://doi.org/10.1542/pir.2017-0224>
- Ospina Lozano, E. J. (2018). Epidemiología sociocultural de los padecimientos gastrointestinales en niños y niñas del pueblo Nasa, Colombia. *Revista de La Universidad Industrial de Santander. Salud*, 50(4), 328–340. <https://doi.org/10.18273/revsal.v50n4-2018006>
- Pawar, M., Sentoğdular, S. T., & Gouma, P. (2018). A brief overview of TiO_2 photocatalyst for organic dye remediation: Case study of reaction mechanisms involved in Ce-TiO_2 photocatalysts system. *Journal of Nanomaterials*, 2018. <https://doi.org/10.1155/2018/5953609>
- Prado-Prone, G., Silva-Bermudez, P., Almaguer-Flores, A., García-Macedo, J. A., García, V. I., Rodil, S. E., Ibarra, C., & Velasquillo, C. (2018). Enhanced antibacterial nanocomposite mats by coaxial electrospinning of polycaprolactone fibers loaded with Zn-based nanoparticles. *Nanomedicine*:



Nanotechnology, Biology, and Medicine, 14(5), 1695–1706.

<https://doi.org/10.1016/j.nano.2018.04.005>

Ren, E., Zhang, C., Li, D., Pang, X., & Liu, G. (2020). Leveraging metal oxide nanoparticles for bacteria tracing and eradicating. *View*, 1(3), 20200052. <https://doi.org/10.1002/viw.20200052>

Rizzo, L. (2009). Inactivation and injury of total coliform bacteria after primary disinfection of drinking water by TiO₂ photocatalysis. *Journal of Hazardous Materials*, 165(1–3), 48–51. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.09.068>

Shad, A. A., & Shad, W. A. (2021). Shigella sonnei: virulence and antibiotic resistance. *Archives of Microbiology*, 203(1), 45–58. <https://doi.org/10.1007/s00203-020-02034-3>

Shang, J., Sun, Y., Zhang, T., Liu, Z., & Zhang, H. (2019). Enhanced antibacterial activity of Ag nanoparticle decorated ZnO nanorod arrays. *Journal of Nanomaterials*, 2019. <https://doi.org/10.1155/2019/3281802>

Shu, X. Q., & Shan, Z. Q. (2013). The application of modified nanometer titanium dioxide in degradation of methyl orange solution. *Advanced Materials Research*, 750–752, 1401–1404. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.750-752.1401>

Silver, S., Gupta, A., Matsui, K., & Lo, J. F. (1999). Resistance to Ag(I) cations in bacteria: Environments, genes and proteins. *Metal-Based Drugs*, 6(4–5), 315–320. <https://doi.org/10.1155/MBD.1999.315>

Thurman, R. B., Gerba, C. P., & Bitton, G. (1989). The molecular mechanisms of copper and silver ion disinfection of bacteria and viruses. *Environmental Control*, 184(4), 295–315. <http://www.tandfonline.com/action/journalInformation?journalCode=best20%0Ahttp://dx.doi.org/10.1080/10643388909388351>

Valodkar, M., Jadeja, R. N., Thounaojam, M. C., Devkar, R. V., & Thakore, S. (2011). In vitro toxicity study of plant latex capped silver nanoparticles in human lung carcinoma cells. *Materials Science and Engineering C*, 31(8), 1723–1728. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2011.08.001>

Vila, J., Álvarez-Martínez, M. J., Buesa, J., & Castillo, J. (2009). Microbiological diagnosis of gastrointestinal infections. *Enfermedades Infecciosas y Microbiología Clínica*, 27(7), 406–411. <https://doi.org/10.1016/j.eimc.2008.11.009>

Wang, H., Wang, Z., Hong, H., & Yin, Y. (2010). Preparation of cerium-doped TiO₂ film on 304 stainless steel and its bactericidal effect in the presence of sulfate-reducing bacteria (SRB). *Materials Chemistry and Physics*, 124(1), 791–794. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.07.063>

Yin, I. X., Zhang, J., Zhao, I. S., Mei, M. L., Li, Q., & Chu, C. H. (2020). The antibacterial mechanism of silver nanoparticles and its application in dentistry. *International Journal of Nanomedicine*, 15,



2555–2562. <https://doi.org/10.2147/IJN.S246764>

- Yu, J. C., Ho, W., Yu, J., Yip, H., Po, K. W., & Zhao, J. (2005). Efficient visible-light-induced photocatalytic disinfection on sulfur-doped nanocrystalline titania. *Environmental Science and Technology*, 39(4), 1175–1179. <https://doi.org/10.1021/es035374h>
- Yuan, F., Huang, Z., Yang, T., Wang, G., Li, P., Yang, B., & Li, J. (2021). Pathogenesis of *Proteus mirabilis* in Catheter-Associated Urinary Tract Infections. *Urologia Internationalis*, 105(5–6), 354–361. <https://doi.org/10.1159/000514097>
- Yuan, X., Liang, S., Ke, H., Wei, Q., Huang, Z., & Chen, D. (2020). Photocatalytic property of polyester fabrics coated with Ag/TiO₂ composite films by magnetron sputtering. *Vacuum*, 172, 109103. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2019.109103>
- Zhang, G., Wang, J., Zhang, H., Zhang, T., Jiang, S., Li, B., Zhang, H., & Cao, J. (2021). Facile synthesize hierarchical tubular micro-nano structured AgCl/Ag/TiO₂ hybrid with favorable visible light photocatalytic performance. *Journal of Alloys and Compounds*, 855, 157512. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157512>
- Zhang, X., Sun, H., Tan, S., Gao, J., Fu, Y., & Liu, Z. (2019). Hydrothermal synthesis of Ag nanoparticles on the nanocellulose and their antibacterial study. *Inorganic Chemistry Communications*, 100, 44–50. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2018.12.012>
- Zhu, J., Wang, T., Chen, L., & Du, H. (2021). Virulence Factors in Hypervirulent *Klebsiella pneumoniae*. *Frontiers in Microbiology*, 12(April), 1–14. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2021.642484>
- Zi-shang, C., Xiao-ping, L., Shuang-yuan, Z., Di, Z., Shan-min, Y., Xiao, Y., Jia-qi, Z., Huang-ying, W., & Jian-xin, L. (2018). Preparation, characterization and catalytic performance of Ag/Ce/La co-modified TiO₂ photocatalysts. *Ferroelectrics*, 522(1), 136–143. <https://doi.org/10.1080/00150193.2018.1392769>



APENDICE 1. COSTOS DEL MATERIAL

Material	925			
Reactivo	Costo (MXN)	Gramos de reactivo	g/mL empleados	Costo real \$
Butóxido de titanio (g)	2000.00	500	4.3916	\$17.57
Ácido cítrico (g)	70.00	1,000	7.2532	\$0.51
Etilenglicol (mL)	600.00	5,000	6.35	\$0.76
Nitrato de amonio cérico (g)	3780.00	100	0.0055	\$0.21
Agua desionizada (mL)	200.00	20,000	50	\$0.50
Nitrato de plata	4750.00	100	0.0822	\$3.90
TOTAL				\$23.45

Material	Ce5			
Reactivo	Costo (MXN)	Gramos de reactivo	g/mL empleados	Costo real \$
Ácido cítrico (g)	70	1000	3.37	0.235598584
Etilenglicol (mL)	600	5000	2.95	0.353779614
Nitrato de amonio cérico (g)	3780	100	3.19	120.3999674
Agua desionizada (mL)	200	20000	50	0.5
Nitrato de plata	4750	100	0.0822	3.9045
TOTAL				125.39

En las dos Tablas anteriores se presentan los costos de los materiales, en este caso los materiales 925 y Ce5, la cotización se realizó con precios al 30 de mayo de 2021, dicho costo no incluye el gasto energético, simplemente es un aproximado.