

Universidad Nacional de Ingeniería

Facultad de Ingeniería Química y Textil



TESIS

Proceso electro-Fenton y remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética

Para obtener el título profesional de Ingeniero Químico.

Elaborado por

Giroshi Roberth Reyes Villar

 <https://orcid.org/0000-0002-9633-6734>

Asesor

M.Sc. Alex Willy Pilco Nuñez

 <https://orcid.org/0000-0002-3911-6428>

TOMO I DE I

LIMA – PERÚ

2024

Citar/How to cite	Reyes Villar [1]
Referencia/Reference	[1] G. Reyes Villar, " <i>Proceso electro-Fenton y remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidas en un agua residual sintética</i> " [Tesis de pregrado]. Lima (Perú): Universidad Nacional de Ingeniería, 2024.
Estilo/Style: IEEE (2020)	

Citar/How to cite	(Reyes, 2024)
Referencia/Reference	Reyes, G. (2024). <i>Proceso electro-Fenton y remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidas en un agua residual sintética</i> . [Tesis de pregrado, Universidad Nacional de Ingeniería]. Repositorio institucional Cybertesis UNI.
Estilo/Style: APA (7ma ed.)	

Dedicatoria

Este trabajo está dedicado para Elisa, quien me acompañó desde el primer día en esta aventura profesional y estuvo en mi pensamiento durante el desarrollo de esta tesis que si bien hoy en día no estas físicamente, pero te guardo en mi corazón lo único que faltó madre fue que leyeras esta presentación. A Haelly una pequeña que se privó de horas de juego por las noches con su padre con el objetivo que el siga desarrollando lo que hoy en día es una realidad, no olvidare la frase ¡papá yo te acompañó en la computadora porque no quiero dormir sin ti!

A kumiko por su apoyo, consejos, dedicación por estar siempre presente y ser la madre física que hoy en día no la tenemos a nuestro lado, A Yanne, Pillar y mis sobrinos para que sirva de motivación y logren lo que otros no logran ya que nosotros mismos somos nuestra única limitación. A Thalia mi compañera de vida por sus consejos y ser la motivación por crecer juntos profesionalmente.

Agradecimientos

Mi agradecimiento al Vicerrectorado de Investigación de la Universidad Nacional de Ingeniería y en especial a la Facultad de Ingeniería Química y Textil por el uso de sus instalaciones para los ensayos experimentales.

Resumen

Este estudio tiene por objetivo reducir los compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética compuestos por fenol y ciclohexano, para ello se recurrió a procesos de oxidación avanzada denominado proceso electro-Fenton, que consiste mezclar H_2O_2 y iones de Fe^{2+} sobre una muestra de Na_2SO_4 a una concentración de 0.05 M a fin de producir radicales hidroxilos, quienes tienen alto poder oxidante. Se produjo una cantidad equivalente de $20 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de H_2O_2 en un tiempo de 240 min, bajo un potencial en el cátodo de 0.7 V, mientras que la producción de iones de Fe^{2+} se realizó con una eficiencia anódica del 98.48%, bajo una corriente asociada de 0.52 A; posterior a la producción conjunta del peróxido y iones de Fe^{2+} se logró descomponer $127 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de fenol y $8000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ ciclohexano bajo una relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w obteniéndose como resultado un valor de DQO de $0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ en el menor tiempo posible incluso de manera inmediata.

Palabras clave - electro-Fenton, remoción de compuestos refractarios, oxidación avanzada, radical hidroxilo.

Abstract

The objective of this study is to reduce the refractory organic compounds contained in a synthetic wastewater composed of phenol and cyclohexane, for which an advanced oxidation process called electro-Fenton process was used, which consists of mixing H_2O_2 and Fe^{2+} ions on a Na_2SO_4 sample at a concentration of 0.05 M in order to produce hydroxyl radicals, which have a high oxidizing power. An equivalent amount of $20 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ of H_2O_2 was produced in a time of 240 min, under a cathode potential of 0.7 V, while the production of Fe^{2+} ions was performed with an anodic efficiency of 98.48%, under an associated current of 0.52 A; after the joint production of peroxide and Fe^{2+} ions, $127 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ of phenol and $8000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ cyclohexane were decomposed under a ratio $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w, obtaining as a result a COD value of $0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ in the shortest possible time, even immediately.

Keywords - electro-Fenton, removal of refractory compounds, advanced oxidation, hydroxyl radical.

Tabla de Contenido

	Pág.
Resumen.....	v
Abstract.....	vi
Introducción.....	xiv
Capítulo I. Parte introductoria del trabajo	1
1.1 Generalidades.....	1
1.2 Descripción del problema de investigación.....	1
1.2.1 Problema general.....	2
1.2.2 Problema específico.....	2
1.3 Objetivos del estudio	3
1.3.1 Objetivo general.....	3
1.3.2 Objetivos específicos	3
1.4 Antecedentes investigativos	3
1.4.1 Internacionales.....	3
1.4.2 Nacionales	7
Capítulo II. Marcos teórico y conceptual.....	10
2.1 Marco teórico	10
2.1.1 Proceso de oxidación avanzada	10
2.1.2 Proceso Fenton.....	13
2.1.3 Oxidación electroquímica.....	18
2.1.4 Proceso electro-Fenton.....	18

2.1.5	Electrogeneración de peróxido de hidrógeno	21
2.1.6	Producción electrolítica de hierro	22
2.2	Marco conceptual	23
2.2.1	Hierro	23
2.2.2	Peróxido de hidrógeno	23
2.2.3	Radical hidroxilo.....	23
2.2.4	Efluente.....	24
2.2.5	Compuestos orgánicos refractarios.....	24
2.2.6	Demanda química de oxígeno.....	24
2.2.7	Parámetro químico.....	25
2.2.8	Agua residual sintética	25
2.2.9	Celda electrolítica	25
2.2.10	Ley de Faraday	26
2.2.11	Eficiencia anódica	27
capítulo III. Hipótesis y variables		29
3.1	Hipótesis	29
3.1.1	Hipótesis general	29
3.1.2	Hipótesis específica	29
3.1.3	Operacionalización de la variable.....	29

capítulo IV. Desarrollo del trabajo de investigación	31
4.1 Diseño metodológico.....	31
4.2 Población y muestra.....	31
4.3 Lugar de estudio y periodo desarrollado.....	31
4.4 Instrumentos para la recolección de información Materiales y/o Equipos	31
4.4.1 Equipos.....	31
4.4.2 Reactivos	32
4.4.3 Tiras reactivas.....	32
4.5 Construcción de celda electrolítica	33
4.6 Desarrollo experimental.....	35
4.7 Procedimiento experimental	36
4.7.1 Primera etapa: producción del H ₂ O ₂	36
4.7.2 Segunda etapa: determinación de la eficiencia anódica.....	38
4.7.3 Tercera etapa: Producción del reactivo Fenton	40
4.7.4 Cuarta etapa: Remoción del contaminante sintético fenol.....	41
4.7.5 Quinta etapa: Remoción del contaminante sintético ciclohexano	43
4.7.6 Cuarta etapa: Remoción de la mezcla de contaminante sintético fenol- ciclohexano	45
Capítulo V. Análisis y discusión de resultados.....	47
5.1 Análisis de resultado	47
5.1.1 Análisis de eliminación del fenol usando el reactivo Fenton.....	47
5.1.2 Análisis de eliminación del ciclohexano usando el reactivo Fenton ...	50

5.1.3 Análisis de eliminación de la mezcla fenol y ciclohexano usando el reactivo Fenton.....	53
5.2 Discusión de resultados	57
Conclusiones.....	60
Recomendaciones.....	61
Referencias bibliográficas	62

Lista de Tablas

	Pág.
Tabla 1: <i>Potenciales de oxidación</i>	10
Tabla 2: <i>Principales tecnologías de oxidación avanzada</i>	13
Tabla 3: <i>Matriz de operacionalización de variable</i>	30
Tabla 4: <i>Parámetros operaciones durante la saturación del medio con O₂</i>	38
Tabla 5: <i>Parámetros operaciones en la producción del H₂O₂</i>	38
Tabla 6: <i>Parámetros operaciones en la producción del Fe²⁺</i>	39
Tabla 7: <i>Datos de cálculo de eficiencia anódica para una corriente de 0.32A</i>	39
Tabla 8: <i>Datos de cálculo de eficiencia anódica para una corriente de 0.52A</i>	39
Tabla 9: <i>Parámetros de las condiciones iniciales</i>	40
Tabla 10: <i>Parámetros operaciones en la producción del reactivo Fenton</i>	40
Tabla 11: <i>Parámetros operaciones la etapa de descomposición del fenol</i>	42
Tabla 12: <i>Parámetros operaciones la etapa de descomposición del ciclohexano</i>	44
Tabla 13: <i>Parámetros operaciones descomposición de la mezcla fenol-ciclohexano</i>	46

Lista de Figuras

	Pág.
Figura 1: <i>Mecanismo de reacción del proceso Fenton</i>	15
Figura 2: <i>Mecanismo del proceso electro-Fenton</i>	20
Figura 3: <i>Prototipo de celda electrolítica con ducto para ingreso de aire</i>	33
Figura 4: <i>Modelo de celda electrolítica y configuración</i>	37
Figura 5: <i>Decaimiento en la eliminación del fenol para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w</i>	47
Figura 6: <i>Decaimiento en la eliminación del fenol para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/5 w/w</i>	48
Figura 7: <i>Decaimiento en la eliminación del fenol para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w</i>	49
Figura 8: <i>Decaimiento en la eliminación del fenol a diferentes relaciones de Fe^{2+}/H_2O_2 (w/w)</i>	50
Figura 9: <i>Decaimiento en la eliminación del ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w</i>	50
Figura 10: <i>Decaimiento en la eliminación del ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/5 w/w</i>	51
Figura 11: <i>Decaimiento en la eliminación del ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w</i>	52
Figura 12: <i>Decaimiento en la eliminación del ciclohexano a diferentes relaciones de Fe^{2+}/H_2O_2 (w/w)</i>	53
Figura 13: <i>Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w</i>	54
Figura 14: <i>Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/5 w/w</i>	55
Figura 15: <i>Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w</i>	56

Figura 16: *Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano a diferentes relaciones de Fe^{2+}/H_2O_2 (w/w).*57

Introducción

El tratamiento de contaminantes refractarios es un desafío en los últimos años, debió a su resistencia a la biodegradación y difícil descomposición mediante tratamientos primarios y/o secundarios. Entre estos contaminantes son el fenol y ciclohexano que son contaminantes con características carcinogénicas, debido a la resistencia de la degradación que presenta es necesario de técnicas mucho mas eficaces, para ello se encuentran un grupo de procedimientos llamado procesos de oxidación avanzadas entra la cual se encuentra el proceso electro-Fenton que consiste en producir sobre una celda electrolítica una determinada cantidad especifica de H_2O_2 y iones de hierro que al combinarse generan radical hidroxilo que es altamente oxidante con capacidad de degradar compuestos orgánicos y refractarios.

Para que la descomposición de los contaminantes sea lo más eficaz posible, deben controlarse variables operativas como la relación Fe^{2+}/H_2O_2 y la duración de la descomposición.

Capítulo I. Parte introductoria del trabajo

1.1 Generalidades

Los procesos de oxidación avanzada entre uno de ellos el proceso electro-Fenton, permite descomponer compuestos recalcitrantes que son difícil de descomponer mediante tratamientos primarios y/o secundarios. Este tratamiento presenta mejoras respecto al tratamiento Fenton convencional debido a la menor producción de lodo y la producción in situ de los reactivos.

1.2 Descripción del problema de investigación

Las aguas residuales principalmente las de origen petroquímico, contienen gran cantidad de compuestos orgánicos altamente contaminantes, que muy difícilmente son removidos por técnicas de procesamiento de aguas contaminadas, tanto primarias y secundarias (Clemente et al., 2014) . Estos compuestos son aromáticos (fenoles) y cíclicos (benceno, tolueno, xileno, ciclohexano propio de la industria petrolera); con características carcinogénicas y mutagénicas, entre otros tipos de hidrocarburos incluidos los pigmentos que por lo general tiene estructuras químicas muy complejas. El llamado proceso Fenton, que consiste en mezclar sales de Fe^{2+} con una cantidad específica de peróxido de hidrógeno para crear el radical oxidrilo $OH\bullet$, altamente oxidante, es considerado un proceso avanzado de oxidación (por sus siglas denominado POA) que merece la pena estudiar porque son más eficaces y también pueden oxidar compuestos orgánicos refractarios.

El uso del POA ha aumentado en las últimas décadas debido a su eficacia en la remediación de aguas contaminadas industriales, debido a que tienen la capacidad de inducir alteraciones importantes en la estructura química de los contaminantes, lo que facilita su degradación (Salas & Ale, 2008), debido a su alta adaptabilidad, estos métodos también se encuentran entre las opciones más eficaces y atractivas para la degradación de efluentes tóxicos desde un punto de vista con el cuidado al medio ambiente (Anaya, 2019).

El método Fenton se ha estudiado en el Perú para el tratamiento de aguas contaminadas, principalmente aquellas que proceden de una planta de refino de crudo y de contaminantes provenientes de las textilerías (Salas & Ale, 2008). Sin embargo, los POA no se utilizan ampliamente a pesar de su gran potencial, es por ello por lo que aún no se ha desarrollado los parámetros operacionales del proceso electro-Fenton (López et al., 2017).

Dado que el proceso Fenton convencional presenta algunas limitaciones producto de su incapacidad a mineralizar compuestos orgánicos presente en el agua (Gamarra & La Rosa, 2014), por la alta generación de lodos producto de la gran cantidad de sales de hierro que se necesita, siendo a la vez un tratamiento muy costoso, para evitar estos problemas se sugiere un nuevo proceso llamado electro-Fenton donde los reactivos Fenton son generados continuamente (Gonawala, 2014) y se ha sido necesario encontrar las variables del proceso para la generación in situ de reactivos Fenton. Entre ellas, la concentración necesaria de Fe^{2+} y H_2O_2 , siendo el último un compuesto respetuoso con el entorno ambiental y que puede reaccionar como oxidante. La ventaja de producirlo electroquímicamente es que se genera cuando se necesita, lo que elimina la necesidad de transporte, almacenamiento y seguridad del proceso, ya que no requiere manipulación y funciona a condiciones ambientales de presión y temperatura (Nava et al., 2012).

Se pretende encontrar aquellos parámetros de proceso adecuados para reducir eficazmente sustancias químicas como el fenol y compuestos aromáticos como el ciclohexano, habituales en los efluentes del sector de extracción de petróleo, por ejemplo, en una refinería.

1.2.1 Problema general

¿En qué medida el proceso electro-Fenton influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética?

1.2.2 Problema específico

¿En qué medida la relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética?

¿En qué medida la relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/5 w/w influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética?

¿En qué medida la relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/10 w/w influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética?

1.3 Objetivos del estudio

En la siguiente sección se describe los objetivos generales y específicos del presente trabajo de investigación.

1.3.1 Objetivo general

Determinar el efecto del proceso electro-Fenton en la remoción de compuestos orgánico-refractarios contenidos en un agua residual sintética.

1.3.2 Objetivos específicos

Determinar el efecto en la relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w con la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

Determinar el efecto en la relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/5 w/w con la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

Determinar el efecto en la relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/10 w/w con la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

1.4 Antecedentes investigativos

1.4.1 Internacionales

Chávez et al. (2013) estudiaron la generación electroquímica in situ del reactivo Fenton, también conocido como método electro-Fenton (EF), con el objetivo de lograr que se pueda llevar la conversión del oxígeno disuelto en cátodo a peróxido de hidrógeno (H_2O_2) selectivamente en un pH ácido de acuerdo a lo indicado en la ecuación (16), y por medio de ello presentar la eficacia de los procesos en la remediación de aguas ($\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$) a través del estudio de la degradación del colorante azoico naranja de metilo. Las pruebas fueron realizadas sobre una planta de bajo flujo ($V=3$ L), se emplearon una probeta de boro

dopado con diamante en el cátodo operando a densidad de corriente constante, temperatura ambiente y caudal de líquido de $12 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, empleada para la producción in-situ de H_2O_2 sobre un medio ácido (pH igual a 3) para promover el tratamiento EF. Se evaluó la capacidad de estos procedimientos para descomponer el colorante azoico comercial naranja de metilo. El análisis por HPLC reveló niveles traza de ácidos carboxílicos producidos, incluidos los ácidos ascórbico, benzoico, cítrico, maleico y oxálico. Se demostró la viabilidad de generar H_2O_2 de manera eficiente en el medio utilizando un cátodo de diamante dopado con boro para la reducción de oxígeno. Los resultados indican que el colorante naranja de metilo fue eliminado rápidamente durante los primeros minutos del tratamiento. Este proceso logró una decoloración superior al 80% bajo condiciones óptimas, con una energía consumida de $7.66 \text{ kWh}\cdot\text{m}^{-3}$. Además, la eficacia en la degradación del colorante se verificó mediante análisis por cromatografía líquida de alta resolución (HPLC).

Brillas & Casado (2002) estudiaron los métodos electro-Fenton y peroxi-coagulación a fin de evaluar la degradación de 10 - 30 L. de una solución que contiene 1000 ppm de anilina con 0.05 M de Na_2SO_4 a pH igual a 3.0 y $40 \text{ }^\circ\text{C}$ a corriente constante hasta 20 A, demostrando la creación de H_2O_2 mediante la reducción de dos electrones del oxígeno en el cátodo, que se acumula con una eficiencia de corriente entre el 60% y el 80% en las etapas iniciales de la electrólisis llevada a cabo con un ánodo de Ti/Pt, utilizando un reactor piloto de flujo en modo de recirculación con una celda de filtro prensa que contiene un ánodo y un cátodo de difusión de oxígeno, ambos con un área de 100 cm^2 . En presencia de 1 mM de Fe^{2+} se acumula menos H_2O_2 , pero no se detecta utilizando un ánodo de Fe. El proceso electro-Fenton con 1 mM Fe^{2+} y un ánodo de Ti/Pt o DSA produce un polímero violeta insoluble, mientras que el carbono orgánico total (COT) soluble se elimina gradualmente, alcanzando una degradación del 61% después de 2 h a 20 A. Llegaron a la conclusión de que los radicales hidroxilos producidos en solución como resultado de la interacción del Fe^{2+} con el H_2O_2 oxidan preferentemente los contaminantes en este

tratamiento. Dado que ciertos productos intermedios se coagulan con el precipitado de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ producido, el proceso de peroxi-coagulación con ánodo de hierro tiene un mayor poder degradante y puede eliminar más del 95% de los contaminantes a 20 A. Los modestos costes energéticos de ambos procesos de oxidación electroquímica avanzada (POEA) aumentan a medida que se incrementan la corriente aplicada y la duración de la electrólisis.

Marin et al. (2012) realizaron una investigación para determinar cómo afectaban la corriente aplicada y el pH a la producción de peróxido de hidrógeno (H_2O_2), que se produce por electrogeneración a partir de la reducción del oxígeno disuelto. Las barras de grafito sirvieron de cátodo y ánodo en el experimento, que se llevó a cabo durante 180 minutos en una solución acuosa de Na_2SO_4 (0.05 M) utilizando una célula que no estaba dividida. Según los resultados, la aplicación de una corriente de 1.6 mA ($0,25 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$) a un pH de 3 dio los mejores resultados para optimizar la generación de H_2O_2 , alcanzando los $9 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

Apaydin (2014) con el fin de evaluar la reducción de la demanda química de oxígeno (DQO) de las aguas residuales de la industria textil en condiciones experimentales discontinuas, se estudió el proceso electro-Fenton (EF). En un tanque de equalización de una industria textil en la región de Mármara en Turquía se obtuvieron muestras de agua residual con una DQO media de $590 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. Se utilizó un reactor discontinuo con dos electrodos de hierro para tratar las muestras de agua residual. Para los experimentos de EF se utilizó una potencia eléctrica constante de 24 W, un pH de 3 y varias dosis de H_2O_2 de 313, 626, 940 y $1253 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. Para cada prueba de EF se calculó la cantidad de energía utilizada por masa de DQO eliminada ($\text{kW}\cdot\text{kg}^{-1}$). A medida que se reducía la dosis de H_2O_2 , aumentaba la eliminación de DQO. El H_2O_2 de $313 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ presentó la mejor eficacia de tratamiento, eliminando casi el 85% de la DQO en diez minutos de tiempo de reacción. Los resultados demostraron que podría considerarse una técnica sustitutiva del proceso EF en el tratamiento de aguas residuales textiles.

Do et al. (2017) investigaron los efectos del pH, el voltaje aplicado, el electrolito de soporte, la separación entre electrodos y las dosis de catalizador mediante el proceso electro-Fenton a una espuma metálica recubierta de grafito como ánodo y magnetita como cátodo para la decoloración del azul de metileno (AM) en solución acuosa. La solución utilizada para las pruebas experimentales tenía una concentración de AM de $10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. Según los resultados, este cátodo fue capaz de eliminar el azul de metileno con una tasa de eliminación superior al 99,8% a 10 ppm tras 60 minutos y superior al 95.2% a 50 ppm tras 120 minutos de reacción. El voltaje óptimo para la eliminación del azul de metileno resultó ser de 2 V. Otra característica crucial del sistema que muestra una mayor eliminación de AM a 4.5 cm es la distancia entre los electrodos internos. Además, no habría deterioro del rendimiento si estos cátodos se reutilizaran al menos tres veces. Debido a la alta capacidad de degradación, la recuperación simple y la alta reutilización, las espumas metálicas recubiertas de magnetita es un cátodo eficaz para los métodos electro-Fenton cuando se aplican para eliminar los tintes inmerso en agua contaminadas.

Panizza & Cerisola (2008) examinó la electrogeneración de H_2O_2 en una solución de baja fuerza iónica para evaluar el impacto de la temperatura ($15\text{-}60 \text{ }^\circ\text{C}$), la configuración de la célula (dividida o no dividida), la corriente aplicada ($15\text{-}45 \text{ mA}\cdot\text{cm}^{-2}$) y el pH de la solución (4-10) sobre la velocidad de generación de H_2O_2 en una solución que contenía $0.05 \text{ M Na}_2\text{SO}_4$. Para determinar la generación máxima de H_2O_2 a distintas corrientes aplicadas, se llevó a cabo una investigación experimental. Eligieron las variables respuestas a la concentración de H_2O_2 generado electrolíticamente. Los resultados experimentales mostraron que en una solución de Na_2SO_4 0.05 M se puede producir H_2O_2 con una eficiencia satisfactoria de 53%. A la vez se obtuvo una mayor tasa de producción en una celda de dos compartimentos aumentando el pH, la densidad de corriente y disminuyendo la temperatura del medio. Se obtuvo una eficiencia mucho menor (es decir, 30%) utilizando la celda no dividida, porque, en estas condiciones, el peróxido de hidrógeno electro generado se descompuso por acción anódica en el electrodo de Pt.

Dominguez et al. (2018) investigaron la descomposición completa del Lindano mediante un sofisticado método de oxidación electroquímica conocido como proceso electro-Fenton, que utiliza fieltro de carbono (FC) como cátodo y boro dopado con diamante como ánodo. Esto se hizo con el fin de maximizar el impacto de los parámetros operativos primarios, incluyendo la concentración inicial de contaminantes ($5.0-10.0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$), la concentración de catalizador ($0.0-0.5 \text{ mM}$), y la intensidad de corriente aplicada ($50-1000 \text{ mA}$) mediante un estudio experimental para obtener la mayor degradación del Lindano. Según los resultados experimentales, la corriente aplicada más práctica fue de 400 mA . Además, la descomposición de H_2O_2 en radicales hidroxilos se promueve eficazmente con concentraciones de catalizador (Fe^{2+}) tan bajas como 0.05 mM , lo que aumenta la eficacia del proceso y reduce la participación de procesos parásitos. El rendimiento del procedimiento no se ve afectado por la concentración inicial de contaminantes. La descomposición completa de $10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de solución de Lindano y la eliminación del 80% del carbono orgánico total (COT) se alcanzaron tras 15 minutos de funcionamiento y 4 horas, respectivamente, en condiciones de funcionamiento ideales.

1.4.2 Nacionales

Salas & Ale (2008) realizó una investigación a fin de evaluar la viabilidad del tratamiento de las aguas contaminadas producidas por el lavado cáustico en proveniente de una refinería de petróleo utilizando el reactivo de Fenton ($\text{H}_2\text{O}_2/\text{Fe}^{2+}$) en el proceso de oxidación avanzada (POA). Para el experimento se utilizó una muestra de esta agua residual, que tenía un contenido inicial de fenoles totales de $1800 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ y una demanda química de oxígeno (DQO) de $20.160 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$. Las variables de interés fueron la DQO y los fenoles totales. Los resultados mostraron que, cuando se utilizaba a pH 4, el reactivo Fenton podía eliminar el 90% de la DQO y el 99% de los fenoles.

Valderrama et al. (2016) optimizaron el uso del sistema Fenton en el tratamiento de lixiviados del vertedero sanitario «Aguas de las Vírgenes» mediante la realización de un examen del sistema. Para identificar las condiciones ideales para el procedimiento, se aplicó a las muestras el diseño experimental Box-Behnken en conjunto con el enfoque de superficie de respuesta, las cuales fueron tratadas en un sistema de frasco agitado. Se evaluaron las siguientes características: conductividad, sólidos totales, turbidez, alcalinidad, dureza, pH, concentraciones de Pb y Cd, y DQO₅. Los resultados identificaron valores óptimos en dos periodos climáticos: durante la temporada de lluvias (pH = 3.19, FeSO₄ = 1645.55 mg·L⁻¹, H₂O₂ = 1096.55 mg·L⁻¹) y en la temporada de estiaje (pH = 3.26, FeSO₄ = 1788.61 mg·L⁻¹, H₂O₂ = 1180.83 mg·L⁻¹). El índice de biodegradabilidad alcanzado fue de 0.568 en época de lluvias y 0.329 en estiaje, con una remoción aproximada del 42% de la DQO en ambos periodos, demostrando la eficiencia del sistema Fenton bajo diferentes condiciones estacionales.

Salas (2010) examinó la producción in situ de (OH•) con el fin de determinar las mejores condiciones para utilizar procesos de oxidación sofisticados más especialmente, los procesos Fenton para proporcionar un sustituto eficaz en la eliminación de la materia orgánica proveniente de efluentes residuales. Tras un tratamiento físico químico, se utilizó para los experimentos una muestra de aguas residuales procedentes de una fábrica textil con una concentración inicial de demanda química de oxígeno (DQO) de 1700 mg·L⁻¹. Los resultados mostraron que el 97% de la DQO se redujo a concentraciones de pH 3 de [Fe²⁺] = 200 mg·L⁻¹ y [H₂O₂] = 3612 mg·L⁻¹ durante 40 minutos.

Angel & Maynard (2010) examinaron la utilización de ánodos de fieltro de grafito recubiertos de hierro para crear las condiciones de producción y utilización de electrodos de grafito modificados por deposición de hierro usado en la remediación del ácido palmítico en medio acuoso, así como para regular electroquímicamente la cantidad de agente coagulante en forma del par Fe²⁺/Fe³, se ensayó el tratamiento electroquímico de

emulsiones sintéticas de ácido palmítico estabilizadas en medio acuoso, los valores iniciales de DQO se situaron entre 724.17 y 731.83 mg·L⁻¹, y la turbidez fue de 88 NTU. Para la caracterización se emplearon las técnicas de microscopía SEM-EDS y difracción de rayos X (DRX) para caracterizar el espécimen del ánodo. Según los resultados, se formó geotita (α -FeO.OH, 40% en masa) durante la etapa de deposición catódica a corrientes entre 5 y 20 mA·cm⁻². Esto dio lugar a una reducción del 75% de la deposición catódica. El resultado fue una reducción del 75% de la DQO y turbidez nefelométrica de aproximadamente el 90% en el transcurso de 30 minutos de tratamiento.

Capítulo II. Marcos teórico y conceptual

2.1 Marco teórico

2.1.1 Proceso de oxidación avanzada

Aquellos métodos de tratamiento terciario fundamentados en la generación de especímenes con alto potencial oxidante son los denominados procesos avanzados de oxidación (POA) que tiene como principio descomponer compuestos difíciles de eliminar contenidos en un agua contaminada (Castañeda, 2014).

Los métodos fisicoquímicos que sustentan los procesos de oxidación avanzada (POA) tienen la capacidad de producir cambios profundos en la composición química de los contaminantes. Esto se consigue creando y utilizando especies transitorias con un poder oxidante excepcional, como el radical hidroxilo ($\text{OH}\cdot$), que puede romper los enlaces químicos de las moléculas contaminantes y contribuir a su descomposición en compuestos menos peligrosos y más sencillos para el medio ambiente. Este método funciona muy bien en el tratamiento de sustancias químicas orgánicas complejas y no biodegradables presentes en las aguas contaminadas (Forero et al., 2005).

Los POA producen la degradación de los contaminantes biológicamente persistentes en presencia de especies altamente reactivas como el fluor, radicales hidroxilos y peróxido de hidrógeno mencionados en la Tabla 1. El radical hidroxlio ($\text{OH}\cdot$) posee un alto potencial de oxidación ($E^0 = 2.8 \text{ V}$), mayor que el de otros oxidantes tal es el O_3 ($E^0 = 2.07 \text{ V}$) o el Cl_2 ($E^0 = 1.36 \text{ V}$). Esto lo hace un oxidante inestable, no selectivo y potente en comparación con otros agentes, y reacciona eficientemente para fragmentar los contaminantes orgánicos en productos finales como el CO_2 y H_2O (Oturán & Aaron, 2014).

Tabla 1

Potenciales de oxidación

Especie	Potencial de oxidación (V)
Yodo	0.54
Bromo	1.09
Cloro	1.36

Ácido hipoiódoso	1.45
Ácido hipocloroso	1.49
Dióxido de cloro	1.57
Ácido hipo bromoso	1.59
Permanganato	1.68
Radical Per hidroxilo	1.7
Peróxido de hidrógeno	1.78
Ozono	2.07
Oxígeno atómico	2.4
Radical hidroxilo (OH•)	2.8
Fluor	3.03

Nota: Potenciales de oxidación de especies altamente oxidantes (Forero et al., 2005).

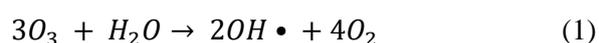
Existe en la actualidad un gran número de POA para producir el radical hidroxilo, entre ellos podemos destacar al proceso Fenton, Ozonización, fotólisis, entre otros.

Proceso de oxidación avanzada basado en radicales hidroxilos. En comparación con el electrodo de referencia más utilizado, el electrodo de calomelano saturado (ECS), el radical hidroxilo es el agente oxidante más reactivo en el tratamiento del agua, con un potencial de oxidación que oscila entre 2.8 V (pH = 0) y 1.95 V (pH = 14). Con constantes de velocidad que oscilan entre $10^8 - 10^{10}$ M·s⁻¹, el radical hidroxilo interactúa rápidamente con una gran variedad de sustancias y presenta un comportamiento muy poco selectivo. Los radicales hidroxilos emplean cuatro estrategias básicas para eliminar los contaminantes orgánicos: (1) Adición de radicales, (2) Abstracción de hidrógeno, (3) Transferencia de electrones y (4) Combinación de radicales (Deng & Zhao, 2015).

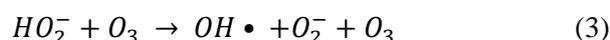
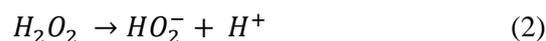
A través de sus interacciones con moléculas orgánicas, se producen radicales centrados en el carbono (R• o R-OH•). La presencia de oxígeno puede transformar estos radicales centrados en el carbono en radicales piroxilos orgánicos (ROO•). Las reacciones posteriores de todos los radicales dan lugar a la producción de especies altamente reactivas, como el superóxido (O_2^-) y el H_2O_2 , que hacen que estas moléculas orgánicas se degraden químicamente e incluso se mineralicen.

Dado que tienen una vida útil limitada, los radicales hidroxilos sólo se producen in situ durante la aplicación utilizando diversos métodos, como la irradiación (luz UV o ultrasonidos), catalizadores (Fe^{2+}) y combinaciones de agentes oxidantes (H_2O_2 y O_3). A continuación, se ofrece un resumen conciso de los principales métodos de generación de radicales hidroxilos para el tratamiento de aguas residuales. Debido a su corta vida útil, los radicales hidroxilos sólo se crean in situ durante la aplicación utilizando diversas técnicas, como mezclas de agentes oxidantes (H_2O_2 y O_3), irradiación (luz UV o ultrasonidos) y iones Fe^{2+} como catalizadores. Se presentan de manera resumida los mecanismos de generación de radicales hidroxilos en los principales procesos de oxidación avanzada utilizados para tratar aguas contaminadas (Deng & Zhao, 2015).

Ozonización Como demuestra la Tabla 1 contra ECS, el ozono (O_3) tiene un potencial de oxidación de 2.07 V, lo que lo convierte en un potente oxidante por sí mismo. Además, en la oxidación directa del O_3 , un proceso selectivo con constantes medias de velocidad de reacción de $1.0 \times 10^{-10} \text{ M}\cdot\text{s}^{-1}$, el O_3 interactúa preferentemente con la forma ionizada y disociada de las moléculas orgánicas más que con la forma neutra. A veces, la síntesis de $\text{OH}\cdot$ a partir del O_3 inicia una oxidación indiscriminada (reacciones indirectas). Para explicar la compleja creación de $\text{OH}\cdot$, se han propuesto varios procedimientos exactos. A continuación, se describe la reacción habitual que se produce cuando se forma $\text{OH}\cdot$ en un medio alcalino con un pH superior a 7 (Deng & Zhao, 2015):



El rendimiento del $\text{OH}\cdot$ puede mejorar significativamente en presencia de otros oxidantes o radiaciones. Un claro ejemplo está en el sistema formado por ($\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}_2$), donde la producción de $\text{OH}\cdot$ y la descomposición del O_3 se ven reforzadas por el hidroperóxido (HO_2^-) generado por la descomposición del H_2O_2 (Deng & Zhao, 2015):



POA basada en irradiación ultravioleta.

En presencia de oxidantes o catalizadores, los fotones pueden iniciar radicales hidroxilos. El dióxido de titanio (TiO₂) es un semiconductor del tipo RO y es el catalizador más utilizado, como se ha demostrado, las partículas de TiO₂ se energizan para generar electrones negativos con capacidad reductora en la banda de conducción (e^{+_{cb}}) y huecos positivos con capacidad oxidante en la banda (hv^{+_{vb}}) (Deng & Zhao, 2015):



Tabla 2

Principales tecnologías de oxidación avanzada

Ultrasonido	Foto catálisis heterogénea
Plasma no térmico	Fotólisis/ Fenton
Oxidación electroquímica	Ultravioleta/ ozono
Proceso Fenton	Ultravioleta/ peróxido de hidrógeno
Ozono/peróxido de hidrógeno	Fotólisis ultravioleta de vacío (UVV)
Ozonización	Oxidación en agua sub/ supercrítica

Nota: Tecnologías del proceso de oxidación avanzada (Forero et al., 2005).

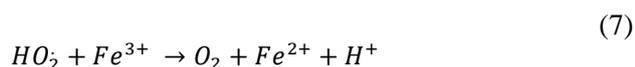
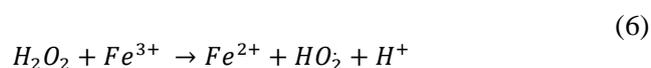
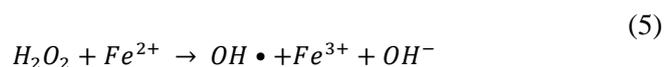
2.1.2 *Proceso Fenton*

La combinación de peróxido de hidrógeno y sal de sulfato de hierro, conocida como «reactivo Fenton», es muy eficaz para oxidar diversos materiales orgánicos. A partir de un método de oxidación tradicional para tratar muestras simuladas de aguas residuales con moléculas orgánicas puras, el proceso de oxidación de Fenton se ha convertido en un

conjunto de métodos que combinan distintas fuentes de energía y otros fenómenos (Sani et al., 2020).

El reactivo de Fenton, del que informó inicialmente Henry J. Fenton en 1894, consiste en la descomposición catalítica del peróxido de hidrógeno por iones ferrosos, lo que lo convierte en uno de los procedimientos de oxidación avanzada más utilizados en el tratamiento de aguas residuales (Hermosilla et al., 2009).

La reacción química entre el peróxido de hidrógeno y los iones ferrosos, en la que el ion ferroso funciona como catalizador homogéneo, es la base de la técnica de Fenton. Mediante este proceso se producen radicales hidroxilos ($\text{OH}\cdot$), que son sustancias extremadamente reactivas que pueden descomponer eficazmente las moléculas orgánicas. Para explicar este proceso se pueden utilizar las siguientes ecuaciones:



En la reacción Fenton mostrada en la ecuación (5), el $\text{OH}\cdot$ se genera a partir del H_2O_2 mientras que el Fe^{2+} se oxida a hierro férrico a un pH de alrededor de 3, el Fe^{3+} se puede reducir con H_2O_2 para completar la circulación de los catalizadores de hierro para su posterior activación como se describe en las ecuaciones (6) y (7) (Hu et al., 2019).

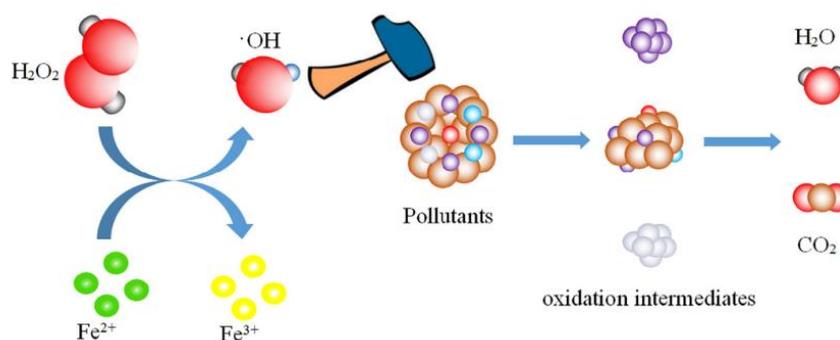
La principal ventaja del reactivo Fenton radica en la facilidad de manejo de sus componentes y en su capacidad para ofrecer resultados superiores en comparación con otros procesos fisicoquímicos cuando se aplica a lixiviados provenientes del mismo relleno sanitario (Mendez et al., 2010). El problema que presenta el reactivo Fenton convencional es la alta generación de lodos y baja eficiencia en la reducción de contaminantes que

contengan alto contenido de DQO. Con el objetivo de superar estos problemas se plantea los procesos electro-Fenton que se desarrolla en una celda electrolítica donde los reactivos Fenton se están constantemente regenerando (Gonawala, 2014).

El método Fenton es capaz de destruir residuos recalcitrantes y contaminantes orgánicos tóxicos y se basa en la producción de $\text{OH}\cdot$ reactivos a causa de la interacción entre el H_2O_2 y Fe^{3+} a un pH óptimo de 3-4. Además de la alta eficiencia de eliminación de sustancias recalcitrantes y toxicas en Fenton también es importante lograr una alta mineralización evitando la acumulación de productos intermedios que pueden ser más recalcitrantes que los compuestos de partida (Wang et al., 2020).

Figura 1

Mecanismo reacción del proceso Fenton



Nota: Una revisión del proceso Fenton para el tratamiento de aguas residuales orgánicas basado en perspectiva de optimización (Zhang et al., 2019).

Entre las principales variantes al proceso Fenton se puede mencionar a los siguientes procesos:

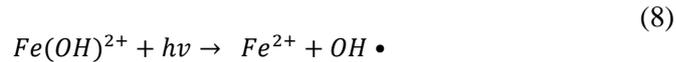
Fenton heterogéneo. Para superar las limitaciones del proceso Fenton convencional -a saber, su restringido intervalo de pH de trabajo y la elevada generación de lodos ferrosos- se ha estudiado ampliamente el proceso Fenton heterogéneo. El catalizador Fe^{2+} del sistema Fenton homogéneo se sustituye por un catalizador sólido que contiene componentes catalíticos activos en el sistema

Fenton heterogéneo. Esto aumenta el intervalo de pH operativo, disminuye la cantidad de lodos de hierro generados y evita la lixiviación de los iones de hierro al permitir que las reacciones catalíticas de Fenton se produzcan en el sitio activo de la superficie del catalizador sólido. Los resultados muestran que la presencia de especies de hierro catalíticamente activas y la estructura del catalizador heterogéneo, que favorece eficazmente la transferencia de electrones, son las dos causas principales de las concentraciones relativamente bajas de iones de hierro liberados en el sistema Fenton heterogéneo (Zhang et al., 2019).

En conclusión, este proceso ofrece varias ventajas con respecto al proceso Fenton estándar, como una lixiviación mínima de iones de hierro, ciclos eficaces de Fe^{3+} y Fe^{2+} , un amplio rango de trabajo respecto al pH, poco contenido en la generación de lodos de hierro y estabilidad y reutilización a largo plazo de los catalizadores. Por otro lado, la mayor parte de la investigación sobre este proceso se lleva a cabo en laboratorio, y numerosos inconvenientes, como las condiciones de síntesis relativamente duras, las vías de síntesis enrevesadas, la limitación en su industrialización se debe a los costos elevados de la síntesis de los catalizadores y el diseño de los reactores (Zhang et al., 2019).

Foto Fenton. El procedimiento foto-Fenton ha suscitado mucho interés por su capacidad para reducir los contaminantes orgánicos refractarios, ya que genera menos lodos ferrosos. Cuando se combina la luz ultravioleta o visible con el procedimiento Fenton tradicional, se mejora la capacidad catalítica de los catalizadores, se degradan más eficazmente los contaminantes orgánicos y se producen menos lodos férricos. Utilizar la energía luminosa para acelerar la reducción de Fe^{3+} y Fe^{2+} es el principio básico del proceso foto-Fenton (Zhang et al., 2019).

Según el diagrama de especificaciones, el Fe^{3+} predomina en forma de $Fe(OH)^{2+}$ en condiciones ácidas con un rango de pH de 2.8 a 3.5. Como se observa en la ecuación, la exposición a la luz ultravioleta en longitudes de onda inferiores a 580 nm produce radicales hidróxidos como se ejemplifica en la siguiente reacción química (8)



Adicionalmente, la fotólisis directa del H_2O_2 ocurre a longitudes de onda inferior a 310 nm y también produce radicales utilizados en la degradación de contaminantes como se muestra en la ecuación (9):



Como resultado, se dispondrá de radicales adicionales para llevar a cabo la oxidación. Específicamente, la siguiente secuencia, representada en la ecuación (10) y (11), describe el proceso necesario para lograr la descomposición de la materia orgánica (RH) (Rubí-Juárez, 2020).



El producto de la reacción (11) puede desencadenar reacciones en cadena destinada a la destrucción por oxidación (Rubí-Juárez, 2020).

El peróxido de hidrógeno, que puede producirse fuera o dentro de la célula electroquímica, y el catión Fe^{2+} se utilizan en el proceso electro-Fenton para crear radicales hidroxilos ($\text{OH}\cdot$). Puede llevarse a cabo en tres configuraciones principales 1) añadiendo Fe^{2+} y produciendo H_2O_2 electroquímicamente, 2) añadiendo H_2O_2 y produciendo Fe^{2+} electroquímicamente, y 3) utilizando técnicas electroquímicas para producir H_2O_2 y Fe^{2+} simultáneamente (Rosales et al., 2012).

2.1.3 Oxidación electroquímica

Uno de los mejores métodos electroquímicos para descomponer contaminantes orgánicos en aguas residuales es la oxidación electroquímica. Numerosos oxidantes, entre ellos el peróxido de hidrógeno (H_2O_2), el oxígeno, el cloro libre, los radicales Cl , ClO y ($\text{OH}\cdot$), pueden provocar oxidación electroquímica. Además, la oxidación puede producirse directa o indirectamente. Los oxidantes fuertes como el peróxido de hidrógeno y el hipoclorito/cloro, que se crean electroquímicamente, se utilizan en la oxidación indirecta para descomponer los contaminantes. Por otro lado, la oxidación directa o anódica está permitida por los generadores de oxígeno activo generados en la superficie del ánodo (Najafinejad et al., 2023).

2.1.4 Proceso electro-Fenton

Fue desarrollado por el grupo de Brilla y el grupo de Oturan desde la década del 2000 (Zhou, et al., 2018).

En la Figura 1 se ilustra al proceso electro-Fenton como un método electroquímico sofisticado y ecológico basado en la química Fenton en la que los iones Fe^{2+} catalizan H_2O_2 para producir radicales ($\text{OH}\cdot$), un potente oxidante con un alto potencial de oxidación (Sandhwar & Prasad, 2017) .

Este proceso electroquímico se basa en la generación electroquímica continua del H_2O_2 a través de la reducción del O_2 en el cátodo y del Fe^{2+} en el ánodo. Permitiendo la producción de radicales hidroxilos ($\text{OH}\cdot$) habiendo este demostrado tener un gran potencial

en descomponer contaminantes indeseables y persistentes. En este proceso el Fe^{2+} se restaura con frecuencia en el cátodo (reducción del Fe^{3+} a Fe^{2+}) lo que significa que la cantidad de Fe^{2+} catalítico añadido al principio se regenera gradualmente durante el tratamiento. Además, la producción in situ constante del H_2O_2 resultante de la disminución de oxígeno disuelto en el material de cátodo adecuada es asegurada por la aireación de la solución (Zhou et al., 2013).

El H_2O_2 generado reacciona con el ion ferroso Fe^{2+} en medio ácido para formar radicales hidroxilos que es un potente oxidante no selectivo en la degradación de contaminantes orgánicos. En consecuencia, el tipo, la composición y estabilidad química de los materiales del cátodo juegan un papel vital en el proceso electro-Fenton dado que es ahí donde se electrogeneran los componentes principales del proceso electro-Fenton (Senthilnathan et al., 2020).

Sin embargo, como demuestran las ecuaciones (12) y (13), en este proceso puede ocurrir el consumo de radicales ($\text{OH}\cdot$) a causa de una mayor cantidad de H_2O_2 o iones de hierro. La eficiencia del proceso está limitada por la cantidad de contaminante a tratar. El proceso Fenton, ecuaciones (14) y (15), también podría volverse menos eficiente debido a la recombinación de radicales hidroxilos y/o su reactividad con radicales HO_2 (Clemente et al., 2014).

Si la dosis de H_2O_2 aumenta excesivamente, podrían ocurrir las reacciones de la ecuación (12) que conducirían a la formación de radicales menos reactivos a partir del radical hidroxilo, de esta manera la reacción electro-Fenton tiende volverse menos eficaz ocasionada por las reacciones no deseadas (Kurt et al., 2007).

La oxidación de Fenton es bien conocida por su poder de destruir los compuestos no biodegradables, así como por su simplicidad y bajos residuos tóxicos. Su mecanismo de degradación se basa en la generación de radicales hidroxilos que es un oxidante muy fuerte capaz de oxidar de forma no selectiva compuestos orgánicos persistentes a compuestos de menor riesgo y en última instancia generar agua y dióxido de carbono. El ion ferroso inicial puede agregarse externamente usando varias sales ferrosas o puede ser

proporcionada por un ánodo de sacrificio. El principal inconveniente del proceso Fenton se superó en el proceso electro-Fenton mediante la reducción de un electrón del ion férrico que produce ion ferroso en la superficie del cátodo, permitiendo así eliminar considerablemente la generación de lodo (Shoorangiz et al., 2019):

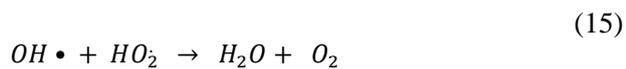
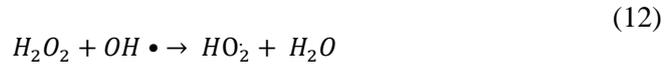
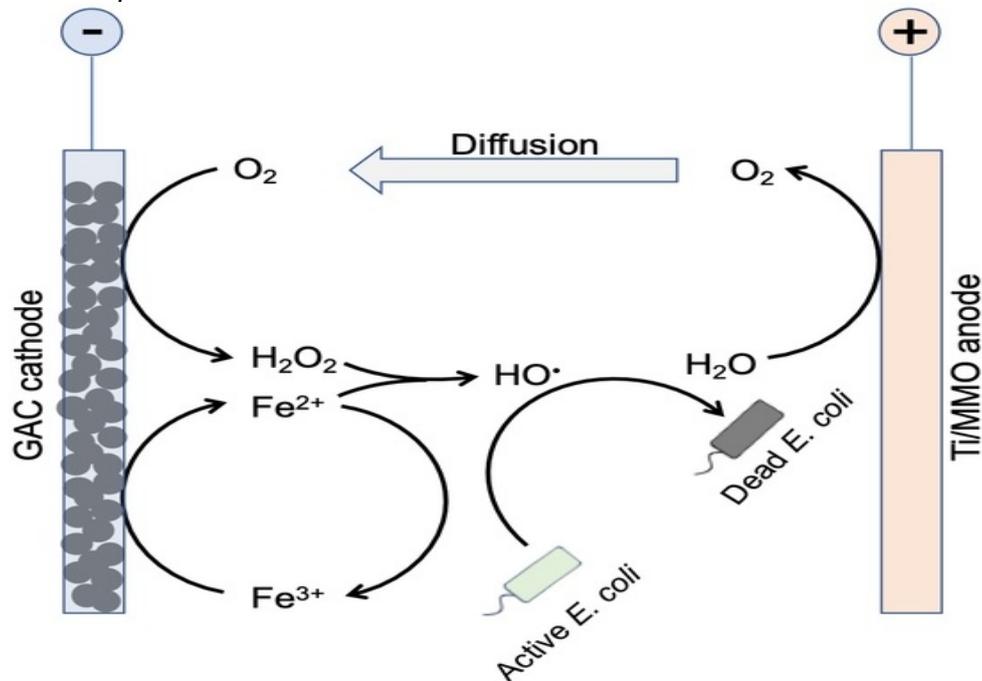


Figura 2

Mecanismo del proceso electro-Fenton



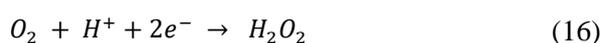
Nota: Carbón activado como cátodo para la desinfección del agua mediante el proceso Electro-Fenton (Long et al., 2019).

2.1.5 Electrogeneración de peróxido de hidrógeno

El peróxido de hidrógeno es un compuesto versátil e interesante con muchas aplicaciones domésticas e industriales. En la actualidad, este compuesto es obtenido principalmente por el proceso de oxidación de antraquinonas con un impacto ambiental significativo derivado del uso de solventes orgánicos, catalizadores metálicos y consumo considerable de energía. Debido a esto los métodos novedosos y más limpios son de gran interés (Pérez et al., 2017).

El peróxido de hidrógeno es un producto químico altamente utilizado en la textilera, la electrónica, metalúrgica o aplicaciones medioambientales principalmente en el tratamiento de efluentes (Pérez et al., 2017).

Varios trabajos han demostrado que la electrogeneración in-situ del H_2O_2 es exitoso en descontaminar efluentes con diferentes compuestos orgánicos. En este proceso se suministra continuamente H_2O_2 a la solución, la producción se realiza a través de la reducción del O_2 disuelto en un pH ácido de acuerdo con la siguiente ecuación (16) (Chávez et al., 2013):



El (H_2O_2) se electrogenera mediante la reacción de reducción de oxígeno en cátodos carbonosos, como lo demostró M. Traude en 1882. La limitada solubilidad del oxígeno en el agua en circunstancias ambientales es el principal factor limitante en la rápida y efectiva electrogeneración de (H_2O_2). Se utiliza una solución directa para burbujear el gas en el electrolito, pero la baja concentración de oxígeno también provoca una transferencia lenta de oxígeno al cátodo (Pérez et al., 2018).

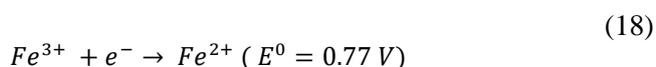
Los materiales de carbono son ampliamente utilizados como electrocatalizadores o soportes debido a su gran actividad. Sin embargo, el catalizador con alta selectividad y actividad sigue siendo un desafío. Para superar esta limitación existen alternativas como

la manipulación de estructuras porosas. Hay tres vías que provocan la descomposición del H₂O₂: (1) el H₂O₂ se electroreduce a H₂O en el cátodo, (2) el H₂O₂ se descompone a O₂ y H₂O por desproporción en el cátodo o en el volumen, (3) oxidación del H₂O₂ produciendo H₂O a través de la oxidación anódica en el ánodo (Zhou et al., 2018).

Debido a su excelente estabilidad, alta conductividad y baja actividad catalítica de descomposición del H₂O₂, los materiales carbonosos se utilizan frecuentemente como cátodos. Estos incluyen fibra de carbono, esponja de carbono, fieltro de carbono y electrodos compuestos de grafito. Como se puede identificar en la ecuación (16), la reacción de reducción de oxígeno para la formación de H₂O₂ es un mecanismo típico de transferencia de dos electrones que debe mejorarse para un uso más eficaz de estos materiales carbonosos en el sistema EF (Zhou et al., 2013).

2.1.6 Producción electrolítica de hierro

Dado que los reactivos Fenton se regeneran en la solución, el proceso electro Fenton es superior al proceso Fenton convencional. La presencia de Fe²⁺ en la solución permite que el peróxido de hidrógeno se oxide, produciendo los radicales (OH•). La reacción del Fe²⁺ con el peróxido de hidrógeno produce ahora Fe³⁺, como se muestra en la ecuación (5), reduciendo su concentración en la solución. Por esta razón, es crucial reducir el Fe³⁺ de nuevo a Fe²⁺ para que pueda seguir reaccionando con el peróxido de hidrógeno que aún no ha reaccionado. Esto se consigue mediante procesos electroquímicos, como se muestra en la ecuación (18) (Pushpalatha & Krishna, 2017):



2.2 Marco conceptual

2.2.1 Hierro

El hierro es considerado un metal duro, denso y maleable, los estados de oxidaciones que presenta el hierro son el ion ferroso (Fe^{2+}) y ion férrico (Fe^{3+}). La oxidación del ion Fe^{2+} a Fe^{3+} en presencia de H_2O_2 en medio ácido produce radicales hidroxilos ($\text{OH}\cdot$) que presenta gran capacidad de oxidación y capaces de degradar la materia orgánica (Kuleyin et al., 2021).

En el proceso Fenton la cantidad del ión Fe^{2+} juega un rol muy importante, al aumentar el ion Fe^{2+} ocurre un desbalance en la reacción (6), reduciendo así la concentración del radical hidroxilo y siendo menos eficiente el poder oxidante de medio (Panizza & Oturan, 2011).

2.2.2 Peróxido de hidrógeno

El peróxido de hidrógeno (H_2O_2) es un compuesto versátil y respetuoso con el medio ambiente, capaz de actuar tanto como agente oxidante como reductor. En el sector industrial, se emplea como una fuente adicional de oxígeno para potenciar la bio-remediación de acuíferos contaminados (Marin et al., 2012).

En el ámbito ambiental es reconocido como agente oxidante capaz de eliminar contaminantes orgánicos, no deja subproductos peligrosos sino oxígeno y agua luego de la reacción. La producción industrial convencional del H_2O_2 se realiza a través del proceso de oxidación de antraquinonas de varios pasos, que requiere de mucha energía siendo difícil para la producción in situ a pequeña escala (Zhou, et al., 2018).

2.2.3 Radical hidroxilo

Entre los oxidantes naturales, es el más importante en la química troposférica. Por la forma en que interactúa con los distintos contaminantes e inicia el proceso de eliminación de los mismos, se le suele denominar detergente atmosférico. También es esencial para eliminar gases de efecto invernadero como el dióxido de metano. Los tres principales

desinfectantes químicos a base de amonio-alcohol-alcalino, álcali y cloro son inferiores a los radicales hidroxilos, entre sus principales características se destaca lo siguiente (Airtechnics, 2023):

- El elevado potencial de oxidación de 2.8 V provoca una falta de selectividad para los microorganismos nocivos.
- Los radicales tienen un tiempo de transformación significativamente más corto. En comparación con otros oxidantes como el ozono, el cloro o el peróxido, la velocidad de reacción química es 107 veces mayor.
- Es un oxidante verde, lo que significa que, tras sus procesos metabólicos, se descompone en oxígeno y agua sin oxidantes persistentes.

2.2.4 Efluente

Líquido que procede de una planta industrial cuya concentración o grado de elementos contaminantes se mide en función de los límites máximos permisibles (OEFA, 2014).

2.2.5 Compuestos orgánicos refractarios

Los contaminantes de las aguas residuales que son extremadamente nocivos y difíciles de biodegradar para el organismo se conocen como compuestos orgánicos refractarios. Los fenoles, los sulfuros, el cromo y los tintes textiles son algunos de los compuestos orgánicos refractarios más comunes (Bermeo & Tinoco, 2016).

2.2.6 Demanda química de oxígeno

La demanda química de oxígeno, o DQO, muestra cuánto oxígeno pueden utilizar los procesos en una solución. En el sistema internacional de unidades (SI), se suele expresar como la masa de oxígeno utilizada dividida por el volumen de la solución, que se

mide en miligramos por litro ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$). El uso más común de la DQO es la medición de la concentración de contaminantes oxidables en la superficie o en el efluente (Li & Liu, 2019).

El equivalente de oxígeno de la parte de materia orgánica en la muestra de aguas residuales que se oxida a altas temperaturas en un medio ácido con un gran oxidante como por ejemplo el dicromato de potasio se mide mediante la demanda química de oxígeno. En circunstancias específicas, esta materia orgánica puede biodegradarse gradualmente para producir CO_2 y H_2O . El sulfato de plata es uno de los catalizadores utilizados para ayudar a oxidar los materiales orgánicos refractarios, sin embargo, los cloruros y otras sustancias inorgánicas que alteran la prueba pueden producir resultados inexactos (Pisarevsky et al., 2005).

2.2.7 Parámetro químico

Es la medida cualitativa y cuantitativa de una propiedad relacionada con la composición, estructura o comportamiento de una sustancia química. Esta variable podría incluir datos como la temperatura, presión de vapor, solubilidad, el pH, densidad, conductividad eléctrica, reactividad química, entre otros.

Estos parámetros son fundamentales para comprender y controlar tanto las propiedades químicas como las interacciones de las sustancias. (Reyes, 2023).

2.2.8 Agua residual sintética

Solución simulada en base a las concentraciones típicas de un efluente proveniente de la industria petrolera, y consiste en la adición de tolueno y ciclohexano en proporción definida para generar la concentración deseada (Reyes, 2023)

2.2.9 Celda electrolítica

Una célula electrolítica está formada por electrodos sumergidos en el medio y un recipiente que contiene la sustancia reaccionante, o electrolito disuelto. Como estos

electrodos están conectados a una fuente de corriente continua, en su superficie pueden producirse semirreacciones entre la oxidación y la reducción. Los electrodos que no reaccionan se denominan electrodos inertes; los electrodos pueden participar o no en la reacción. La identificación de los electrodos es la siguiente: (1) Ánodo: En este electrodo tiene lugar el proceso de oxidación. Como es el lugar al que se desplazan los aniones del electrolito, sirve de electrodo positivo y por ello recibe su nombre. (2) Cátodo: Es este electrodo tiene lugar la reducción, sirve de electrodo negativo y recibe este nombre puesto que es aquí donde se dirigen los cationes del electrolito (Chang & Goldsby, 2013).

2.2.10 Ley de Faraday

La cantidad de sustancia que se oxida o se reduce en cada electrodo durante la electrólisis es exactamente proporcional a la cantidad de electricidad que pasa por la célula. En su estudio cuantitativo del fenómeno de la electrólisis, Faraday estableció una relación entre la carga eléctrica que pasa a través de una célula electrolítica y las masas de sustancias químicas liberadas en los electrodos. Esta relación se define mediante las leyes de Faraday (Chang & Goldsby, 2013)

Primera ley de Faraday. Establece que la masa depositada o liberada en los electrodos en una solución electrolítica es exactamente proporcional a la carga eléctrica que atraviesa la solución (Chang & Goldsby, 2013).

$$m = \frac{M \cdot I \cdot t}{z \cdot F} \quad (19)$$

Donde:

m: masa en gramos depositada.

M: masa atómica depositada.

I: intensidad de corriente en amperios (A).

t: tiempo de deposición expresado en segundos.

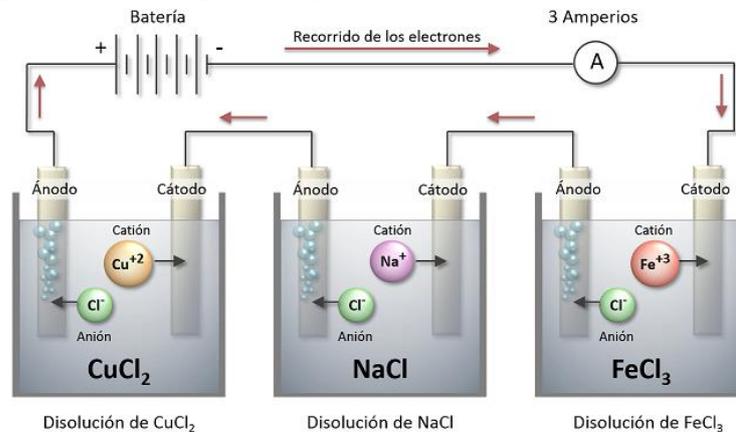
z: cantidad de electrones intercambiados en la semirreacción.

F: constante de Faraday

Segunda ley de Faraday. Para celdas electrolíticas con distintas soluciones, si se hace pasar una cantidad establecida de electricidad entonces la cantidad de sustancia depositada en los electrodos es proporcional al peso equivalente del elemento (Chang & Goldsby, 2013).

Figura 3

Representación gráfica de la segunda ley de Faraday.

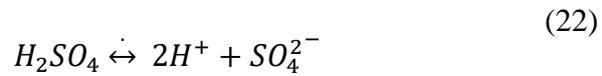
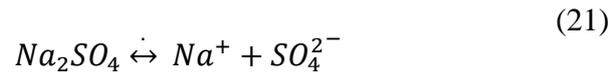


Nota: Representación de la segunda ley de Faraday (Químicas net., 2015).

$$\frac{m_a}{Peq(A)} = \frac{m_b}{Peq(B)} = \frac{m_c}{Peq(C)} \quad (20)$$

2.2.11 Eficiencia anódica

Cualquier solución acuosa de una sal contiene iones cargados. Si la solución es ácida, contiene naturalmente en mayor proporción iones hidrógeno. Por lo tanto, una solución ácida, por ejemplo, conteniendo sulfato de sodio y ácido sulfúrico, contiene iones Na^+ e iones H^+ , así como también iones SO_4^{2-} e iones OH^- . Todos estos resultan de las disociaciones (Chang & Goldsby, 2013):



Cuando una corriente eléctrica pasa a través de una solución similar a la mencionada, los iones con carga positiva, denominados cationes, migran hacia el cátodo, donde se descargan, mientras que los iones con carga negativa, conocidos como aniones, se dirigen hacia el ánodo (Chang & Goldsby, 2013)

La eficiencia anódica del proceso se mide como la relación existente entre la masa de la especie realmente desprendida en el ánodo y lo máximo que se podría desprender según la ley de Faraday (Reyes, 2023).

Capítulo III. Hipótesis y variables

3.1 Hipótesis

3.1.1 *Hipótesis general*

El proceso electro-Fenton influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

3.1.2 *Hipótesis específica*

La relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

La relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/5 w/w influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

La relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/10 w/w influye en la remoción de compuestos orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética.

3.1.3 *Operacionalización de la variable*

Tabla 3

Matriz de operacionalización de variable

Variable	Definición conceptual	Definición operacional	Dimensión	Indicador	Valor
<p>V. Independiente</p> <p>Proceso electro-Fenton</p>	<p>El proceso electro-Fenton es un proceso avanzado de oxidación y amigable con el medio ambiente fundamentada en la química del Fenton. Este proceso genera radicales hidroxilos, que ha demostrado un gran potencial en descomponer contaminantes indeseables y persistentes, (Sandhwar & Prasad, 2017)</p>	<p>La variable independiente se medirá a partir de la condición del proceso electro-Fenton</p>	<p>Generación de radicales hidroxilos</p>	<p>1.- Relación Fe²⁺/H₂O₂</p> <p>2.-Tiempo de operación.</p>	<p>1:3, 1:5, 1:10 (w/w)</p> <p>60, 120, 180, 240 (min)</p>
<p>V. Dependiente</p> <p>Remoción de demanda química de oxígeno.</p>		<p>La remoción de demanda química de es un parámetro químico que se medirá mediante el porcentaje de remoción mediante el proceso electro-Fenton.</p>	<p>Parámetro químico</p>	<p>Demanda química de oxígeno (DQO)</p>	<p>Porcentaje de remoción (%)</p>

Capítulo IV. Desarrollo del trabajo de investigación

4.1 Diseño metodológico

Esta investigación es de carácter básico, ya que genera nuevos conocimientos y establece las bases para futuras investigaciones aplicadas (Ñaupas et al., 2013)

El trabajo corresponde al nivel explicativo, porque tiene como objetivo principal la verificación de hipótesis causales, es decir que explica las causas del proceso (Ñaupas et al., 2013)

El trabajo consideró un diseño experimental porque ayudo a responder a las preguntas de la investigación (Arias & Cangalaya, 2023).

4.2 Población y muestra

La población de estudio fue el proceso electro-Fenton. La unidad de estudio también es el proceso electro-Fenton porque en esta se mide las variables. En el trabajo de investigación se consideró para cada prueba experimental una muestra de 2L y se tomaron unidades de análisis de 10mL para conocer la DQO del agua de proceso.

4.3 Lugar de estudio y periodo desarrollado

El trabajo de investigación se desarrolló en el laboratorio N°23 de la Facultad de Ingeniería Química y Textil de la Universidad Nacional de Ingeniería, y las pruebas experimentales se realizó en mayo del 2018 a marzo del 2019.

4.4 Instrumentos para la recolección de información Materiales y/o Equipos

4.4.1 Equipos

Los equipos empleados en el desarrollo de esta investigación fueron:

- Fuente de corriente marca Siglent, fuente de poder programable modelo SPP3303C, de 6.4 A y 64 V (total) con dos salidas de corriente independiente para ser usado en dos sistemas diferentes.
- Agitador magnético analógico modelo MS-H-S marca Dragonlab.
- pH metro marca Ezodo modelo MP-203.

- Conductímetro marca HANNA modelo HI8733.
- Electrodo Ag/AgCl saturado con KCl
- Multímetro digital marca SANWA modelo CD771.
- Medidor de oxígeno disuelto marca LUTRON modelo PDO-520.
- Medidor del potencial óxido reductor (ORP) marca EZODO modelo MP-203.
- Compresor marca VENUSAQUA modelo SB-348A.
- Celda electroquímica con una capacidad de 1880 mL.
- Electrodo de grafito con un área de 1 dm².
- Ducto de 10 cm con orificio en la superficie.

4.4.2 Reactivos

Se empleó sulfato de sodio grado PA, marca Fermont (Mexico). La solución de fosfato de sodio fue preparada con agua obtenida mediante osmosis inversa, cuya conductividad fue 1-2 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, proporcionado por el laboratorio N° 23 de Operación Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química y Textil de la Universidad Nacional de Ingeniería.

Para determinar la cantidad de materia descompuesta sobre el agua residual sintética, se emplearon análisis de DQO, para ello se usaron viales de DQO con una concentración de 0-15000 $\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, marca Lovibond-Alemania.

4.4.3 Tiras reactivas

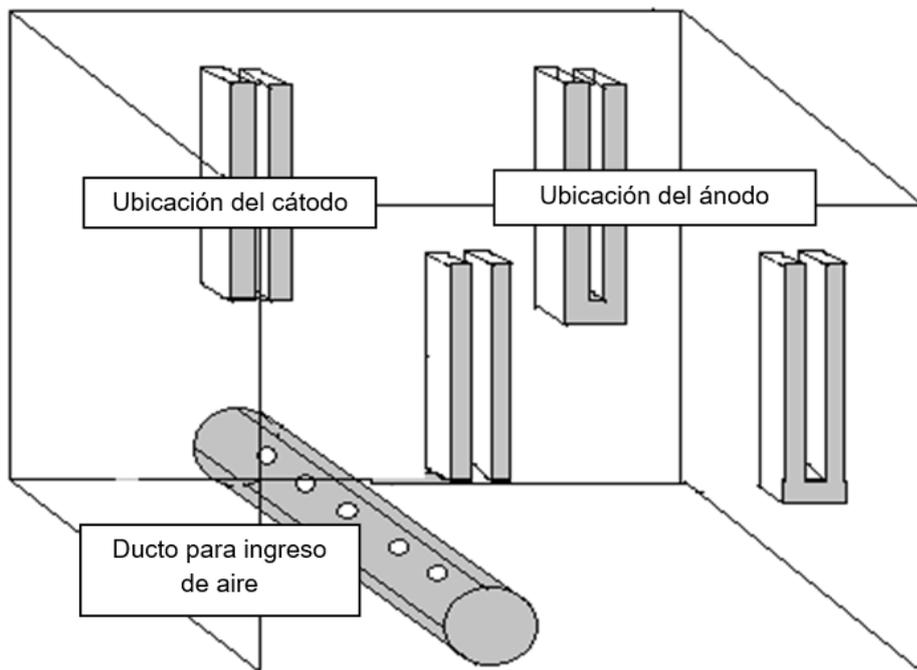
Para la identificación y cuantificación del peróxido de hidrógeno se emplearon tiras reactivas Quantofix Peroxid 25 con una escala de identificación de 0.5, 5, 10 y 25 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ mediante una coloración que vira de gris para una concentración de 0.5 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ a celeste claro para 25 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$, tiras reactivas Quantofix Peroxid 100 teniendo este una escala de 1, 3, 10, 30 y 100 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ en base a una coloración de celeste claro para la menor concentración a azul para 100 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ y tiras reactivas Quantofix Peroxid 1000 con una escala de concentración de 50, 150, 300, 500, 800 y 1000 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ mediante una coloración de amarillo para 50 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$ y marrón para 1000 $\text{mgH}_2\text{O}_2\cdot\text{L}^{-1}$.

4.5 Construcción de celda electrolítica

Se elaboro un prototipo de celda electrolítica en la cual se desarrolló el trabajo de investigación. El prototipo presenta dos canales que sirven de soporte a los electrodos y un ducto para el ingreso de aire al interior de la solución. En la Figura 4-5, se muestra un esquema representativo de la celda electrolítica empleada.

Figura 4

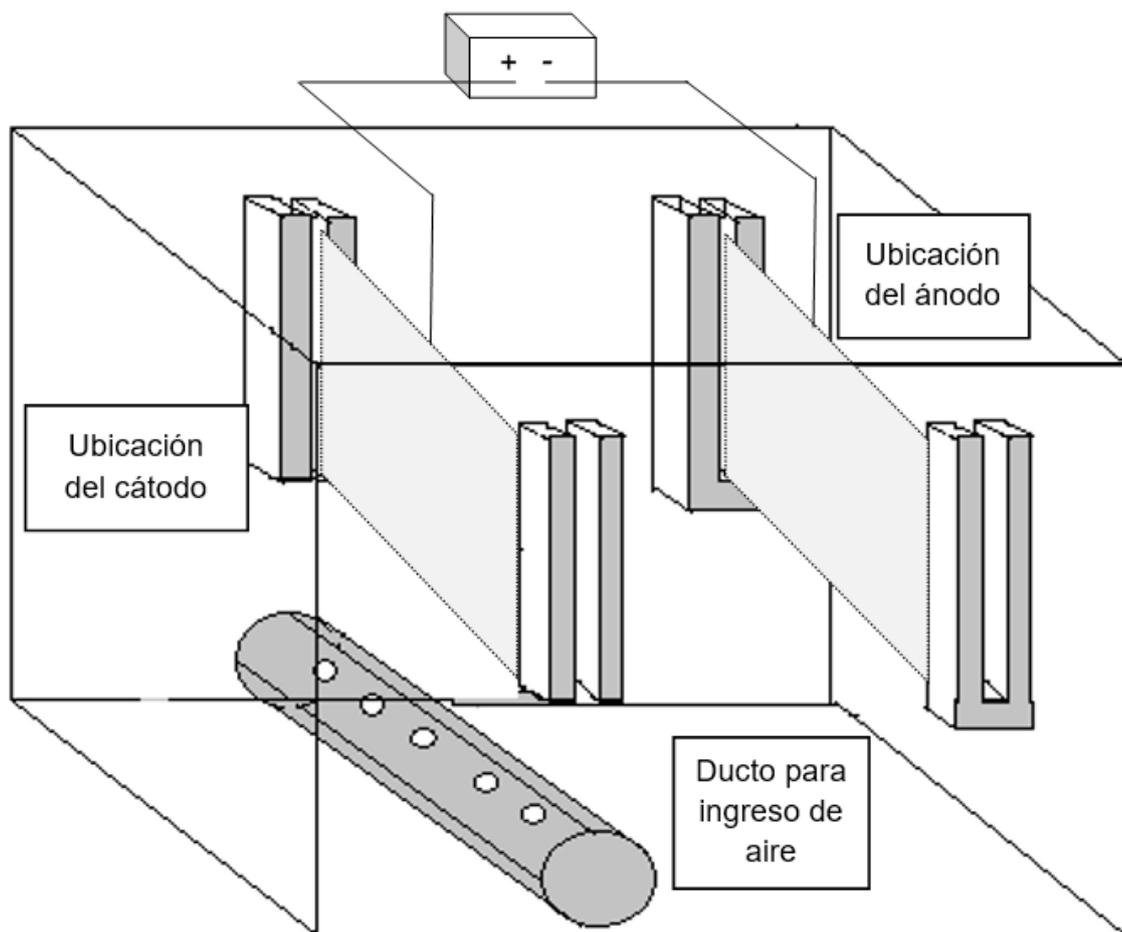
Prototipo de celda electrolítica con ducto para ingreso de aire



Nota: La figura representa, en la parte superior los canales para soportar los electrodos, zona inferior ducto para ingreso de aire.

Figura 5

Configuración de celda electrolítica con fuente de poder



Nota: En la figura se representa el sistema con los electrodos conectados a una fuente de poder.

El prototipo presenta unas medidas de 12x11.6x13.5 cm con un volumen total de 1.88 L y se trabajó al 85.5% del volumen de diseño.

Con el objetivo de saturar el medio con oxígeno se incorpora un ducto, Figura 4 ubicado justo debajo del cátodo a través de él se hará ingresar aire mediante un compresor, para ello el ducto deberá tener pequeños orificios sobre la superficie para permitir la salida del aire al interior de la celda.

En la producción del H_2O_2 se procedió a difundir oxígeno en el medio en especial sobre la zona del cátodo, es por ello por lo que se colocó un ducto en la zona inferior al cátodo Figura 4 a través de él se ingresó aire mediante un compresor, para ello el ducto

deberá tener pequeños orificios sobre la superficie para permitir la salida del aire al interior de la celda.

El baño presentará agitación, en cierta etapa del procedimiento, motivo por el cual los electrodos no pueden estar colgados para ello se ha diseñado unos soportes en la pared de la celda (con una altura de 50 mm igual a la altura de los electrodos) que impedirán el movimiento de estos mientras la solución es agitada.

La distancia entre electrodos es de 50 mm previsto esta distancia para reducir la posibilidad que el H_2O_2 llegue al ánodo e inicie su descomposición ya que se quiere que el H_2O_2 solo se encuentre con el Fe^{2+} y de esa manera iniciar la formación del $\text{OH}\cdot$. Además, esa separación permitirá colocar un agitador magnético en la base de la celda y procurar la agitación cuando se tenga la cantidad de Fe^{2+} y de H_2O_2 necesario, para la producción del $\text{OH}\cdot$.

4.6 Desarrollo experimental

El proceso de desarrollo experimental se divide en seis (6) etapas las cuales se proceden a describir:

- En la primera etapa consiste en la producción del H_2O_2 en la solución, como se muestra en la ecuación (16) se evidencia la importancia del oxígeno en el cátodo para producir su reducción y producir el H_2O_2 , para el presente trabajo de investigación se empleó aire como fuente de oxígeno, es por ello que se introdujo aire al medio mediante un ducto ubicado exactamente debajo del cátodo vertical para permitir la llegada del oxígeno presente en el aire, a la superficie del cátodo.
- En la segunda etapa consiste en determinar la mayor eficiencia anódica para la producción del Fe^{2+} usando un electrodo de hierro. Durante el proceso de producción del Fe^{2+} se verificó su presencia con el indicador ferricianuro de potasio ($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$) que vira a una coloración azul, también se verificó si durante el proceso se está formando Fe^{3+} con el indicador tiocianato de amonio (NH_4SCN) que vira a una coloración roja.

- La tercera etapa se evalúa los resultados en la producción del H_2O_2 y el Fe^{2+} y posterior a ello se establece el tiempo necesario (variable experimental) para que ocurra la reacción y permita la producción del reactivo Fenton considerando producir una cantidad de hierro equivalente a la quinta parte del peróxido de hidrógeno requería para cada contaminante tomando como referencia estudios previos de la dosis necesaria de reactivo Fenton para degradar contaminante refractarios (*Gina Teran, 2015*). Por otro lado, la presencia de $OH\cdot$ fue confirmado analizando el poder oxidante del medio, siendo registrado con el equipo de potencial oxido-reductor (ORP).
- La cuarta etapa se realizó ensayos experimentales en presencia de un solo contaminante sintético tal es el caso del fenol a la concentración más representativa encontrado en los efluentes de la industria petrolera, para ello se estableció diferentes tiempos para lograr descomponer la mayor cantidad de contaminante refractario y diferente relación de $[Fe^{2+}] / [H_2O_2]$.
- La quinta etapa consiste en realizar el ensayo experimental en presencia del contaminante sintético ciclohexano a una concentración igual a su máxima solubilidad y analizar el tiempo donde se logre una máxima descomposición del contaminante a diferente relación de $[Fe^{2+}] / [H_2O_2]$.
- La sexta etapa consiste en adicionar el reactivo Fenton en presencia de la mezcla del contaminante sintético compuesto por el fenol y ciclohexano, luego determinar las condiciones óptimas que permitan a mayor degradación de las mismas, ya sea en función del tiempo de operación o mediante diferente relación de $[Fe^{2+}] / [H_2O_2]$.

4.7 Procedimiento experimental

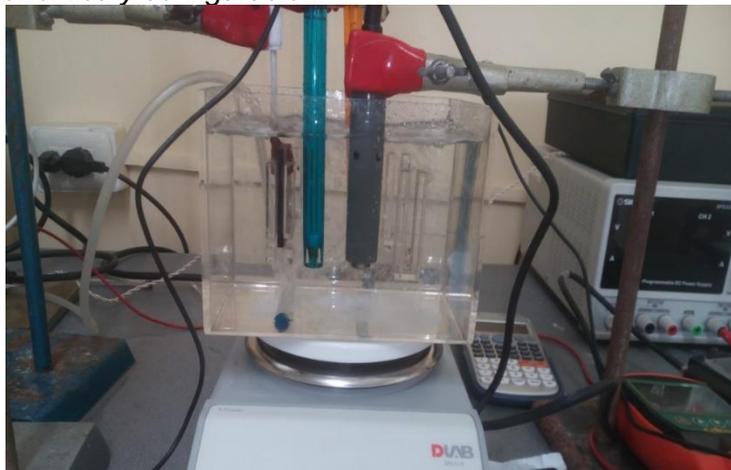
4.7.1 Primera etapa: producción del H_2O_2

En esta primera etapa se preparó una solución de 1.8 L de sulfato de sodio a 0.05 M utilizando agua osmótica, el pH se modificó a 3 agregando ácido fosfórico concentrado a la solución. Se configuró la celda electrolítica mostrado en la Figura 4 , usando un

compresor que permita el ingreso de aire a solución a través de un ducto horizontal ubicado debajo del cátodo vertical, para ello se saturó la solución con oxígeno, durante el proceso de saturación se agitó en la escala de 7 del agitador, como se muestra en la Tabla 4.

Figura 6

Modelo de celda electrolítica y configuración.



Nota: fuente elaboración propia.

Luego de saturar el medio con oxígeno durante un periodo de tiempo de una hora, se inició el proceso de producción del H_2O_2 , en este instante se dejó de agitar la solución y se aplicó corriente a los electrodos verticales con un potencial de 0.75 V por un tiempo total de 4 horas, en intervalos de tiempo se identificó la presencia de peróxido con las tiras reactivas Quantofix Peroxid de 25-100 y 1000 $mg \cdot L^{-1}$ Figura 6

A continuación, en la Tabla 4 se muestra los resultados del potencial oxido reducción y medición de oxígeno disuelto expresado en $mg \cdot L^{-1}$ durante la hora de saturación y durante el proceso de producción del peróxido de hidrógeno, a la vez en la Tabla 5 muestra los parámetros establecidos para la producción del peróxido de hidrógeno y la máxima producción obtenida a diferentes tiempos.

Tabla 4*Parámetros operaciones durante la saturación del medio con O₂.*

Tiempo (min)	Saturación del medio		Producción de H ₂ O ₂	
	ORP	O ₂ mg·L ⁻¹	ORP	O ₂ mg·L ⁻¹
0	459.6	7.5	430	6.4
5	442.5	6.6	432.3	6.0
10	433.5	6.7	435	6.0
15	427.8	6.4	437.6	6.2
20	424.7	6.5	443.5	6.3
25	423.8	6.5	463.3	6.2
30	425.6	6.4	458.8	6.2
35	423.8	6.3	461.6	6.1
40	423.2	6.3	466.9	6.1
45	424.5	6.3	469.2	6.1
50	423.8	6.3	475.3	6.0
55	424.2	6.3	486.3	5.9
60	423.9	6.3	486.8	5.9
70	-	-	487.0	5.9
90	-	-	486.9	5.9
120	-	-	487.0	5.8
240	-	-	489.0	5.7

Nota: En la tabla las siglas ORP representan el potencial oxido reductor medido a diferentes tiempos.

Tabla 5*Parámetros operaciones en la producción del H₂O₂*

N°	Cátodo (V)	Tiempo (min)	Parámetros						
			10	15	30	45	60	120	240
1	-0.7	pH	2.95	2.98	2.99	3.03	3.0	3.0	3.0
		ORP (mV)	435	437.6	458.3	469.2	486.8	487	489
		H ₂ O ₂ (mg·L ⁻¹)	-	-	-	5	-	16	20

Nota: En la tabla se muestra la producción del peróxido de hidrogeno en función del tiempo.

4.7.2 Segunda etapa: determinación de la eficiencia anódica

En esta segunda etapa solo se trabaja con los electrodos verticales, siendo el cátodo de grafito y ánodo de hierro previamente pesado con el objetivo de identificar la eficiencia anódica, en una muestra electrolítica de sulfato de sodio 0.05 M y se procede a saturar la solución para simular las mismas condiciones que se encontrara la solución cuando se produce peróxido de hidrógeno, luego se conecta los electrodos a la fuente de poder en este caso se trabajara con corrientes de 0.32 A y 0.52 A con potenciales de 0.5 V y 1.0 V respectivamente como se evidencia en la Tabla 6. Después de tener el sistema de operación listo, se configura el rectificador para que trabaje a una corriente fija (que correspondería a una densidad de corriente según el área del electrodo).

En la etapa de producción de Fe^{2+} se analizaron dos (02) muestras de 10 mL y se agregó ferricianuro de potasio ($K_3Fe(CN)_6$) y tiocianato de amonio (NH_4SCN) a cada muestra respectivamente a fin de identificar la presencia de F^{2+} y Fe^{3+} . Al final de la prueba se pesa el electrodo de hierro nuevamente para determinar la masa perdida y así poder calcular la eficiencia anódica como se muestra en los datos de la Tabla 7 y Tabla 8.

Tabla 6

Parámetros operaciones en la producción del Fe^{2+} .

N°	Electrodo vertical (A)	Tiempo (min)	Parámetros					
			10	30	60	70	90	120
1	0.32	pH	3.03	3.04	3.04	3.03	3.03	
		ORP	356.6	90	135.8	98	108.2	
2	0.52	pH	3.03	3.4	3.03	3.04	3.05	3.04
		ORP	375.7	398.8	428.9	428	435.8	449.3

Nota: elaboración propia (Reyes, 2024).

Tabla 7

Datos de cálculo de eficiencia anódica para una corriente de 0.32 A.

Masa (ley de Faraday)	0.44
Masa inicial (g)	13.827
Masa final (g)	13.663
Masa desprendida (g)	0.164
i (A)	0.320
t (s)	4800
F	96500
Eficiencia anódica	36.92%

Nota: En la tabla i: intensidad de corriente en amperio, t: tiempo de operación en segundos, F: constante de Faraday.

Tabla 8

Datos de cálculo de eficiencia anódica para una corriente de 0.52 A.

Masa (ley de Faraday)	1.082
Masa inicial (g)	13.663
Masa final (g)	12.597
Masa desprendida (g)	1.066
i (A)	0.520
t (s)	7200
F	96500
Eficiencia anódica	98.48%

Nota: En la tabla i: intensidad de corriente en amperio, t: tiempo de operación en segundos, F: constante de Faraday.

4.7.3 Tercera etapa: Producción del reactivo Fenton

En esta tercera etapa consiste en la producción del reactivo Fenton para ello se trabajó sobre una solución de sulfato de sodio al 0.05 M modificado a un pH igual a 3, se procedió a saturar la solución con aire a fin de producir el peróxido de hidrógeno manteniendo el sistema a un potencial catódico de 0.75 V, posterior de producir el peróxido de hidrógeno necesario se procede a producir Fe^{2+} para ello se trabajó 0.52 A.cm⁻².

Tabla 9

Parámetros de las condiciones iniciales

Parámetros operacionales	
Producción de H ₂ O ₂	0.75 V
Producción de Fe ²⁺	0.52 A.cm ⁻¹
Solución electrolítica	
Na ₂ SO ₄	0.05 M
pH	3.05
Conductividad mS	13.3
ORP	13.3
Oxígeno disuelto mg.L ⁻¹	8.9

Nota: En la tabla las unidades de conductividad son uS.cm⁻¹.

Tabla 10

Parámetros operaciones en la producción del reactivo Fenton

Tiempo (min)	pH	Conductividad mS	Corriente (A)	ORP
10	3.03	13.3	0.1	375.7
20	3.03	13.3	0.1	374.6
30	3.04	13.3	0.1	398.8
40	3.05	13.3	0.1	403.7
50	3.04	13.3	0.1	410.8
60	3.04	13.3	0.1	428.9
70	3.03	13.3	0.1	428.0
80	3.03	13.3	0.1	432.7
90	3.04	13.3	0.1	435.8
100	3.05	13.3	0.1	439.8
110	3.04	13.3	0.1	447.0
120	3.04	13.3	0.1	449.3

4.7.4 Cuarta etapa: Remoción del contaminante sintético fenol

En esta etapa se procede a producir la cantidad de Fe^{2+} y H_2O_2 necesarios para trabajar a una relación de 1/3 w/w, 1/5 w/w y 1/10 w/w. Luego se adicionó la cantidad suficiente de fenol para obtener una solución equivalente a una concentración igual a $127 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, durante el proceso se agita la solución para que el medio este homogéneo y el reactivo Fenton pueda iniciarse, posteriormente se extrae 2 mL de muestra cada 30 min desde el minuto 30 hasta el minuto 120, las cuales se agregara a los viales de DQO. Estos viales se introducen en un digestor donde se encontrarán en las condiciones de $150 \text{ }^\circ\text{C}$ y por un tiempo de 2 horas. Al terminar el tiempo de la digestión se dejan enfriar para luego hacer la lectura de la demanda química de oxígeno en el fotómetro, en la Tabla 11 se exponen los resultados del ensayo.

Tabla 11*Parámetros operaciones la etapa de descomposición del fenol.*

Relación (w/w)	H ₂ O ₂ (mg·L ⁻¹)	Fe ²⁺ (mg·L ⁻¹)	Tiempo (min)	0	60	120
1/5	1900	380	pH	3.03	3.05	3.03
			Conductividad (mS)	13.4	13.5	13.3
			DQO	1130	380	Lo
			ORP	429	434.7	435.5
1/3	1140	380	pH	3.8	2.88	2.94
			Conductividad (mS)	10	10.1	10.1
			DQO	Lo	Lo	Lo
			ORP	380.2	452.7	466.3
1/10	3800	380	pH	6.2	5.89	5.73
			Conductividad (mS)	8.9	8.7	8.6
			DQO	3420	2880	512
			ORP	308	315.8	322.4

Nota: Lo: es el límite mínimo de detección por el fotómetro en el análisis del DQO.

4.7.5 Quinta etapa: Remoción del contaminante sintético ciclohexano

En la quinta etapa se usa ciclohexano como contaminante, para determinar la concentración de H_2O_2 se determina en base a una relación entre el peso molecular del fenol y ciclohexano respectivamente y la concentración de fenol que se usó en la cuarta etapa con la concentración de máxima solubilidad del ciclohexano ($58 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$), se usó una cantidad de $1698 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de peróxido, de igual manera se produce Fe^{2+} a un concentración equivalente a la quina parte del peróxido de hidrógeno (referido a estudios previos). Durante el proceso se tomaron muestras de 2mL para verterlos en los viales, en intervalos de tiempo de 30, 60 y 90 min, para luego introducirlos en el digestor y su posterior lectura del DQO.

Tabla 12

Parámetros operaciones la etapa de descomposición del ciclohexano.

Relación (w/w)	H ₂ O ₂ (mg·L ⁻¹)	Fe ²⁺ (mg·L ⁻¹)	Tiempo (min)	0	30	60	120
1/5	1698	339.6	pH	6.24	5.78	6.15	6.15
			Conductividad (mS)	9.3	9.3	9.3	9.1
			DQO	105	40	14	Lo
			ORP	350.1	352.8	346.9	344
1/3	1019	339.6	pH	5	5	4.98	4.98
			Conductividad (mS)	8.9	8.9	8.9	9
			DQO	Lo	0	0	0
			ORP	353.4	361.2	365.7	366.8
1/10	3396	339.6	pH	5.05	4.3	4.27	4.07
			Conductividad (mS)	8.5	8.8	8.8	8.7
			DQO	2500		990	971
			ORP	427	437.5	440.7	445.1

Nota: Lo es el límite mínimo de detección por el fotómetro en el análisis del DQO.

4.7.6 Cuarta etapa: Remoción de la mezcla de contaminante sintético fenol-ciclohexano

En la sexta etapa se adicionó en conjunto el fenol y ciclohexano a igual concentraciones usadas en la cuarta y quinta etapa, para este caso la cantidad de H_2O_2 producido será igual a la requerida cuando solo se trabajó con fenol más la requerida cuando solo se trabajó con el ciclohexano donde la cantidad de Fe^{2+} será igual a la relación de $[\text{Fe}^{2+}] / [\text{H}_2\text{O}_2]=0.2$

Tabla 13

Parámetros operaciones descomposición de la mezcla fenol-ciclohexano.

Relación (w/w)	H ₂ O ₂ (mg·L ⁻¹)	Fe ²⁺ (mg·L ⁻¹)	Tiempo (min)	0	30	60	120	180	240
1/5	3598	719.6	pH	6.98	8	8.29	8.21	8.21	-
			Conductividad (mS)	9.4	9.4	9.4	9.4	9.4	-
			DQO	980	620	590	600	520	-
			ORP	302	308	310.6	277.5	277.5	-
1/3	2158.8	719.6	pH	8.04	6.53	6.8	6.15	6.15	-
			Conductividad (mS)	9.3	9.3	9.3	9.3	9.3	-
			DQO	156	256	232	244	266	-
			ORP	256.9	320.8	316	280	302	-
1/10	7196	719.6	pH	7.64	-	7.78	7.79	7.88	8.01
			Conductividad (ms)	8.4	-	8.4	8.4	8.4	8.4
			DQO	3550	-	4100	3000	1920	371
			ORP	297.5	-	216.4	217	210.1	213.5

Nota: Lo es el límite mínimo de detección por el fotómetro en el análisis del DQO.

Capítulo V. Análisis y discusión de resultados

5.1 Análisis de resultado

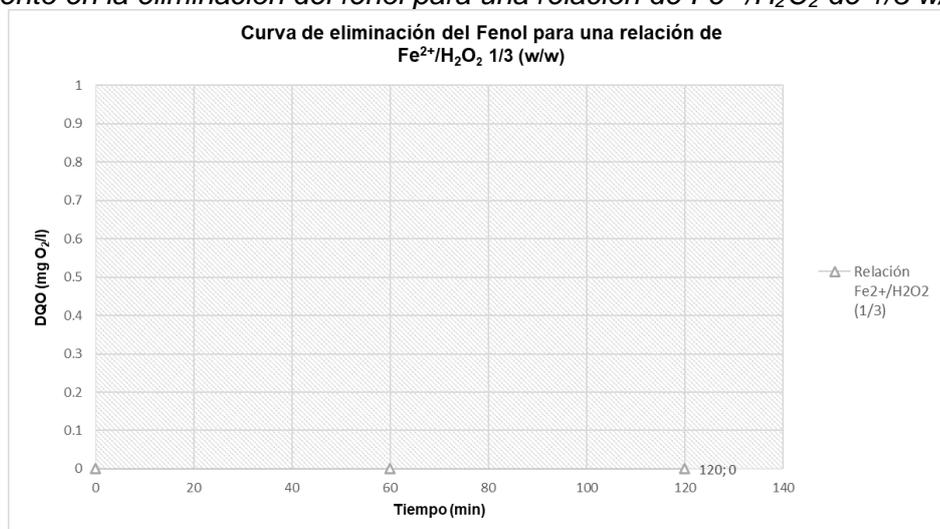
Posterior a la generación del reactivo Fenton; producción de Fe^{2+} mediante reducción de un electrodo de hierro comercial y la generación in situ de peróxido de hidrógeno mediante saturación del medio con oxígeno y; se procedió a agregar individualmente los contaminantes fenol, ciclohexano y la mezcla de ellos a fin de evidenciar la descomposición de cada uno de ellos mediante el análisis de la DQO, tomando valores a los 0, 60 y 120 min, los resultados de estos ensayos se analizaron en los apartados 5.1.1 para el caso del fenol, 5.1.2 para el caso del ciclohexano y 5.1.3 para el caso de la mezcla fenol/ciclohexano.

5.1.1 Análisis de eliminación del fenol usando el reactivo Fenton

Se puede ver en la Figura 7 que para la relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w con una concentración inicial de $127 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ la reducción del contaminante fenol en la muestra cayó a $0 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ desde el primer instante y este valor se mantuvo a medida que la prueba se extendió a 120 min.

Figura 7

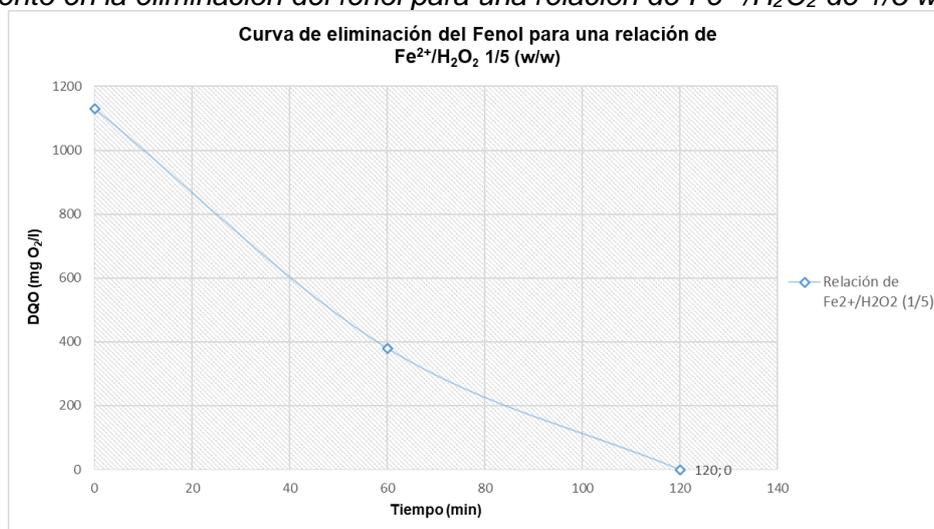
Decaimiento en la eliminación del fenol para una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w.



En la Figura 8 muestra que a una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/5 w/w y con una concentración inicial de $127 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de fenol, la DQO de la muestra inicial fue igual a $1130 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$. Durante el desarrollo del proceso se evidencia la descomposición del fenol logrando reducirse un 66.3% en los primeros 60 min de operación, conforme se continuo con el proceso de descomposición se logró reducir la DQO ($\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$) al 100% respecto a su valor inicial luego de 120 min de operación de la celda electrolítica.

Figura 8

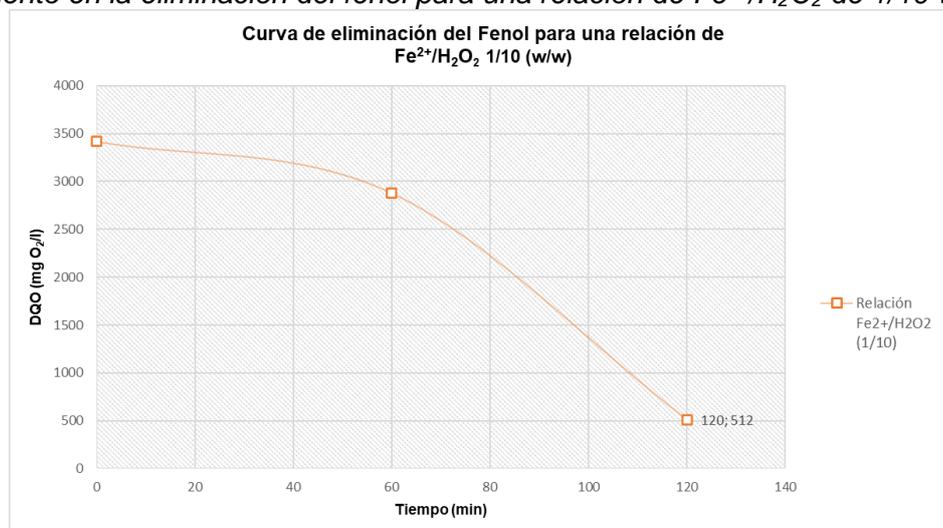
Decaimiento en la eliminación del fenol para una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/5 w/w.



La Figura 9 muestra que a una razón de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/10 w/w y una cantidad inicial de $127 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de fenol, la DQO de la muestra inicial fue igual a $3420 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, durante el desarrollo del proceso se evidencia la descomposición del fenol logrando reducirse un 15.7% en los primeros 60 min de operación, conforme se continuo con el proceso de descomposición se logró reducir la DQO ($\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$) hasta el 85% respecto a su valor inicial luego de 180 min de operación continua.

Figura 9

Decaimiento en la eliminación del fenol para una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/10 w/w.

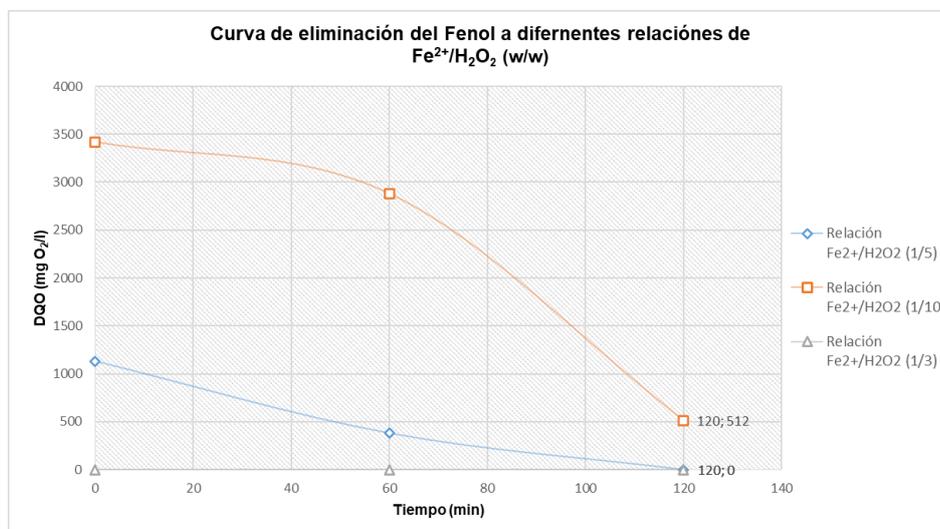


A continuación, se muestra la Figura 10 que hace referencia al consolidado de las Figuras 1-3, con el objetivo de evidenciar el decaimiento en la descomposición del fenol para una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w, 1/5 w/w y 1/10 w/w. Donde se evidencia una mayor lectura en la DQO es cuando se trabaja con una razón de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/10 w/w, pero sin embargo cuando la relación es de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w se observa una reducción total de la DQO inmediatamente cuando el contaminante fenol entra en contacto con el reactivo Fenton.

El registro de la DQO se realizó en intervalos de tiempo de 60 min, tomando la primera muestra de la solución cuando el contaminante fenol interactúa con el reactivo Fenton, considerado como tiempo inicial, y la última lectura luego de 120 min de operación.

Figura 10

Decaimiento en la eliminación del fenol a diferentes relaciones de Fe^{2+}/H_2O_2 (w/w).

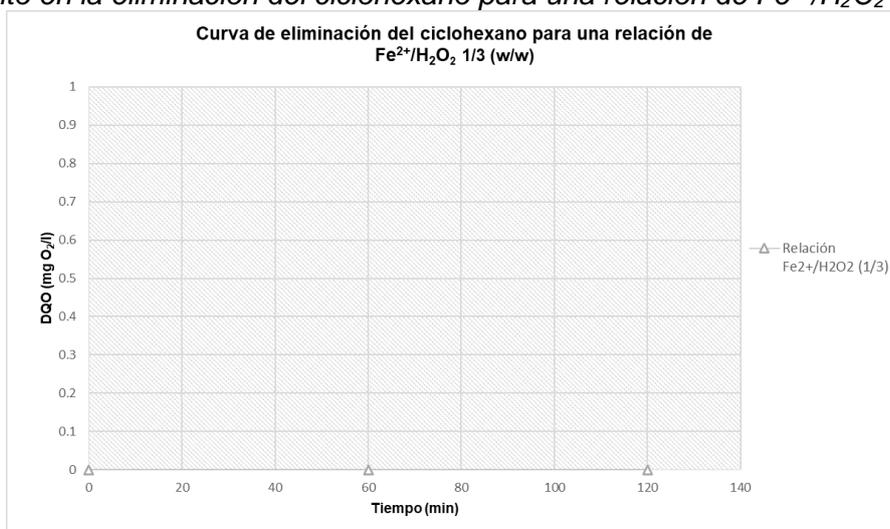


5.1.2 Análisis de eliminación del ciclohexano usando el reactivo Fenton

Para el caso del proceso de descomposición del ciclohexano se realizó el mismo método de análisis como se muestra en el apartado 5.1.1, donde se puede ver en la Figura 11 para relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w y $8000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de ciclohexano como concentración inicial, la reducción del contaminante ciclohexano en la muestra cayó a $0\text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$ desde el primer instante y este valor se mantuvo a medida que la prueba se extendió a 120 min.

Figura 11

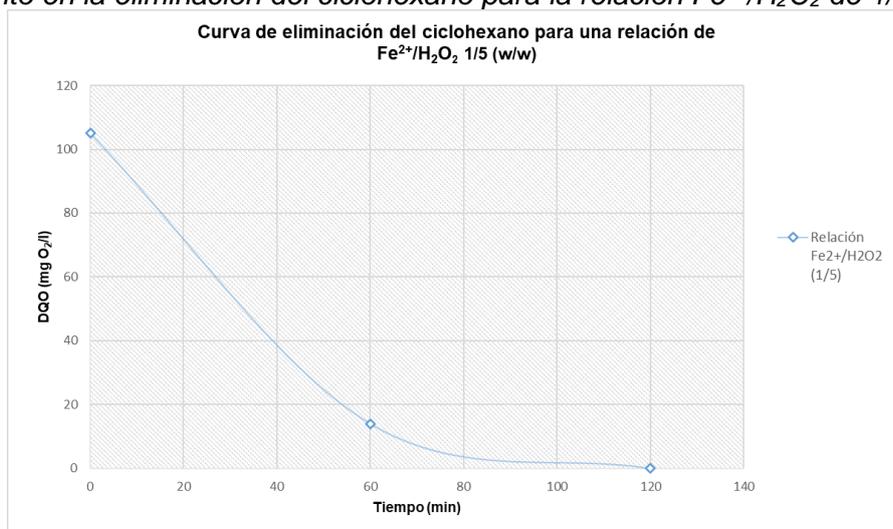
Decaimiento en la eliminación del ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w.



La Figura 12 ilustra que a $8000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de ciclohexano y una relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/5 w/w, la DQO de la muestra inicial fue equivalente a $105 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, indicando una reducción del 86,6% en la DQO después de 60 minutos de funcionamiento de la celda electrolítica, hasta alcanzar la reducción total después de 120 minutos.

Figura 12

Decaimiento en la eliminación del ciclohexano para la relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/5 w/w.

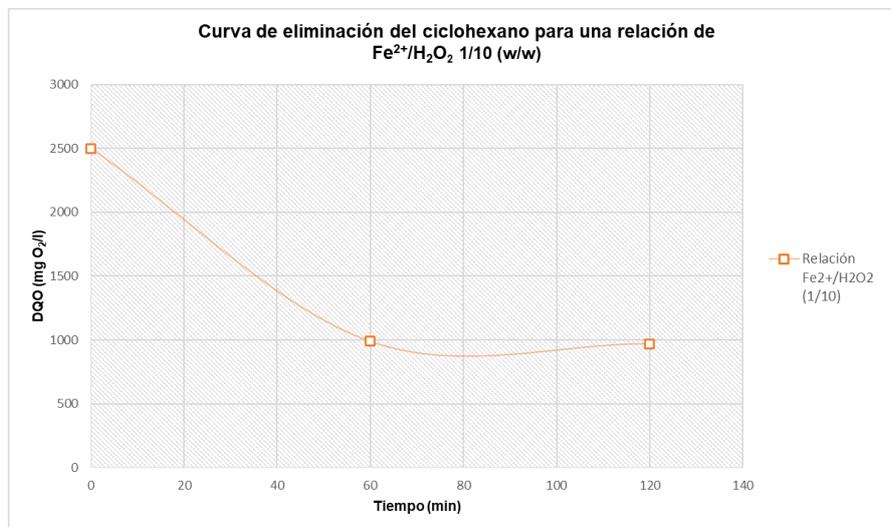


La Figura 13 muestra que a una razón de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/10 w/w en porcentaje en peso y con una concentración inicial de $8000 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de ciclohexano, la DQO de la muestra inicial fue igual a $2500 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, evidenciándose la reducción de la DQO al 60% en los primeros 60 min de operación hasta un máximo de 61.1% posterior a los 120 min de operación de la celda electrolítica donde se logró reducir la DQO a un valor de $971 \text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$.

1.

Figura 13

Decaimiento en la eliminación del ciclohexano para una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/10 w/w.

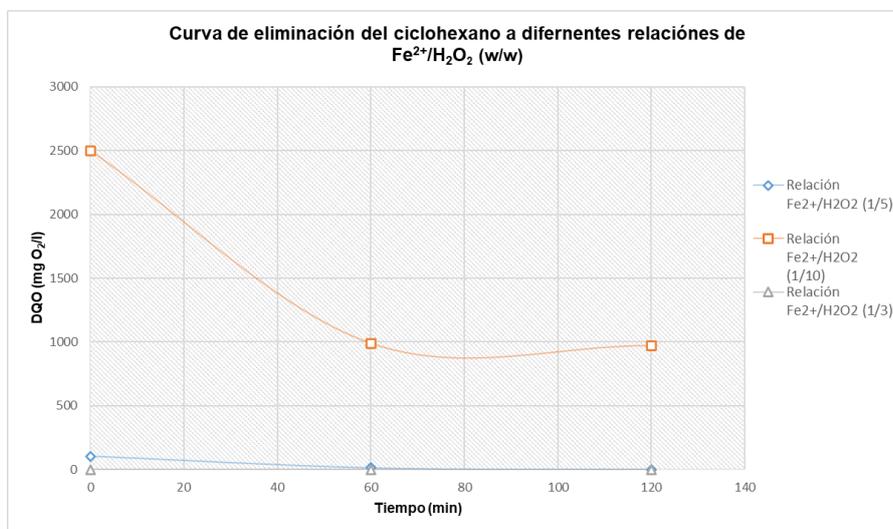


En la Figura 14 se muestra el consolidado de las Figuras 7-9, con el objetivo de evidenciar el decaimiento en la descomposición del ciclohexano para una relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w, 1/5 w/w y 1/10 w/w. Donde se evidencia un mayor valor en la DQO es cuando se trabaja con una relación del reactivo Fenton ($\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$) de 1/10 w/w, pero sin embargo cuando la relación es de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w se observa una reducción total de la DQO inmediatamente cuando el contaminante ciclohexano entra en contacto con el reactivo Fenton.

De igual manera, el registro de la DQO se realizó en intervalos de tiempo de 60 min, posterior a la producción del reactivo Fenton y la adición del contaminante ciclohexano se toma la primera muestra para análisis, considerado como tiempo inicial, y la última lectura posterior a los 120 min de operación.

Figura 14

Decaimiento en la eliminación del ciclohexano a diferentes relaciones de Fe^{2+}/H_2O_2 (w/w).



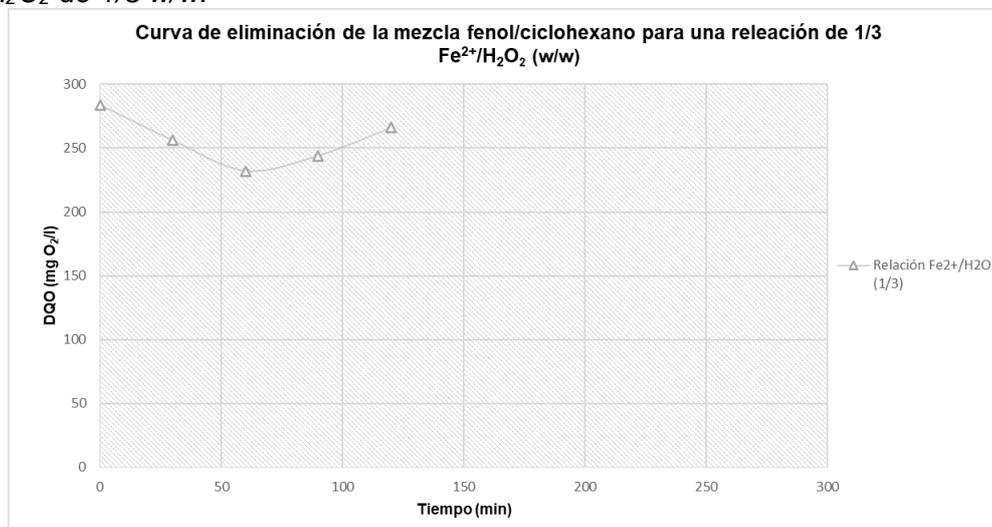
5.1.3 Análisis de eliminación de la mezcla fenol y ciclohexano usando el reactivo

Fenton

Se puede ver en la Figura 15 para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w y una concentración inicial de $127mg \cdot L^{-1}$ / $8000mg \cdot L^{-1}$ de fenol/ciclohexano la reducción de la DQO de la mezcla fenol/ciclohexano en la muestra se reduce en un 18.3% luego de 60 min de operación, posterior a ello inicia un proceso de incremento en los valores obtenido de la DQO, sin embargo, posterior a los 120 min los valores registrados de la DQO no supera el parámetro inicial.

Figura 15

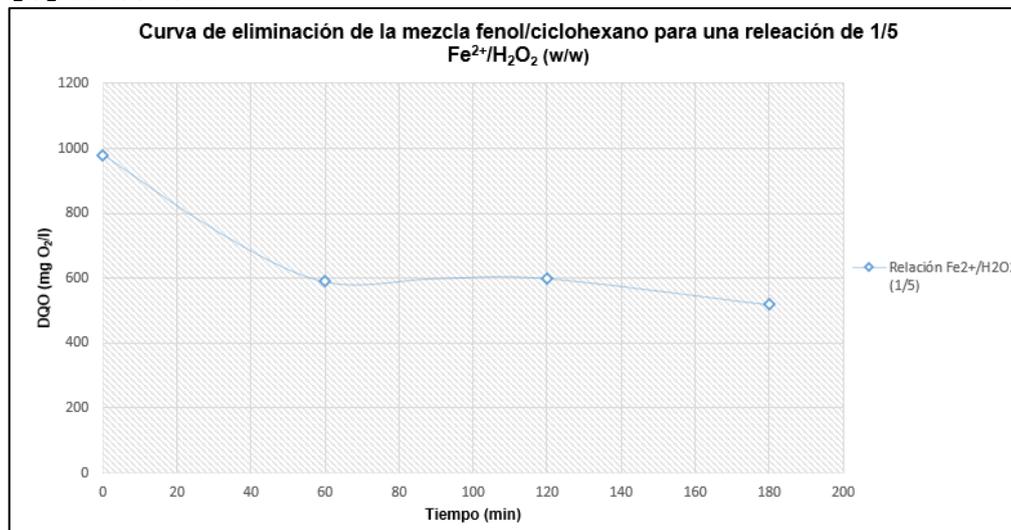
Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w.



La Figura 16 muestra la curva de eliminación de la mezcla del contaminante sintético fenol/ciclohexano para una relación de reactivo Fenton Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/5 w/w donde se realizaron las pruebas con una concentración inicial de $127\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ / $8000\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de fenol/ciclohexano y una DQO de $980\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, durante el desarrollo del proceso se evidencia la descomposición de la mezcla logrando reducirse un 39.7% en los primeros 60 min de operación, conforme se continuo con el proceso de descomposición se logró reducir la DQO hasta el 46.9% respecto a su valor inicial siendo este $520\text{mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$ luego de 180 min de operación continua.

Figura 16

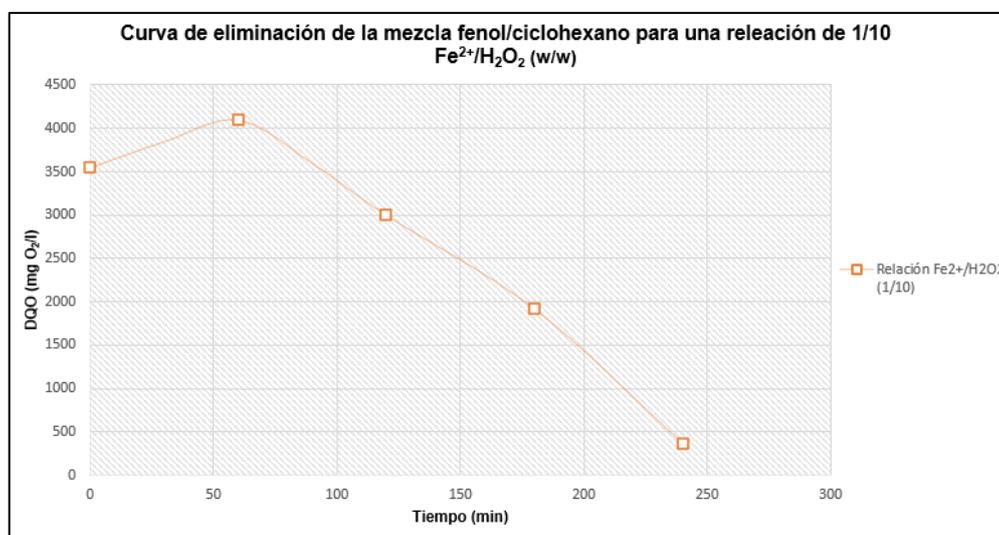
Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/5 w/w.



La Figura 17 muestra la curva de eliminación de la mezcla del contaminante sintético fenol/ciclohexano para una relación de reactivo Fenton Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w donde se realizaron las pruebas empleando la concentración inicial de $127\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ / $8000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de fenol/ciclohexano respectivamente, posterior a la adición del contaminante se procedió analizar una muestra de 10 mL obteniendo una DQO igual a $3550\text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, durante el desarrollo del proceso se evidencia un incremento en la DQO a los 60 min, sin embargo, se logra obtener una reducción del 15% respecto a la concentración inicial a los 120 min de operación, al continuar con el proceso se evidencia una reducción máxima del 90.9% a los 240 min de operación.

Figura 17

Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano para una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w.

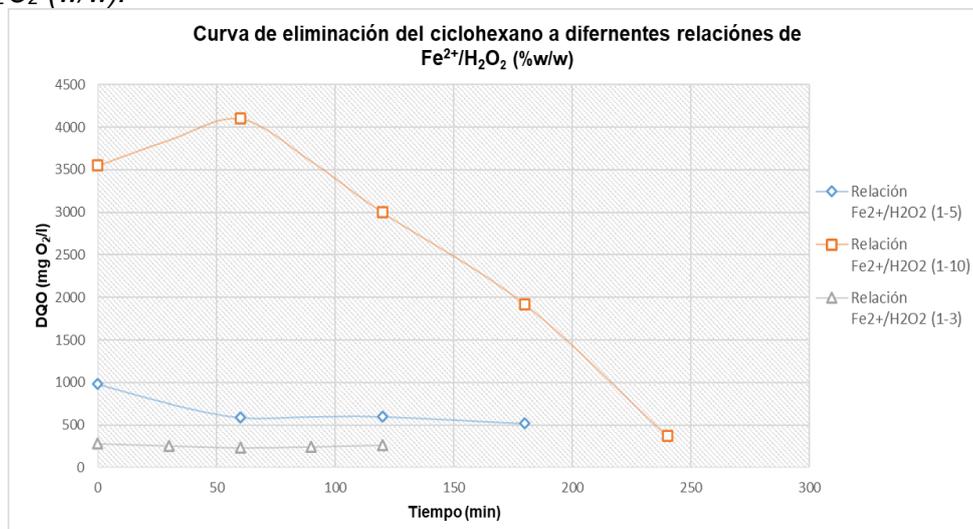


A continuación, en la Figura 18 se aprecia las diferentes curvas de reducción de la DQO para una mezcla con concentración de fenol/ciclohexano igual a $127\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}/8000\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ respectivamente y diferente relación del reactivo Fenton tales como Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w, 1/5 w/w y 1/10 w/w. Se observa que la DQO disminuye con el tiempo en las tres relaciones analizadas. Las tendencias de reducción para la relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w y 1/5 w/w muestran un patrón similar en cuanto a la tendencia en la reducción de la DQO. Sin embargo, la razón de Fe^{2+}/H_2O_2 equivalente a 1/3 w/w presenta una tasa de reducción mucha más lenta, lo que indica que se requiere un tiempo más prolongado para lograr mayor reducción o se logró la máxima reducción a los valores obtenidos.

En base al gráfico se evidencia que para obtener valores de la demanda química de oxígeno menores a los $500\text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$ se requiere un tiempo total de 240 min cuando la relación del reactivo Fenton Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/10 w/w, 180 min cuando la relación del reactivo Fenton es Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/5 w/w y cuando la relación es Fe^{2+}/H_2O_2 1/3 w/w los valores obtenidos están siempre por debajo de los $300\text{ mgO}_2\cdot\text{L}^{-1}$, esto evidencia una descomposición inmediata para el último caso de relación mencionada.

Figura 18

Decaimiento en la eliminación de la mezcla fenol/ciclohexano a diferentes relaciones de Fe^{2+}/H_2O_2 (w/w).



A continuación, se muestra el porcentaje de reducción de la demanda química de oxígeno con el avance del tiempo.

Tabla 14

Porcentajes de remoción de la mezcla fenol-ciclohexano.

Fe^{2+} / H_2O_2	Tiempo (min)					% remoción en 2 horas	% remoción final
	0	60	120	180	240		
1/3 (DQO)	284	232	266	-	-	93%	93%
1/5 (DQO)	980	590	600	520	-	85%	85%
1/10 (DQO)	3550	4100	3000	1920	371	15%	90%

Nota: elaboración propia (Reyes, 2024).

5.2 Discusión de resultados

Según los resultados del trabajo desarrollado se encontró una remoción del 100% de la DQO de una solución con contaminante sintético de fenol cuando fue tratado con el reactivo Fenton en una relación de Fe^{2+}/H_2O_2 de 1/3 w/w para un tiempo máximo de 120 min, al comparar este porcentaje de remoción frente al de Salas & Neptali (2010) donde se logró una remoción al 90% de la DQO evidenciando la alta efectividad del proceso electro-Fenton frente a la remoción del fenol.

Por otro lado, en las investigaciones que realizó Valderrama et al (2016) encontraron una máxima remoción de hasta el 40% de la DQO; sobre una muestra de lixiviados de

relleno sanitario cuando se emplearon relaciones de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ equivalente a 1/2 w/w, al comparar esta relación con nuestro resultado obtenidos en la remoción del fenol y ciclohexano evidenciamos una mayor remoción al trabajar con relaciones de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w, esto evidencia que aparte de la relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ es importante tener presente el tipo de contaminante sobre el cual actúa el reactivo Fenton.

Para comprender en qué medida el proceso electro-Fenton influye en la descomposición del fenol es esencial analizar los resultados obtenidos en Figura 10 de acuerdo con la literatura existente, los resultados del presente trabajo de investigación muestran una visión de la tendencia de descomposición del fenol frente al reactivo electro-Fenton en función del tiempo. Al comparar nuestros hallazgos con trabajos de investigación previas tal es el caso de Apydin (2014), surgen notables similitudes principalmente en la relación del reactivo Fenton en donde se muestra una mayor eficiencia a bajas concentraciones de H_2O_2 logrando reducir significativamente la DQO del contaminante sintético en el menor tiempo posible.

Los resultados de la descomposición del fenol Figura 10, del ciclohexano Figura 14 y de la mezcla fenol/ciclohexano como se muestra en el Figura 18 mostraron una tendencia de reducción para las tres relaciones estudiadas $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ de 1/3 w/w, 1/5 w/w, 1/10 w/w, al comparar este resultado con lo estudiado por Dominguez et al. (2018) donde encontró una degradación completa de $10 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ de solución de Lindano a diferentes concentraciones inicial de los contaminantes presentes, se evidencia una relación en donde la cantidad inicial de los contaminantes encontrados en el medio no afecta el desarrollo del proceso, únicamente afecta el tiempo de operación para lograr los mismos resultados de porcentaje de degradación de la DQO.

Desde una perspectiva teórica y conceptual, las tendencias en la descomposición del contaminante sintético fenol/ciclohexano con la relación de $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ equivalente a 1/10 w/w, proporcionan menor eficiencia producto de la generación de reacciones secundarias ocasionadas por el exceso de H_2O_2 conduciendo a la generación de radicales

menos reactivos como el perhidroxilo como se muestra en la Tabla 1. Por esta razón, es necesario un tiempo de proceso más prolongado para lograr altos porcentajes en la reducción de la demanda química de oxígeno.

Conclusiones

El proceso electro-Fenton influyó en la remoción de compuestos orgánico-refractarios contenidos en un agua residual sintética. La relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w aportó en mayor medida en la remoción.

La relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/3 w/w permitió una remoción del fenol y ciclohexano contenidos en un agua residual sintética de hasta 93% para un tiempo de proceso de 2 horas.

La relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/5 w/w condujo a una remoción de fenol y ciclohexano contenidos en un agua residual sintética de 85% para un tiempo de proceso de tres horas, sin embargo, solo se obtuvo una remoción del 83% para un tiempo de proceso de 2 horas.

La relación $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ 1/10 w/w condujo a una remoción de fenol y ciclohexano contenidos en un agua residual sintética de 90% para un tiempo de proceso de cuatro horas, sin embargo, solo se obtuvo una remoción del 15% para un tiempo de proceso de 2 horas

Recomendaciones

Se recomienda trabajar con relaciones Fenton mayores a 1/3 a fin de verificar si se puede realizar en menor tiempo la remoción de contaminantes orgánicos refractarios contenidos en un agua residual sintética utilizando el proceso electro-Fenton

Se recomienda usar viales de bajo rango (0 a 150 mg.L⁻¹) a fin de tener una mejor resolución en la determinación de la concentración del DQO cuando se trabaja con la relación del reactivo Fenton Fe²⁺/H₂O₂ 1/3 w/w.

Se recomienda usar viales de bajo rango (0 a 150 mg.L⁻¹) a fin de tener una mejor resolución en la determinación de la concentración del DQO cuando se trabaja con la relación del reactivo Fenton Fe²⁺/H₂O₂ 1/5 w/w.

Se recomienda no trabajar con relaciones del reactivo Fenton menores o iguales a 1/10 w/w, ya que requieren mayor tiempo del proceso y no logran altos porcentajes de remoción de DQO comparados con los resultados obtenidos a relaciones más altas del reactivo Fenton.

Referencias bibliográficas

- Airtecnicos. (2023, August 20). *Tecnología de Radicales Hidroxilos*.
https://www.airtecnicos.com/es/tecnologia/seguridad-de-la-exposicion-a-radicales-hidroxilo-a-largo-plazo#_ftnref2
- Anaya, F. (2019). Tratamiento de aguas residuales con colorantes reactivos mediante proceso de oxidación avanzada Fenton y variantes. *Revista de Investigación de Agroproducción Sustentable*, 3(1), 55. <https://doi.org/10.25127/aps.20191.483>
- Apaydin, Ö. (2014). Reduction of COD in wastewater from a textile industry by Electro-fenton process. In *Global NEST Printed in Greece. All rights reserved Apaydin Ö* (Vol. 16, Issue X).
- Arias, D., & Cangalaya, L. (2023). *Manual del Tesista*.
- Bermeo, M., & Tinoco, Ó. (2016). *Remoción de colorantes de efluente sintético de industria textil aplicando tecnología avanzada de electrocoagulación Removal dyes textile effluent applying advanced technology of electrocoagulation* (Vol. 19).
- Brillas, E., & Casado, J. (2002). *Aniline degradation by Electro-Fenton and peroxi-coagulation processes using a flow reactor for wastewater treatment*.
www.elsevier.com/locate/chemosphere
- Castañeda, A. (2014). PROCESOS DE OXIDACIÓN AVANZADA APLICADOS EN EL TRATAMIENTO DE AGUAS DE LA INDUSTRIA DEL PETRÓLEO. *Especialización En Recursos Hídricos y Medio Ambiente*, 1–47.
- Chang, R., & Goldsby, K. (2013). *Química* (11th ed., Vol. 1). Mc Graw Hill.

- Chávez, E., De La Rosa, C., Martínez, C., & Peralta, J. (2013). On-site Hydrogen Peroxide Production at Pilot Flow Plant: Application to Electro-Fenton Process. In *Int. J. Electrochem. Sci* (Vol. 8). www.electrochemsci.org
- Clemente, A., Chica, E., & Peñuela, G. (2014). Aplicación del proceso Fenton en el tratamiento de aguas residuales de origen petroquímico. *Ingeniería y Competitividad*, 16(2), 211–223.
- Deng, Y., & Zhao, R. (2015). Advanced Oxidation Processes (AOPs) in Wastewater Treatment. In *Current Pollution Reports* (Vol. 1, Issue 3, pp. 167–176). Springer. <https://doi.org/10.1007/s40726-015-0015-z>
- Do, T. M., Byun, J. Y., & Kim, S. H. (2017). An electro-Fenton system using magnetite coated metallic foams as cathode for dye degradation. *Catalysis Today*, 295, 48–55. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2017.05.016>
- Dominguez, C., Oturan, N., Romero, A., Santos, A., & Oturan, M. (2018). Optimization of electro-Fenton process for effective degradation of organochlorine pesticide lindane. *Catalysis Today*, 313, 196–202. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2017.10.028>
- Forero, J. E., Ortíz, O. P., & Rios, F. (2005). Aplicación de procesos de oxidación avanzada como tratamiento de fenol en aguas residuales industriales de refinería. *Redalyc*, 3, 97–109.
- Gamarra, C., & La Rosa, A. (n.d.). DECOLORACIÓN DEL ANARAJADO DE METILO EMPLEANDO EL SISTEMA FENTON. In *Rev Soc Quím Perú* (Vol. 80, Issue 1).

- Gonawala, S. (n.d.). ELECTRO FENTON PROCESS: MODERN METHOD OF WASTEWATER TREATMENT. *IJARESM International Journal of Advanced Research in Engineering, Science & Management*, 1–3. www.ijaresm.net
- Hermosilla, D., Cortijo, M., & Huang, C. P. (2009). Optimizing the treatment of landfill leachate by conventional Fenton and photo-Fenton processes. *Science of the Total Environment*, 407(11), 3473–3481. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2009.02.009>
- Hu, L., Liu, Z., He, C., Wang, P., Chen, S., Xu, J., Wu, J., Wang, L., & Wang, H. (2019). Ferrous-oxalate-decorated polyphenylene sulfide fenton catalytic microfiber for methylene blue degradation. *Composites Part B: Engineering*, 176. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107220>
- Kuleyin, A., Gök, A., & Akbal, F. (2021). Treatment of textile industry wastewater by electro-Fenton process using graphite electrodes in batch and continuous mode. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9(1). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104782>
- Kurt, U., Apaydin, O., & Gonullu, T. (2007). Reduction of COD in wastewater from an organized tannery industrial region by Electro-Fenton process. *Journal of Hazardous Materials*, 143(1–2), 33–40. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.08.065>
- Li, D., & Liu, S. (2019). Detection of River Water Quality. In *Water Quality Monitoring and Management* (pp. 211–220). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-811330-1.00007-7>
- Long, C., Ameet, P., & Akram, N. (2019). Activated Carbon as a Cathode for Water Disinfection through the Electro-Fenton Process. *Environmental Catalysis in Advanced Oxidation Processes*, 9(7), 600–601.

- López, B., Lopes, G., Silva, A., Flores, C., & Pantoja, P. (2017). Optimal conditions for oxidizing phenol in water by fenton and photo-fenton processes. In *Rev Soc Quím Perú* (Vol. 83, Issue 4).
- Marin, R., Roa-Morales, G., Peralta, E., Natividad, R., Romero, R., & Balderas, P. (2012). *ELECTROGENERACIÓN DE PERÓXIDO DE HIDRÓGENO*.
- Mendez, R. I., Pietrogiovanna, J. alfredo, Santos, B., Sauri, M. R., Giácoman, G., & Castillo, E. (2010). DETERMINACIÓN DE LA DOSIS ÓPTIMA DE REACTIVO FENTON EN UN TRATAMIENTO DE LIXIVIADOS POR FENTON-ADSORCIÓN. *Rev. Int. Contam. Ambie.*, 26(3), 211–220.
- Najafinejad, M. S., Chianese, S., Fenti, A., Iovino, P., & Musmarra, D. (2023). Application of Electrochemical Oxidation for Water and Wastewater Treatment: An Overview. In *Molecules* (Vol. 28, Issue 10). MDPI. <https://doi.org/10.3390/molecules28104208>
- Ñaupas, H., Mejía, E., Novoa, E., & Villagómez, A. (2013). *Metodología de la investigación: Cuantitativa - Cualitativa y Redacción de la Tesis, 4ta Edición*.
- Oturan, M. A., & Aaron, J. J. (2014). Advanced oxidation processes in water/wastewater treatment: Principles and applications. A review. In *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* (Vol. 44, Issue 23, pp. 2577–2641). <https://doi.org/10.1080/10643389.2013.829765>
- Panizza, M., & Cerisola, G. (2008). Electrochemical generation of H₂O₂ in low ionic strength media on gas diffusion cathode fed with air. *Electrochimica Acta*, 54(2), 876–878. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2008.07.063>

- Panizza, M., & Oturan, M. A. (2011). Degradation of Alizarin Red by electro-Fenton process using a graphite-felt cathode. *Electrochimica Acta*, 56(20), 7084–7087. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2011.05.105>
- Pérez, J. F., Llanos, J., Sáez, C., López, C., Cañizares, P., & Rodrigo, M. A. (2017). The jet aerator as oxygen supplier for the electrochemical generation of H₂O₂. *Electrochimica Acta*, 246, 466–474. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.06.085>
- Pérez, J. F., Llanos, J., Sáez, C., López, C., Cañizares, P., & Rodrigo, M. A. (2018). The pressurized jet aerator: A new aeration system for high-performance H₂O₂ electrolyzers. *Electrochemistry Communications*, 89, 19–22. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2018.02.012>
- Pisarevsky, A., Polozova, I., & Hockridge, P. (2005). Chemical Oxygen Demand. In *Russian Journal of Applied Chemistry* (Vol. 78, Issue 1).
- Pushpalatha, M., & Krishna, M. (2017). Impact factor: 4.295 Electro-Fenton Process for Waste Water Treatment A Review. In *International Journal of Advance Research*. www.ijariit.com
- Reyes, G. (2023). *Proceso electro-Fenton y remoción de compuestos orgánicos refractarios contenido en un agua residual sintética*.
- Rosales, E., Pazos, M., & Sanromán, M. A. (2012). Advances in the Electro-Fenton Process for Remediation of Recalcitrant Organic Compounds. In *Chemical Engineering and Technology* (Vol. 35, Issue 4, pp. 609–617). <https://doi.org/10.1002/ceat.201100321>

- Rubí-Juárez, H. (2020). Procesos de Oxidación Avanzada y Electroquímicos para Remover Edulcorantes Artificiales del Agua. *Cultura Científica y Tecnológica*, 17(1), 1–14. <https://doi.org/10.20983/culcyt.2020.1.3.1>
- Salas C. (2010). TRATAMIENTO POR OXIDACIÓN AVANZADA (REACCIÓN FENTON) DE AGUAS RESIDUALES DE LA INDUSTRIA TEXTIL. In *Rev. Per. Quím. Ing. Quím* (Vol. 13, Issue 1).
- Salas, G., & Ale, N. (2008). TRATAMIENTO DE LAS AGUAS RESIDUALES DE UNA REFINERÍA DE PETRÓLEO POR OXIDACIÓN AVANZADA (AOX), USANDO EL REACTIVO FENTON (H₂O₂/FE²⁺). In *rev. Per. Quím. ing. Quím* (Vol. 11, Issue 2).
- Sandhwar, V. K., & Prasad, B. (2017). Comparative study of electrochemical oxidation and electrochemical Fenton processes for simultaneous degradation of phthalic and paratoluic acids from aqueous medium. *Journal of Molecular Liquids*, 243, 519–532. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2017.08.016>
- Sani, S., Dashti, A. F., & Adnan, R. (2020). Applications of Fenton oxidation processes for decontamination of palm oil mill effluent: A review. In *Arabian Journal of Chemistry* (Vol. 13, Issue 10, pp. 7302–7323). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.08.009>
- Senthilnathan, J., Selvaraj, A., Younis, S. A., Kim, K. H., & Yoshimura, M. (2020). An upgraded electro-Fenton treatment of wastewater using nanoclay-embedded graphene composite prepared via exfoliation of pencil rods by submerged liquid plasma. *Journal of Hazardous Materials*, 397. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122788>

- Shoorangiz, M., Nikoo, M. R., Salari, M., Rakhshandehroo, G. R., & Sadegh, M. (2019). Optimized electro-Fenton process with sacrificial stainless steel anode for degradation/mineralization of ciprofloxacin. *Process Safety and Environmental Protection*, 132, 340–350. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2019.10.011>
- Valderrama, M., Javier, C., Del Águila, M., Michel, E., Pio, C., & Erika, L. (2016). OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO FENTON EN EL TRATAMIENTO DE LIXIVIADOS DE RELLENOS SANITARIOS FENTON PROCESS OPTIMIZATION IN THE TREATMENT OF LANDFILL LEACHATES LIXIVIATED. In *Rev Soc Quím Perú* (Vol. 82, Issue 4).
- Wang, Y., Shao, Z., & Yi, X. (2020). Novel Fenton-biological combined process at neutral pH by virtue of endogenous acidification and fungal degradation: Performance and cost analysis in the lab-scale study. *Chemical Engineering Journal*, 399. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125745>
- Zhang, M. hui, Dong, H., Zhao, L., Wang, D. xi, & Meng, D. (2019). A review on Fenton process for organic wastewater treatment based on optimization perspective. In *Science of the Total Environment* (Vol. 670, pp. 110–121). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.03.180>
- Zhou, L., Hu, Z., Zhang, C., Bi, Z., Jin, T., & Zhou, M. (2013). Electrogeneration of hydrogen peroxide for electro-Fenton system by oxygen reduction using chemically modified graphite felt cathode. *Separation and Purification Technology*, 111, 131–136. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.03.038>
- Zhou, W., Gao, J., Ding, Y., Zhao, H., Meng, X., Wang, Y., Kou, K., Xu, Y., Wu, S., & Qin, Y. (2018). Drastic enhancement of H₂O₂ electro-generation by pulsed current for ibuprofen degradation: Strategy based on decoupling study on H₂O₂ decomposition

pathways. *Chemical Engineering Journal*, 338, 709–718.

<https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.12.152>

Zhou, W., Gao, J., Kou, K., Meng, X., Wang, Y., Ding, Y., Xu, Y., Zhao, H., Wu, S., & Qin, Y. (2018). Highly efficient H₂O₂ electrogeneration from O₂ reduction by pulsed current: Facilitated release of H₂O₂ from porous cathode to bulk. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 83, 59–63. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2017.10.041>

