

Degradación fotocatalítica de ibuprofeno utilizando catalizador de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ preparados por el método sol-gel

Photocatalytic degradation of ibuprofen using $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ catalyst prepared by sol-gel method

Claudia A. Pozos-Escamilla¹, Gabriela Pérez-Osorio^{1,2*}, Juana D. Santamaría-Juárez²

(1) Posgrado en Ciencias Ambientales, Instituto de Ciencias, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Av. San Claudio S/N Ciudad Universitaria, C.P. 72570, Puebla, Puebla, México

(2) Facultad de Ingeniería Química, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Av. San Claudio S/N Ciudad Universitaria, C.P. 72570, Puebla, Puebla, México

*autor de correspondencia (gabriela.perez@correo.buap.mx)

Recibido 15/10/2024

Evaluado 17/11/2024

Aceptado 22/12/2024

<https://doi.org/10.65093/aci.v16.n1.2025.24>

RESUMEN

Fue utilizado el nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ como catalizador para la degradación de ibuprofeno un antiinflamatorio no esteroideo, mediante un proceso de fotocátalisis solar. El catalizador fue sintetizado por el método sol-gel y caracterizado por diferentes técnicas. El análisis de EDE confirmó una relación Ti:Si cercana a la teórica de 1:3, mientras que DRX evidenció la presencia de la fase anatasa de TiO_2 y la estructura amorfa de SiO_2 . Las micrografías obtenidas por MEB mostraron la morfología superficial del catalizador, y el análisis de adsorción-desorción de N_2 reveló isothermas tipo IV, características de materiales mesoporosos. Las pruebas fotocatalíticas bajo 8 horas de irradiación solar demostraron una degradación de ibuprofeno del 80-85%. Los espectros UV-Vis evidenciaron una disminución en la absorbancia del anillo aromático a 220 nm y un incremento en la absorbancia del grupo ácido carboxílico a 280 nm durante las 4 horas de irradiación solar del primer día, evidenciando la formación de subproductos intermedios, los cuales se eliminaron al concluir el proceso fotocatalítico durante las 4 horas del segundo día. Además, la constante de velocidad aparente ($k = 0.0295 \text{ min}^{-1}$) y la constante de adsorción ($k_{\text{ads}} = 0.0797 \text{ L/mg}$) confirmaron la eficiencia del nanomaterial, favorecida por la fuerte interacción con el catalizador.

Palabras clave: contaminantes emergentes, nanomateriales, luz solar, procesos avanzados de oxidación.

ABSTRACT

$\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ nanomaterial was employed as catalyst for degradation of non-steroidal anti-inflammatory drug ibuprofen through a solar photocatalysis process. The catalyst was synthesized by the sol-gel method and characterized using different techniques. EDS analysis confirmed a Ti:Si atomic ratio close to the theoretical 1:3, while XRD revealed the presence of anatase phase in TiO_2 and the amorphous structure of SiO_2 . SEM micrographs showed the catalyst morphology, and N_2 adsorption-desorption analysis revealed type IV isotherms, typical of mesoporous materials. Photocatalytic tests under 8 hours of solar irradiation demonstrated 80-85% ibuprofen degradation. UV-Vis spectra evidenced a decrease in aromatic ring absorbance at 220 nm and an increase in carboxylic acid absorbance at 280 nm during 4 hours of solar irradiation in the first day, indicating the formation of intermediate byproducts, which were eliminated by the end of the photocatalytic process during 4 hours of the second day. Besides, the apparent velocity rate constant ($k = 0.0295 \text{ min}^{-1}$) and the adsorption constant ($k_{\text{ads}} = 0.0797 \text{ L/mg}$) confirmed the efficiency of the nanomaterial, enhanced by the strong interaction with the catalyst.

Keywords: emerging contaminants, nanomaterials, solar light, advanced oxidation processes.

INTRODUCCIÓN

El ibuprofeno es un fármaco antiinflamatorio no esteroideo (AINE) de amplio uso, que se detecta con frecuencia en ecosistemas acuáticos debido a su elevado consumo y a la eliminación incompleta en las plantas de tratamiento de aguas residuales (Kumar & Pal, 2018). Diversos estudios han reportado la presencia de ibuprofeno en aguas superficiales, subterráneas e incluso en agua potable, en concentraciones que van desde nanogramos hasta microgramos por litro (Marbán *et al.*, 2023). La descarga continua de este fármaco en los cuerpos de agua genera importantes preocupaciones ambientales debido a sus posibles efectos tóxicos sobre los organismos acuáticos, entre los que se incluyen la disrupción endocrina, la bioacumulación y la interferencia con las comunidades microbianas (Moreno Ortiz, 2013).

Desde una perspectiva clínica, los productos farmacéuticos están diseñados para cumplir funciones fisiológicas específicas y resistir la inactivación hasta ejercer sus efectos terapéuticos previstos. Estas propiedades contribuyen a su baja biodegradabilidad y a los posibles efectos tóxicos que pueden tener en los ecosistemas acuáticos y terrestres. La introducción continua de estas sustancias en el medio ambiente provoca exposiciones prolongadas y aumenta la susceptibilidad a otras toxinas (Gil *et al.*, 2012).

El ibuprofeno se considera uno de los fármacos con mayor potencial de riesgo ambiental, ya que es un contaminante recalcitrante y de difícil degradación, con una toxicidad inhibitoria estimada entre el 30 y 60%. Esto se debe a que fue diseñado para ser metabólicamente estable en el organismo humano y cumplir con su función terapéutica, lo que también dificulta su biodegradación en el ambiente. Además, sus principales metabolitos como el 2-hidroxiibuprofeno y el 2-carboxiibuprofeno, presentan alta persistencia y resistencia a procesos de degradación en cuerpos de agua (Kumar *et al.*, 2018).

Además, este fármaco, se ha identificado como un disruptor endocrino, lo que significa que tiene la capacidad de interferir en los sistemas hormonales de organismos marinos, provocando alteraciones en la reproducción, crecimiento y comportamiento de especies acuáticas, por ejemplo, de acuerdo al estudio realizado por (Gauthier *et al.*, 2019), se ha observado que el ibuprofeno afectó el desarrollo embrionario de los peces, disminuyendo su tasa de supervivencia y alterando los patrones de locomoción.

Otro problema actual de este fármaco es la bioacumulación que causa hacia las especies marinas en donde pueden absorberlo a él y a sus metabolitos a través del agua, los cuales posteriormente son transferidos a organismos con niveles tróficos superiores (Migliore *et al.*, 2020).

Además, aunque las concentraciones de ibuprofeno en aguas residuales no suelen ser tan altas, se observa un efecto de inhibición en el crecimiento de los embriones en concentraciones mayores a 30 mg/L y sin evidencia de supervivencia en concentraciones mayores a 70 mg/L (Salcedo, 2021), por otro lado, se han reportado concentraciones de ibuprofeno en efluentes sin tratar entre 0.1 y 10 µg/L. En efluentes tratados se han encontrado concentraciones entre el 0.001 y 1 µg/L de acuerdo con (Laos Barrera *et al.*, 2019).

Dadas las limitaciones de los procesos convencionales de tratamiento de aguas residuales para eliminar eficazmente el ibuprofeno, los procesos avanzados de oxidación (PAOs) han surgido como una alternativa viable para su degradación (Han *et al.*, 2010). Entre estos, la fotocatálisis solar utilizando dióxido de titanio (TiO₂) y dióxido de silicio (SiO₂) ha demostrado ser eficaces para mineralizar contaminantes orgánicos en productos finales (Trianda *et al.*, 2024). Los fotocatalizadores TiO₂/SiO₂ mejoran el proceso de degradación incrementando el área superficial, optimizando la eficiencia fotocatalítica y facilitando una mejor dispersión en el agua (Ruggeri *et al.*, 2013).

La fotocatálisis solar basada en TiO₂ genera especies reactivas de oxígeno (ROS), como los radicales hidroxilos (•OH), que descomponen las moléculas de ibuprofeno (Ahmed *et al.*, 2025). La integración de SiO₂ en los fotocatalizadores de TiO₂ mejora la estabilidad, evita la aglomeración y aumenta la adsorción del ibuprofeno en la superficie del catalizador, favoreciendo una mayor eficiencia de degradación (Wang *et al.*, 2021).

Diversos estudios han mostrado la eficacia de TiO₂ en la degradación de ibuprofeno bajo luz solar, alcanzando hasta un 98% de eliminación en condiciones óptimas, y evidenciando la formación de productos intermedios como

el 4-isobutilacetofenona (Miranda *et al.*, 2021). Además del nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, otros materiales fotocatalíticos han sido evaluados, como óxido de zinc (ZnO), óxido de cerio (CeO_2), óxidos mixtos $\text{TiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ y TiO_2 dopado con metales nobles, todos ellos optimizando la eficiencia fotocatalítica mediante la generación de radicales y mejorando la superficie activa del catalizador (Sá *et al.*, 2021).

Asimismo, otros autores destacan el rendimiento de sistemas bimetálicos y multicomponentes: por ejemplo, Lin *et al.* (2019) reportaron que nanocompuestos $\text{TiO}_2\text{-BN}$ presentan una remoción de ibuprofeno del 80-85%, Kumar *et al.* (2018) lograron un 92% de remoción con heterojunciones $\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{TiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ bajo irradiación solar en 180 minutos, y Matoh *et al.* (2022) observaron una remoción aproximada del 85% utilizando recubrimientos $\text{TiO}_2/\text{P25}$ preparados por sol-gel, además de una reducción significativa del carbono orgánico total en agua.

El método sol-gel permite mejorar las propiedades texturales y la actividad fotocatalítica del nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$. La incorporación de SiO_2 mediante este método optimiza la estabilidad térmica, la dispersión del catalizador y la eficiencia del material frente a contaminantes emergentes. En el estudio de Kadiyala y Kumar (2025), se empleó el método sol-gel asistido con líquido iónico y dopaje con Cerio (Ce) y Fósforo (P) para sintetizar TiO_2 capaz de degradar colorantes y microorganismos bajo luz visible. Las condiciones óptimas incluyeron pH 3, dosis de catalizador de 0.10 g/L y concentración inicial de los colorantes (azul de metileno y rodamina) de 10 mg/L, logrando degradación completa en 60 minutos, además de actividad antibacteriana contra *Enterobacter aerogenes*, *Salmonella typhimurium* y antifúngica contra *Candida albicans*. Por otro lado, Utomo y Hidayat (2024) sintetizaron los nanomateriales $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ mediante el método sol-gel modificado con optimización de secado y monitoreo de energía, enfocándose en caracterización estructural y propiedades antibacterianas frente a *Staphylococcus aureus* y *Escherichia coli*.

En este contexto, el presente trabajo se centra en evaluar la capacidad del nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, sintetizado mediante sol-gel, para degradar ibuprofeno en agua mediante fotocátalisis solar.

MATERIALES Y MÉTODOS

Reactivos

Las tabletas de ibuprofeno (800 mg) de la marca Tabis Farma se utilizaron para la preparación de la solución stock del fármaco (10 ppm). Por su parte, el dióxido de titanio comercial (TiO_2) Degussa (P25), el tetraetilortosilicato (TEOS), el ácido fluorhídrico (HF) y el etanol todos de grado analítico y adquiridos de Sigma-Aldrich, se emplearon en la síntesis del catalizador, además, se utilizó agua destilada como reactivo para las etapas de hidrólisis y condensación del proceso sol-gel.

Inmovilización del catalizador

El nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ fue sintetizado por el método sol-gel, reportado por Masuda *et al.* (1990) y Bedolla & García-Rivero (2011). El diseño experimental incluyó la especificación de las cantidades y relaciones molares de los precursores (1:26:6) correspondiente a 1 de TEOS, 6 de etanol y 26 de agua. Se mezcló una solución de TEOS/agua desionizada (17.33 ml de TEOS (Tetraetilortosilicato, Sigma Aldrich 98%) / 40 ml de agua desionizada) con una solución de TiO_2 /Etanol (TiO_2 /23 ml de etanol, Sigma Aldrich 99%) por 30 minutos con agitación constante. Posteriormente se agregó gota a gota 1.67 ml de ácido fluorhídrico como agente gelificante (HF, Sigma Aldrich 90%) dentro de una campana extractora con flujo adecuado. La temperatura de la reacción se controló entre 80-90 °C con agitación constante hasta la formación del gel. Se dejó secar por evaporación a 100 °C durante 24 horas y como resultado se obtuvieron cristales pequeños. Finalmente, el polvo obtenido se calcinó a 650 °C por 4 horas y se guardaron en cajas oscuras hasta su caracterización.

Caracterización de los nanomateriales

La caracterización de los nanomateriales se llevó a cabo en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-5610LV (SEM) en modo Espectroscopia de Energía Dispersada (EED), para determinar la composición química elemental, así como para observar la morfología de las partículas mediante microscopía electrónica de barrido

(MEB). Las micrografías se obtuvieron de al menos tres áreas distintas. Asimismo, los nanomateriales fueron caracterizados por difracción de rayos X (XRD) utilizando un difractómetro con radiación de cobalto ($\lambda = 1.78901 \text{ \AA}$), operando a 40 kV y 35 mA, con un tamaño de paso de 0.0167° y un tiempo de paso de 45 segundos. Finalmente, se llevaron a cabo mediciones de adsorción-desorción de N_2 a -196°C para determinar el área superficial específica y de los nanomateriales empleando un equipo Micromeritics ASAP 2020.

Degradación fotocatalítica de ibuprofeno

El desempeño fotocatalítico del nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ se evaluó mediante la fotodegradación del fármaco bajo luz solar. Para alcanzar el equilibrio de adsorción-desorción, se preparó una solución de ibuprofeno (IBU) a 10 ppm, a la que se añadieron 50 mg/L de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ y se mantuvo en contacto durante 2 horas en oscuridad. Asimismo, se realizaron pruebas fotocatalíticas para los materiales individualmente y prueba de fotólisis al ibuprofeno para evaluar la interacción de la luz con el fármaco.

Posteriormente se colocó la solución con el catalizador en 4 matraces de 500 ml, sobre una base de aluminio reflejante con una inclinación aproximada a 19° y en agitación constante con orientación norte a sur, durante 4 horas de exposición de luz solar (11 am a 3 pm, durante 2 días), con aireación únicamente el segundo día mediante un difusor de aire (O_2 1.5L/min) para dispersar el catalizador y suministrar O_2 a las reacciones. Se realizó la prueba de fotólisis en la cual se considera el blanco analítico, ya que no contiene al catalizador y permite evaluar la interacción entre la radiación solar y el contaminante.

Para determinar el porcentaje de degradación del IBU en las muestras se tomaron alícuotas de 5 ml, cada 2 horas, y se verificó su degradación mediante espectrofotometría UV-Vis. Esta técnica se llevó a cabo con un equipo Perkin Elmer Lambda 25 UV/VIS. La remoción de ibuprofeno se determinó mediante la siguiente ecuación (ec. 1) y la curva de calibración (ec.2)-

$$D\% = \frac{(C_i - C_f)}{C_i} \times 100 \quad (1)$$

Donde, C_i y C_f , corresponden a las concentraciones iniciales y finales, respectivamente.

$$(y = 0.1125x + 17.49) \quad (2)$$

En donde y representa la absorbancia observada en los espectros UV-Vis y x la concentración del fármaco.

De la misma manera el cálculo de la distribución porcentual de los mecanismos de remoción se llevó a cabo utilizando las ec.1 y ec.2

Cinética

La cinética del proceso de fotodegradación mediante $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ se llevó a cabo utilizando un modelo pseudo-primer orden para reacciones heterogéneas, descrito por el modelo de Langmuir-Hinshelwood (ec. 3):

$$\frac{dC}{dt} = r = k \frac{k_{ads} C}{1 + k_{ads} C} \quad (3)$$

Donde r es la velocidad de reacción, C es la concentración del ibuprofeno, k_{ads} es la constante de adsorción y k es la constante de velocidad aparente. Integrando la ecuación para un reactor por lotes y linealizando, se obtiene la ec.4:

$$\frac{\ln\left(\frac{C}{C_0}\right)}{C - C_0} = \frac{m k_1 t}{V(C - C_0)} + k_2 \quad (4)$$

Donde m es la masa del catalizador, y V es el volumen donde fue llevada a cabo la reacción.

La ecuación mostrada tiene la forma de la ecuación de una recta ($y = mx + b$), así, al tratar los datos se puede ajustar la pendiente e intersección, obteniendo el valor de la constante de adsorción y de velocidad de reacción aparente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Caracterización

La Figura 1 muestran los resultados de EED del catalizador $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, los cuales indican que el oxígeno está presente en un 56.84%, el silicio en un 29.48% y el titanio en un 13.68%. Esto se debe al método sol-gel, que implica la hidrólisis de los precursores de titanio y silicio, generando potencialmente grupos hidroxilo (-OH) en la superficie del material. Estos grupos hidroxilo contribuyen a la señal de oxígeno observada en el análisis EED. Además, la síntesis mediante sol-gel puede considerarse un proceso verde, ya que utiliza agua como disolvente, reduciendo la necesidad de disolventes orgánicos tóxicos, disminuyendo el consumo de energía, operando a bajas temperaturas y sin generar residuos químicos (Merghes *et al.*, 2024).

Por otra parte, el silicio se encuentra en mayor proporción que el titanio, esto se debe a que actúa como soporte y la relación de síntesis se estableció en 1:3 ($\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$), lo que implica un contenido de sílice tres veces mayor que el titanio en términos de óxidos.

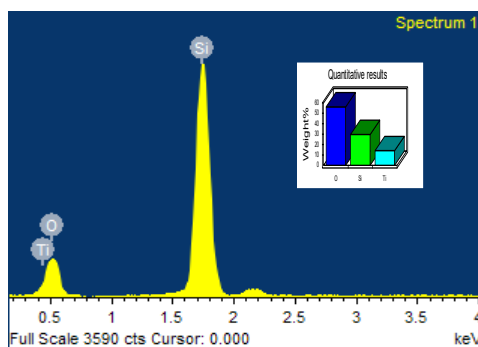


Fig. 1: Resultados EED para el catalizador $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$.

En la Figura 2 se muestran las micrografías de MEB del catalizador $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ tomadas con ampliaciones: (a) 5000X y (b) 3000X. En estas micrografías se pueden observar zonas oscuras de diferentes formas y tamaños que corresponden a la superficie de las partículas de mayor tamaño del SiO_2 y partículas de menor tamaño semi esféricas asociadas al TiO_2 . La proporción de síntesis de 1:3 ($\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$) corresponde a la proporción molar de los óxidos, lo que significa que el dióxido de silicio es tres veces más abundante que el dióxido de titanio, lo cual fue confirmado por el análisis EDS, que mostró una proporción atómica Ti:Si consistente con esta proporción teórica. En la Figura 2 (b) se puede observar que las partículas de TiO_2 no se distribuyen de manera homogénea sobre la superficie del SiO_2 lo cual concuerda con lo reportado según (Schaper *et al.*, 2018). Por otro lado, en el estudio de (Bellardita *et al.*, 2010), se reportó que las partículas de sílice actuaron como centros de nucleación para la precipitación de TiO_2 , independientemente del tipo de sílice y además la morfología reportada sobre $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ fue muy diferente respecto a la del soporte sin recubrimiento.

De acuerdo con el patrón de difracción de Rayos X (Figura 3), se puede observar la presencia del silicio amorfo por la pequeña curvatura al inicio del difractograma de 20° a 24° 2Theta. Los valores característicos de 2Theta determinados y los planos [hkl] para el catalizador son: 25.354° (101), 38.575° (112), 48.049° (200), 53.890° (105), 55.060° (211), 62.688° (204), 68.760° (116), 70.309° (220), 75.029° (215) los cuales corresponden a ficha JCPD Card No.21-1272, TiO_2 en fase anatasa, El soporte SiO_2 se caracteriza por ser amorfo, mientras que el TiO_2 tiene una clara cristalinidad. En comparación con (Bellardita *et al.*, 2010), ellos demostraron que el pico de anatasa se encuentra en los difractogramas de ambas muestras $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$.

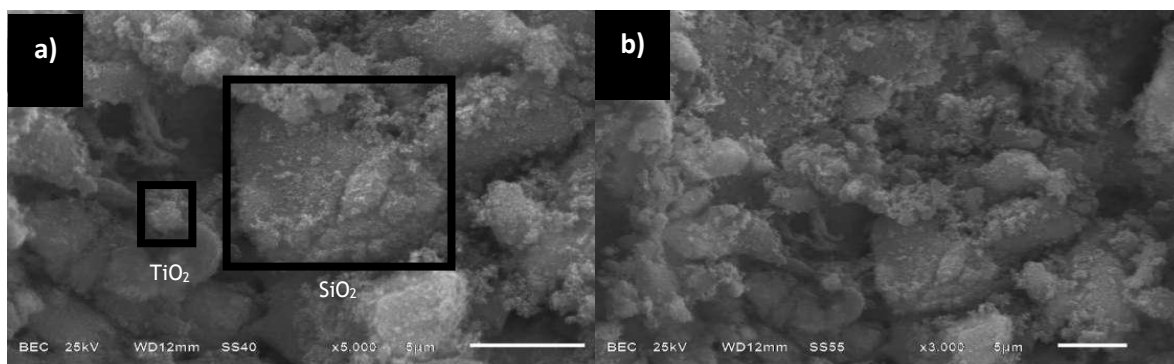


Fig. 2: Micrografías del catalizador $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$: (a) 5000X y (b) 3000X (X= amplificación).

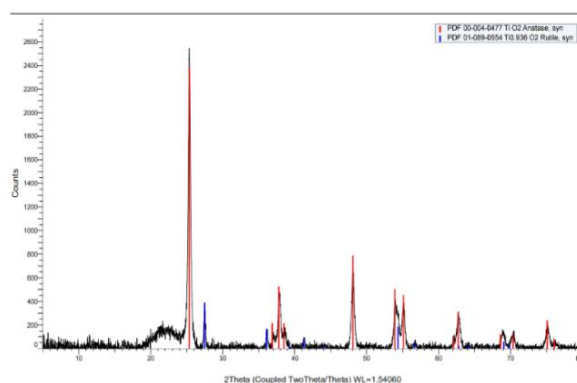


Fig. 3: Patrón de difracción de Rayos X de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ (JCPD Card No.21-1272)

Las isothermas de adsorción-desorción de N_2 del nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ sintetizado (Figura 4) corresponden al tipo IV según la clasificación de la IUPAC, que caracteriza a los materiales mesoporosos. De acuerdo con Chaker *et al.* (2020), se han reportado comportamientos similares para catalizadores de TiO_2 puro y TiO_2 mesoporoso dopado, que también exhiben isothermas tipo IV.

De acuerdo con el estudio de Kobayashi *et al.* (2005), los catalizadores $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ sintetizados mediante el método sol-gel y calcinados a altas temperaturas mostraron áreas superficiales específicas alrededor de $120 \text{ m}^2/\text{g}$.

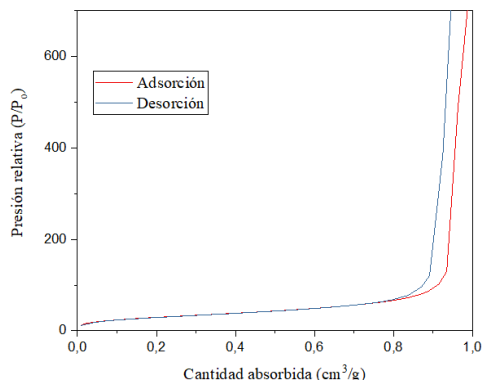


Fig. 4: Isothermas de adsorción-desorción de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ a 77 K.

En el presente trabajo, el material $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ presentó un área superficial de $117 \text{ m}^2/\text{g}$, lo que concuerda con los valores reportados en la literatura, confirmando que las condiciones de síntesis y calcinación aplicadas se encuentran dentro del rango esperado para este tipo de materiales.

Proceso fotocatalítico

La Figura 5 muestra la fotólisis del ibuprofeno. Se observa que la exposición a luz sin catalizador produce cambios mínimos en la concentración del contaminante, indicando que la luz por sí sola tiene un efecto limitado sobre la degradación del fármaco.

En el estudio realizado por Oliveira *et al.* (2021), se emplearon 30 mg/L de TiO_2 para degradar ibuprofeno a una concentración inicial de 20 ppm utilizando lámpara UV y a $\text{pH } 5.0$, se alcanzó una degradación completa (100%) en un tiempo de 5 minutos. Por otro lado, en el presente trabajo se utilizó una mayor concentración de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ (50 mg/L) para degradar ibuprofeno a 10 ppm , logrando una eficiencia de degradación del 85% bajo radiación solar. Aunque la tasa de degradación fue ligeramente menor, cabe destacar que en este trabajo se emplea luz solar natural, lo que representa una alternativa más sostenible y económica frente a la radiación UV artificial utilizada en el estudio mencionado.

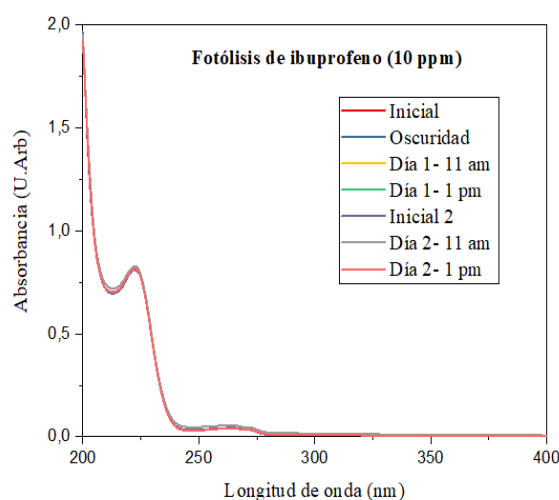


Fig. 5: Fotólisis de ibuprofeno

En la Figura 6 se muestran los espectros UV-Vis de una solución de ibuprofeno (10 ppm) con un pico máximo de absorción a 220 nm (característico del fármaco) durante el proceso fotocatalítico utilizando $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ como catalizador, después de 8 horas de exposición a la luz solar. El pH inicial disminuyó de 5.2 a 3.8 , lo que indica la formación de posibles intermediarios ácidos (ácidos carboxílicos) durante la degradación del ibuprofeno, consistente con la vía de oxidación fotocatalítica. Se observa una degradación del $85 \pm 2.12\%$ según la curva de calibración ($y = 0.1125x + 17.49$) y el cálculo de degradación mediante la ec.1 (ver Metodología).

Los espectros de absorción UV-Vis mostraron una disminución en la banda máxima de absorción del anillo aromático a 220 nm y un aumento en la banda máxima de absorción correspondiente al ácido carboxílico a 280 nm , lo que de acuerdo con Méndez-Arriaga *et al.* (2009) podría ser el compuesto 1-(4-acetilfenil)-2-metil-1-propanona (III) ya que este conserva el anillo aromático en su estructura posterior a la exposición fotocatalítica y presenta absorción cerca de 220 nm debido a sus transiciones electrónicas $\pi \rightarrow \pi^*$. Este posible subproducto aparece por primera vez el primer día a las $11:00 \text{ h}$ (línea amarilla) y persiste durante el período de exposición solar. Sin embargo, deja de ser detectable al segundo día a las $13:00 \text{ h}$ (línea rosa), indicando su degradación completa para ese momento.

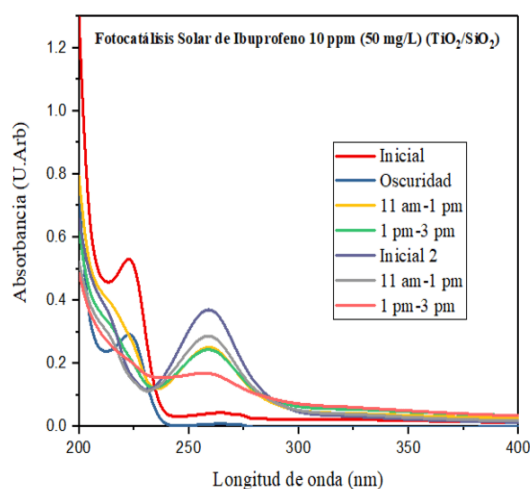


Fig. 6: Espectros de absorción UV-Vis de una solución de ibuprofeno (10 ppm), utilizando $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$

La Figura 7 muestra la degradación de IBU bajo luz solar, comparando dos condiciones: la fotólisis y la solución de IBU con catalizador. La línea azul representa el comportamiento de la solución de ibuprofeno a 10 ppm sin interacción con $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, con una remoción de 13.46%, mientras que la línea roja muestra el comportamiento al interactuar con el nanomaterial. En presencia de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, se observa una reducción significativa del 85%, demostrando la eficacia del catalizador en la degradación del ibuprofeno. Asimismo, la figura 7 muestra la interacción de la luz con el ibuprofeno en donde no se observa un cambio notable.

En comparación con (Jiménez-Salcedo *et al.*, 2019) los subproductos más comunes detectados durante la fotocatalisis del ibuprofeno fueron: 1-(4-etilfenil)-2-metilpropanona, 1-(4-isobutilfenil) etanol, 1-(4-etilfenil)-2-metilpropanona y 1-(4-acetilfenil)-2-metilpropanona, seguidos por procesos de decarboxilación. Estos subproductos también han sido reportados por Méndez-Arriaga *et al.* (2009), quienes mencionan que la degradación del ibuprofeno con TiO_2 bajo radiación solar simulada se produce principalmente mediante un proceso mediado por radicales $\cdot\text{OH}$.

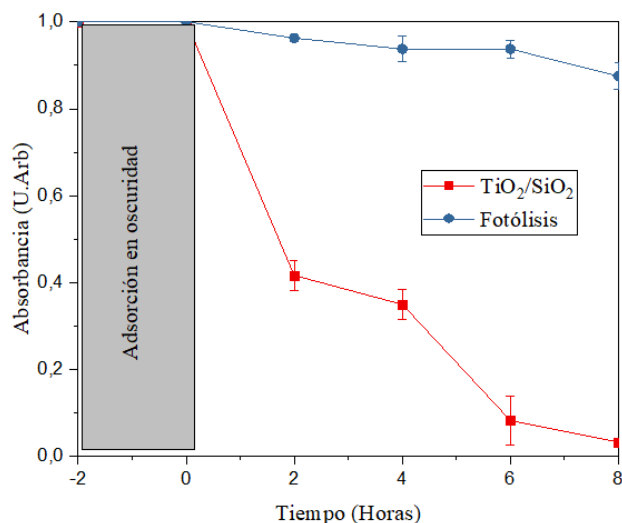


Fig. 7: Fotodegradación de ibuprofeno utilizando $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$.

Tabla1. Porcentajes de degradación de ibuprofeno

	% de degradación
Blanco	4±1.5
TiO ₂ /SiO ₂	85±2.12
TiO ₂	90.5±3.5
SiO ₂	41.5±2.12

La Tabla 1 presenta los porcentajes de degradación del ibuprofeno con diferentes materiales. El control (blanco) no presentó un valor alto en la degradación del ibuprofeno, lo que indica que el ibuprofeno en contacto con la luz no presenta una degradación significativa bajo las condiciones experimentales. El TiO₂ comercial presentó el valor más alto de degradación (90.5 ± 3.5%), lo cual era esperado dada su alta actividad fotocatalítica y su valor de band gap (3.2 eV) y el amplio uso documentado en la literatura para la degradación de contaminantes emergentes (Rashid *et al.*, 2024).

El sistema TiO₂/SiO₂ sintetizado por el método sol-gel alcanzó una degradación de 85 ± 2.12%, un valor menor que el TiO₂ (Tabla 1), pero con ventajas adicionales debido a la incorporación de SiO₂. De acuerdo a (Sá *et al.*, 2021) el SiO₂ favorece la dispersión de las nanopartículas de TiO₂, reduce la aglomeración y el apantallamiento y contribuye a la formación de una estructura mesoporosa tipo IV, lo que mejora la adsorción del fármaco sobre la superficie catalítica. Además, en este estudio se reportó que sistemas TiO₂ soportados en SiO₂ mantienen eficiencias fotocatalíticas comparables a las del TiO₂ puro, pero con mayor estabilidad y reutilización en ciclos consecutivos.

Por otro lado, el SiO₂ mostró una degradación moderada (41.5 ± 2.12%) (Tabla 1) atribuida principalmente a procesos de adsorción en lugar de reacciones fotocatalíticas, dado que este material carece de la banda prohibida adecuada para generar pares electrón-hueco bajo irradiación solar (8.9 eV). Este comportamiento también ha sido descrito por Godawat *et al.* (2016), quienes reportaron que el SiO₂ puede retener parcialmente moléculas orgánicas, contribuyendo a la reducción inicial de contaminantes, pero sin capacidad de mineralización.

Distribución porcentual de los mecanismos de remoción

Los porcentajes de remoción de ibuprofeno atribuibles a fotólisis, adsorción en oscuridad y fotocátalisis neta (Figuras 5, 6 y 7) se calcularon a partir de los datos experimentales obtenidos y de la curva de calibración previamente establecida para el fármaco. La fotólisis se evaluó mediante un blanco (solución inicial de ibuprofeno) sin catalizador y expuesto a la irradiación solar al mismo tiempo que las muestras (Figura 5), la adsorción se determinó mediante el contacto del catalizador con la solución en oscuridad (Figura 7), y la fotocátalisis mediante la combinación de luz solar y catalizador (Figura 7).

Restando los efectos de fotólisis y adsorción de la remoción total observada bajo fotocátalisis se obtuvo la contribución neta de la fotocátalisis. Así, los porcentajes obtenidos fueron 5% para fotólisis, 20% para adsorción y 60% para fotocátalisis neta, mostrando que la mayor parte de la degradación del ibuprofeno se debe a la actividad fotocatalítica del material TiO₂/SiO₂.

Estudio de la cinética

La Tabla 2 presenta la constante de velocidad aparente (k) y la constante de adsorción (k_{ads}) para TiO₂/SiO₂ a una concentración de 50 mg/L. El valor de k (0.029509 min⁻¹) indica una tasa de degradación eficiente del ibuprofeno bajo las condiciones estudiadas, mientras que el valor de k_{ads} (0.079707 L/mg) indica una alta capacidad de adsorción, la cual mejora la interacción entre el ibuprofeno y el catalizador, favoreciendo su degradación. Estos resultados demuestran que, de acuerdo con Jiménez-Salcedo *et al.* (2019), el TiO₂/SiO₂ es un material eficaz para la eliminación de ibuprofeno del agua.

Tabla 2: Constante de velocidad aparente y adsorción de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$

$\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ 50 mg/L	k	0.029509
	k_{ads}	0.079707

Desempeño

Se comparó el desempeño de los nanomateriales con los resultados reportados por otros autores en la Tabla 3.

Tabla 3: Comparación del desempeño de diferentes materiales mediante fotocátalisis para la degradación de ibuprofeno.

Catalizador	Cantidad de catalizador (mg/L)	Tiempo de degradación (Horas)	Porcentaje de degradación (%)	Condiciones	Cantidad de IBU (mg)	Tipo de luz	Referencia
TiO_2	134.5	4	50%	Cambios en pH (2.5, 5 y 12). T= 25 °C	200	UV/LED	Jiménez-Salcedo <i>et al.</i> (2019)
TiO_2	30	0	99%	Cambios en pH (5). T= 25 °C	20	UV/LED	Miranda <i>et al.</i> (2021)
$\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$	50	4	78%	T= 25 °C	500	Luz solar	Alawi <i>et al.</i> (2017)
TiO_2	100	4	98%	pH=7	20	Luz solar	Chaker <i>et al.</i> (2020)
$\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$	50	8	85%	T = 25 °C	10	Luz solar	Este trabajo

Al comparar los estudios previos sobre degradación fotocatalítica de ibuprofeno, se observa que los catalizadores TiO_2 puros alcanzan porcentajes de degradación muy altos (>98%) en tiempos relativamente cortos bajo luz solar o UV, especialmente a pH cercanos a neutro (Jiménez-Salcedo *et al.*, 2019; Miranda *et al.*, 2021; Chaker *et al.*, 2020). Por su parte, los sistemas $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, aunque presentan porcentajes ligeramente menores (78-85%), muestran ventajas en estabilidad y dispersión del catalizador, permitiendo su eficiencia incluso bajo irradiación solar directa y con bajas cantidades de contaminante (Alawi *et al.*, 2017; este trabajo). Estos resultados destacan que el sistema $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ estudiado en este trabajo combina buena eficiencia de degradación con condiciones experimentales prácticas y sostenibles, reforzando su aplicabilidad para tratamientos de agua.

CONCLUSIONES

El presente trabajo de investigación demuestra que el nanomaterial $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$, sintetizado por el método sol-gel y caracterizado mediante EDE, MEB, DRX y Ads-Des N_2 , presenta una estructura anatasa bien definida y una superficie mesoporosa favorable para interacciones catalíticas. Los ensayos de fotocátalisis solar mostraron una degradación del ibuprofeno del 85%, donde la fotocátalisis neta representó la mayor contribución, mientras que la adsorción y la fotólisis fueron menores. La monitorización mediante espectros UV-Vis evidenció la formación de subproductos como el compuesto 1-(4-acetilfenil)-2-metil-1-propanona (III) que se eliminó al finalizar del proceso fotocatalítico, confirmando la eficacia y estabilidad del nanomaterial. Este estudio respalda el potencial de $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ como un catalizador eficiente, sostenible y de bajo costo para la remoción de fármacos en aguas residuales y la mitigación de contaminantes emergentes como los fármacos.

AGRADECIMIENTOS

A la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación (Secihti) por el apoyo financiero otorgado para la realización de este trabajo de investigación con número de CVU 1285806.

REFERENCIAS

- Ahmed, Y., Dutta, K.R., Akhtar, P., Hossen, M.A., Alam, M.J., Alharbi, O.A., et al. (2025). Emerging strategies in the sustainable removal of antibiotics using semiconductor-based photocatalysts. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 16, 264-285. <https://doi.org/10.3762/bjnano.16.21>
- Alawi, M.A., Alahmad, W.R. & Al-Fogha'a, B.T. (2017). Photocatalytic degradation of diclofenac and ibuprofen by $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/(\text{Ru}, \text{N})$ catalysts under sun light in solar bath-like system. *Fresenius Environmental Bulletin*, 26 (5), 3685-3691.
- Bedolla, R. & García-Rivero, M. (2011). Immobilization of *Aspergillus niger* sp. in sol gel and its potential for production of xylanases. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 57 (1), 6-11. <https://doi.org/10.1007/s10971-010-2314-6>
- Bellardita, M., Addamo, M., Di Paola, A., Marci, G., Palmisano, L., Cassar, L., et al. (2010). Photocatalytic activity of $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ systems. *Journal of Hazardous Materials*, 174 (1-3), 707-713. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.09.108>
- Chaker, H., Fourmentin, S., & Chérif-Aouali, L. (2020). Efficient Photocatalytic Degradation of Ibuprofen under Visible Light Irradiation Using Silver and Cerium Co-Doped Mesoporous TiO_2 . *ChemistrySelect*, 5 (38), 11787-11796. <https://doi.org/10.1002/slct.202002730>
- Gauthier, J. M., Downing, J. A., & Sappington, K. G. (2019). Effects of pharmaceuticals in the environment: Ecotoxicology and regulatory frameworks. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 38 (4), 812-821. <https://doi.org/10.1002/etc.4412>
- Gil, J.M., Soto, M.A., Usma, I.J. & Gutierrez, D.O. (2012). Contaminantes emergentes en aguas, efectos y posibles tratamientos. *Producción Más Limpia*, 7 (22), 52-73. http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552012000200005
- Godawat, R., Ameta, R. & Kothari, S. (2016). *A study on the effect of untreated and TiO_2 treated Orange G solution on the growth and biochemical parameters of Allium cepa (onion)*. Department of Chemistry, PAHER University. Udaipur, India. <https://www.tsijournals.com/articles/a-study-on-the-effect-of-untreated-and-tio2-treated-orange-g-solution-on-the-growth-and-biochemical-parameters-of-allium.pdf>
- Han, S., Choi, K., Kim, J., Ji, K., Kim, S., Ahn, B., et al. (2010). Endocrine disruption and consequences of chronic exposure to ibuprofen in Japanese medaka (*Oryzias latipes*) and freshwater cladocerans *Daphnia magna* and *Moina macrocopa*. *Aquatic Toxicology*, 98 (3), 256-264. <https://doi.org/10.1016/j.aquatox.2010.02.013>
- Jiménez-Salcedo, M., Monge, M. & Tena, M.T. (2019). Photocatalytic degradation of ibuprofen in water using TiO_2/UV and g-C $_{3}\text{N}_4$ /visible light: Study of intermediate degradation products by liquid chromatography coupled to high-resolution mass spectrometry. *Chemosphere*, 215, 605-618. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.10.053>
- Kadiyala, N., & Kumar, P. (2025). Ionic liquid mediated sol gel method for fabrication of TiO_2 - SiO_2 nanocomposites with enhanced photocatalytic activity. *ACS Omega*, 10 (1), 1234-1242. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c07743>
- Kobayashi, M., Kuma, R., Masaki, S. & Sugishima, N. (2005). TiO_2 - SiO_2 and $\text{V}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$ - SiO_2 catalyst: Physico-chemical characteristics and catalytic behavior in selective catalytic reduction of NO by NH_3 . *Applied Catalysis B: Environmental*, 60 (3-4), 173-179. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2005.02.030>

- Kumar, A. & Pal, D. (2018). Antibiotic resistance and wastewater: Correlation, impact and critical human health challenges. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6, 52-58. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2017.11.059>
- Kumar, A., Khan, M., Zeng, X., & Lo, I. M. C. (2018). Development of g-C₃N₄/TiO₂/Fe₃O₄@SiO₂ heterojunction via sol-gel route: A magnetically recyclable direct contact Z-scheme nanophotocatalyst for enhanced photocatalytic removal of ibuprofen from real sewage. *Journal of Hazardous Materials*, 344, 1-12. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2017.10.037>
- Laos Barrera, L.M. (2019). Reducción de la concentración de ibuprofeno en una muestra de agua sintética, mediante fotocatálisis heterogénea (Trabajo de suficiencia profesional). Universidad Nacional Tecnológica de Lima Sur. Recuperado de <http://repositorio.untels.edu.pe/jspui/handle/123456789/211>
- Lin, L., Zhang, Y. & Wang, H. (2019). Adsorption and photocatalytic oxidation of ibuprofen using nanocomposites of TiO₂ nanofibers combined with BN nanosheets. *Science of the Total Environment*, 650, 132-141. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.09.157>
- Marbán, G., Fernández-Pérez, A. & Álvarez-García, S. (2023). Ultraviolet light spectroscopic characterization of ibuprofen acid aggregation in deionized water. *Heliyon*, 9 (11), e21260. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e21260>
- Masuda, R., Takahashi, W. & Ishii, M. (1990). Particle size distribution of spherical silica gel produced by sol-gel method. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 121 (1-3), 389-393. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(90\)90163-G](https://doi.org/10.1016/0022-3093(90)90163-G)
- Matoh, L., Žener, B., Kovačić, M., Kušić, H., Arčon, I., Levstek, M., et al. (2022). Photocatalytic sol-gel/P25 TiO₂ coatings for water treatment: Degradation of 7 selected pharmaceuticals. *Ceramics International*, 49 (14), 24395-24406. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.09.204>
- Méndez-Arriaga, F., Maldonado, M. I., Giménez, J., Esplugas, S. & Malato, S. (2009). Abatement of ibuprofen by solar photocatalysis process: Enhancement and scale up. *Catalysis Today*, 144 (1-2), 112-116. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2009.01.028>
- Merghes, P., Ilia, G., Maranescu, B., Varan, N. & Simulescu, V. (2024). The Sol-Gel Process, a green method used to obtain hybrid materials containing phosphorus and zirconium. *Gels*, 10 (10), 656. <https://doi.org/10.3390/gels10100656>
- Migliore, L., Panzica, S., & Baldini, M. (2020). Bioaccumulation of pharmaceutical pollutants in aquatic organisms: Environmental risk assessment. *Environmental Pollution*, 264, 114720. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.114720>
- Miranda, M.O., Cavalcanti, W.E.C., Barbosa, F.F., de Sousa, J.A., Silva, F.I., & Braga, T.P. (2021). Photocatalytic degradation of ibuprofen using titanium oxide: Insights into the mechanism and preferential attack of radicals. *RSC Advances*, 11(16), 9371-9380. <https://doi.org/10.1039/D1RA04340D>
- Moreno Ortiz, V. C. (2013). Los medicamentos de receta de origen sintético y su impacto en el medio ambiente. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 44 (4), 17-29. https://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S1870-01952013000400003&script=sci_abstract
- Oliveira, M., Cabral, W.E., Fernandes, F., de Souza, J.A., da Silva, F.I., Pergher, S.B.C., et al. (2021). Photocatalytic degradation of ibuprofen using titanium oxide: Insights into the mechanism and preferential attack of radicals. *RSC Advances*, 11 (34), 20886-20897. <https://doi.org/10.1039/D1RA04340D>

- Rashid, R., Shafiq, I., Gilani, M. R. H. S., Maaz, M., & Akhter, P. (2024). Advancements in TiO₂-based photocatalysis for environmental remediation: Strategies for enhancing visible-light-driven activity. *Chemosphere*, 349, 140703. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2023.140703>
- Ruggeri, G., Ghigo, G., Maurino, V., Minero, C. & Vione, D. (2013). Photochemical transformation of ibuprofen into harmful 4-isobutylacetophenone: Pathways, kinetics, and significance for surface waters. *Water Research*, 47 (16), 6109-6121. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2013.07.031>
- Sá, A.S., Feitosa, R.P., Honório, L., Peña-Garcia, R., Almeida, L.C., Dias, J.S., *et al.* (2021). A brief photocatalytic study of ZnO containing cerium towards ibuprofen degradation. *Materials*, 14(19), 5891. <https://doi.org/10.3390/ma14195891>
- Salcedo, M. J. (2021). *Photocatalytic degradation of pharmaceuticals in water: Design of nanocatalysts and study of by-products and mechanism* [Tesis de máster, Universidad de La Rioja]. Repositorio Institucional de la Universidad de La Rioja. <https://investigacion.unirioja.es/documentos/6184c37d2b9f274a4b5b097d>
- Schaper, J.L., Posselt, M., McCallum, J.L., Banks, E.W., Hoehne, A., Meinikmann, K., *et al.* (2018). Hyporheic exchange controls fate of trace organic compounds in an urban stream. *Environmental Science & Technology*, 52 (20), 12285-12294. <https://doi.org/10.1021/acs.est.8b03117>
- Trianda, Y., Adityosulindro, S. & Moersidik, S. S. (2024). *Ibuprofen as an emerging contaminant of concern: Occurrence in Southeast Asia water environment*. E3S Web of Conferences, 530, 02007. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202453002007>
- Utomo, R.S.B. & Hidayat, T. (2024). TiO₂/SiO₂ nanocomposite via a novel sol-gel method. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 145, 106556.
- Wang, P., Bu, L., Wu, Y., Ma, W., Zhu, S. & Zhou, S. (2021). Mechanistic insight into the degradation of ibuprofen in UV/H₂O₂ process via a combined experimental and DFT study. *Chemosphere*, 267, 128883. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.128883>

