

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ
ESCUELA DE POSGRADO



**DEGRADACIÓN DE ÁCIDO PALMÍTICO EN MEDIO ACUOSO MEDIANTE
EL USO DE FIELTROS DE GRAFITO MODIFICADOS**

Tesis para optar el grado de Magíster en Química que presenta

ANGEL GIULIANO CASTRO ANGULO

Dirigido por

DR. MAYNARD JORGE KONG MORENO

San Miguel, 2017

i

RESUMEN

En el presente trabajo de tesis se degrada ácido palmítico mediante peroxicoagulación. Como primera etapa del trabajo de investigación se preparan los electrodos mediante la electrodeposición de hierro en fieltro de grafito. Para ello se utiliza la sal de Mohr como electrólito precursor en medio ácido. En la segunda etapa se electrogenera peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente mediante una celda electrolítica compuesta por un electrodo de fieltro recubierto con hierro como cátodo, y un electrodo del fieltro sin modificar como ánodo. Se introduce oxígeno medicinal en el cátodo para ayudar a la electro-generación del peróxido de hidrógeno. Se mide las concentraciones de peróxido de hidrógeno por permanganometría y se determina que son afectadas por la densidad de corriente aplicada. En la tercera etapa del trabajo se realiza la degradación del ácido graso en forma de emulsión a diferentes densidades de corriente. La degradación se cuantifica mediante la medición de turbidez y DQO. En la degradación del ácido graso se logra reducir la DQO en algunos casos desde 654,83 mg O₂/L hasta 28,87 mg O₂/L, y en el caso de la turbidez se reduce desde 88 NTU hasta 1,93 NTU.

Se caracteriza microscópicamente por SEM-EDS el fieltro de grafito recubierto con hierro. Mediante espectroscopía de absorción atómica, se logra cuantificar tanto la cantidad de hierro depositada sobre el fieltro grafitico, así como la que se desprende de este fieltro. Por voltametría cíclica se muestra la capacidad de este electrodo de generar irreversiblemente peróxido de hidrógeno. Por difracción de rayos X se determina la estructura interna del recubrimiento depositado en el fieltro de grafito.

ÍNDICE GENERAL

	Página
I. INTRODUCCIÓN	1
II PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN	2
III FORMULACIÓN DEL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN	3
IV APORTE Y RELEVANCIA DE LA INVESTIGACIÓN	4
V OBJETIVOS	5
V.1 Objetivo general	5
V.2 Objetivos específicos	5
VI MARCO TEÓRICO	6
VI.1 Ácidos grasos	6
VI.2 Ácido palmítico	6
VI.3 Tritón X-100	6
VI.4 Demanda química de Oxígeno	7
VI.5 Turbidez	7
VI.6 Filtro de grafito	7
VI.7 Filtro de grafito basado en rayón Carbocon B-22	9
VI.8 Procesos avanzados de oxidación	10
VI.9 Proceso electro-Fenton	11
VI.10 Peroxicoagulación	12
VII METODOLOGÍA	13
VII.1 Reactivos	13
VII.2 Materiales	13
VII.3 Equipos	14
VII.4 Preparación del electrodo modificado	11
VII.5 Generación electrolítica y determinación del contenido de peróxido de hidrógeno	16
VII.6 Preparación de las muestras acuosas de ácido palmítico y su tratamiento electroquímico	17
VII.7 Medición de la DQO de las muestras de ácido palmítico tratadas electroquímicamente	20
VII.8 Medición de la turbidez	22
VII.9 Medición de la masa de Fe depositado en el filtro	22
VII.10 Voltametría cíclica	23
VIII REPORTE Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES	24
VIII.1 Generación de peróxido de hidrógeno utilizando como electrodos filtros de grafito sin modificar	24
VIII.2 Generación de peróxido de hidrógeno utilizando cátodos de filtro grafito sin modificar y ánodos del filtro recubiertos electrolíticamente con Fe	27
VIII.3 Comparación de H ₂ O ₂ generado usando una celda con	31

	electrodos de fieltro gráfico sin modificar y una celda con ánodo del fieltro recubierto con hierro	
VIII.4	Medición de la turbidez en el tratamiento electroquímico de la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100	36
VIII.5	Curva de calibración fotométrica para la determinación de la DQO en las soluciones acuosas estándar de biftalato de potasio	40
VIII.6	Mediciones fotométricas en emulsiones acuosas de ácido palmítico estabilizadas con Triton X-100	41
VIII.7	DQO del producto de la degradación de la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100	42
VIII.8	Determinación de los valores de DQO correspondiente al ácido palmítico en medio acuoso	47
VIII.9	Curva de calibración del Fe para la absorción atómica	52
VIII.10	Evaluación de la estabilidad del hierro depositado en el fieltro ante oxidación anódica	53
VIII.11	Microscopía SEM-EDS del fieltro recubierto con hierro	54
VIII.12	Difracción de rayos X para el recubrimiento del fieltro de grafito	56
VIII.13	Voltametría cíclica del fieltro de grafito recubierto con hierro	58
IX	CONCLUSIONES	60
X	RECOMENDACIONES	62
XI	BIBLIOGRAFÍA	63

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1	Filtro de grafito	8
Figura 2	Micrografía del filtro de grafito a base rayón	8
Figura 3	Micrografía del filtro a base de PAN	9
Figura 4	Celdas de electro-fenton	10
Figura 5	Peroxi-coagulación	10
Figura 6	Celda utilizada en la electrodeposición	14
Figura 7	Ánodo de acero inoxidable C-304L	15
Figura 8	Cátodo de filtro de grafito	15
Figura 9	Celda con electrodos de filtro de grafito	16
Figura 10	Celda de generación de peróxido de hidrógeno en funcionamiento	17
Figura 11	Muestra de ácido palmítico en forma de emulsión	18
Figura 12	Tratamiento electroquímico del ácido palmítico en emulsión	19
Figura 13	Viales con el producto del tratamiento electroquímico de la emulsión de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100	20
Figura 14	Muestras con dicromato de potasio en medio ácido	21
Figura 15	Digestor de las muestras Nanocolor Vario C2	21
Figura 16	Turbidímetro Lovibond	22
Figura 17	Peróxido de hidrógeno generado a 5 mA/cm ² con cátodo y ánodo de filtro de grafito sin recubrir	24
Figura 18	Peróxido de hidrógeno generado a 10 mA/cm ² con cátodo y ánodo de filtro de grafito sin recubrir	25
Figura 19	Peróxido de hidrógeno generado a 15 mA/cm ² con cátodo y ánodo de filtro de grafito sin recubrir	25
Figura 20	Peróxido de hidrógeno generado a 20 mA/cm ² con cátodo y ánodo de filtro de grafito sin recubrir	26
Figura 21	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente eléctrica utilizando filtros de grafito sin recubrir	26
Figura 22	Peróxido de hidrógeno generado a 5 mA/cm ² con cátodo de filtro de grafito sin recubrir y ánodo de filtro de grafito recubierto con hierro.	28
Figura 23	Peróxido de hidrógeno generado a 10 mA/cm ² con cátodo de filtro de grafito sin recubrir y ánodo de filtro de grafito recubierto con hierro	29
Figura 24	Peróxido de hidrógeno generado a 15 mA/cm ² con cátodo de filtro de grafito sin recubrir y ánodo de filtro de grafito recubierto con hierro	29
Figura 25	Peróxido de hidrógeno generado a 20 mA/cm ² con cátodo de	30

	fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro	
Figura 26	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente utilizando cátodo de fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro	30
Figura 27	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 5 mA/cm ² utilizando las celdas de configuración A y B	32
Figura 28	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 10 mA/cm ² utilizando la configuración de electrodos A y B	33
Figura 29	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 15 mA/cm ² utilizando la configuración de electrodos A y B	34
Figura 30	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 20 mA/cm ² utilizando la configuración de electrodos A y B	35
Figura 31	Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 5 mA/cm ²	37
Figura 32	Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 10 mA/cm ²	37
Figura 33	Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 15 mA/cm ²	38
Figura 34	Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 20 mA/cm ²	38
Figura 35	Comparación de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico tratado electroquímicamente a diferentes densidades de corriente	39
Figura 36	Curva de calibración del patrón biftalato de potasio para la determinación de la DQO	40
Figura 37	Medición de absorbancias para diferentes concentraciones de ácido palmítico en emulsión acuosa estabilizada con Triton X-100.	41
Figura 38	Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 5 mA/cm ²	42
Figura 39	Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 10 mA/cm ²	43
Figura 40	Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 15 mA/cm ²	44

Figura 41	Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 20 mA/cm ² .	45
Figura 42	Comparación en la evolución de valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con diferentes densidades de corriente	46
Figura 43	Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 5 mA/cm ²	48
Figura 44	Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 10 mA/cm ²	49
Figura 45	Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 15 mA/cm ²	50
Figura 46	Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 20 mA/cm ²	51
Figura 47	Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, para diferentes densidades de corriente de tratamiento electroquímico	52
Figura 48	Curva de calibración para determinar la concentración de hierro mediante absorción atómica	53
Figura 49	Micrografía del recubrimiento del fieltro de grafito	55
Figura 50	Espectro EDS para el recubrimiento del fieltro de grafito depositado electrolíticamente	55
Figura 51	Difractograma del recubrimiento raspado del fieltro de grafito con sus minerales identificados	57
Figura 52	Representación gráfica de la composición porcentual del recubrimiento del fieltro de grafito	58
Figura 53	Voltamograma (I vs. E) del fieltro de grafito modificado con hierro. Se usó una ventana de -1 a 1 V y una velocidad de barrido de 10 mV/s	58
Figura 54	Voltamograma diferencial (dI/dE vs E) del fieltro de grafito modificado con hierro. Se usó una ventana de -1 a 1 V y una velocidad de barrido de 10 mV/s	59

ÍNDICE DE TABLAS

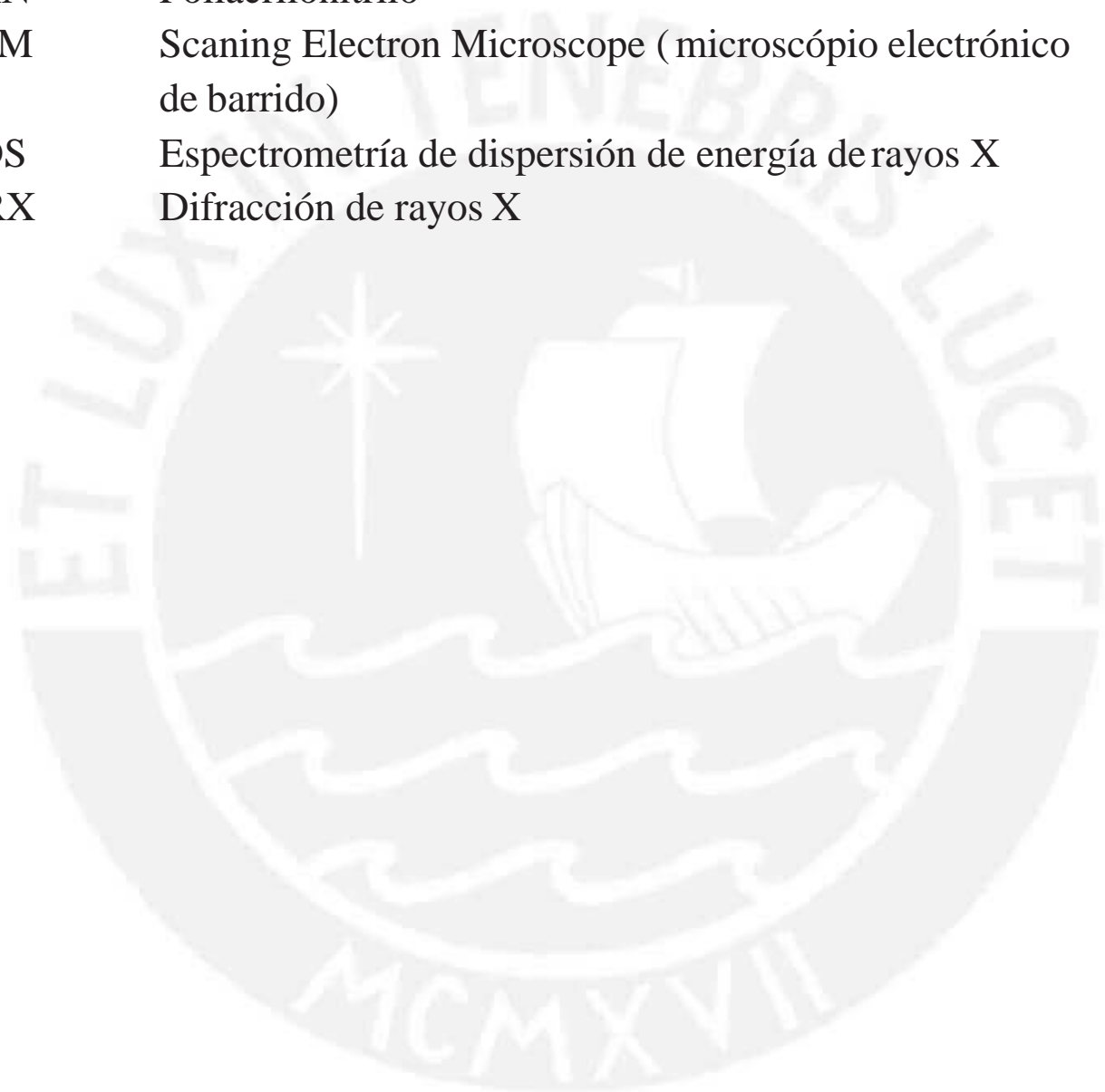
Tabla 1	Propiedades físicas del ácido palmítico	6
Tabla 2	Propiedades físicas y químicas del Triton X-100	7
Tabla 3	Especificaciones técnicas del fieltro de grafito Carbocon-B-22	10
Tabla 4	Potenciales estándares de reducción de algunos agentes oxidantes	10
Tabla 5	Configuración de los electrodos en la generación de peróxido de hidrógeno	16
Tabla 6	Concentraciones usadas en la preparación de las emulsiones	19
Tabla 7	Concentración (mM) de peróxido de hidrógeno generado a diferentes densidades de corriente eléctrica utilizando fieltros de grafito sin modificar	24
Tabla 8	Resultados de la generación de peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente eléctrica (mA/cm^2) utilizando como ánodo fieltro de grafito recubierto con hierro	28
Tabla 9	Configuración de celdas electroquímicas de acuerdo con la disposición de sus electrodos para la generación de H_2O_2	31
Tabla 10	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin modificar y fieltros recubiertos con hierro en el cátodo a $5 \text{ mA}/\text{cm}^2$	32
Tabla 11	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin recubrir y fieltro recubierto con hierro en el cátodo a $10 \text{ mA}/\text{cm}^2$	33
Tabla 12	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin recubrir y fieltro recubierto con hierro en el cátodo a $15 \text{ mA}/\text{cm}^2$	34
Tabla 13	Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin recubrir y fieltro recubierto con hierro en el cátodo a $20 \text{ mA}/\text{cm}^2$	35
Tabla 14	Turbidez de la emulsión acuosa del ácido palmítico con Triton X-100, luego de su tratamiento electroquímico en función del tiempo y de las densidades de corriente	36
Tabla 15	Curva de calibración para la determinación de la DQO	40
Tabla 16	Absorbancias para las emulsiones preparadas al variar la cantidad introducida de ácido palmítico	41
Tabla 17	DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente $5 \text{ mA}/\text{cm}^2$	42
Tabla 18	DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de	43

Tabla 19	ácido palmítico con una densidad de corriente de 10 mA/cm^2 DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 15 mA/cm^2 .	44
Tabla 20	DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 20 mA/cm^2	45
Tabla 21	Comparación entre valores de DQO en emulsiones acuosas de ácido palmítico sujetos al tratamiento electroquímico para diferentes tiempos y densidades de corriente	46
Tabla 22	Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 5 mA/cm^2 , por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100	47
Tabla 23	Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 10 mA/cm^2 , por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100	48
Tabla 24	Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 15 mA/cm^2 , por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100	49
Tabla 25	Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 20 mA/cm^2 , por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100.	50
Tabla 26	Comparación en la evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso, por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100, para diferentes densidades de corriente	51
Tabla 27	Absorbancias a diferentes concentraciones de hierro preparadas con solución patrón para la elaboración de la curva de calibración	53
Tabla 28	Resultados de la absorción atómica para el hierro depositado sobre el fieltro de grafito y para el hierro liberado en la solución utilizando como ánodo el fieltro modificado	54
Tabla 29	Elementos determinados por EDS en el recubrimiento del fieltro grafitico	56



LISTA DE ABREVIATURAS

I	Intensidad de corriente eléctrica
Q	Carga eléctrica
ppm	Partes por millón
t	Tiempo
NTU	Unidad nefelométrica de turbidez
AOP	Procesos avanzados de oxidación
DQO	Demanda química de oxígeno
PAN	Poliacrilonitrilo
SEM	Scanning Electron Microscope (microscópio electrónico de barrido)
EDS	Espectrometría de dispersión de energía de rayos X
DRX	Difracción de rayos X



I. INTRODUCCIÓN

Los procesos avanzados de oxidación (PAOs) ofrecen métodos muy eficientes para degradar contaminantes en medios acuosos [1]. Entre ellos destaca el método de electro-Fenton, donde se genera catódicamente peróxido de hidrógeno que luego es convertido catalíticamente por acción de Fe(II) a radicales de gran poder oxidante [2]. Diversos estudios han demostrado la gran capacidad de estos radicales en degradar compuestos orgánicos como productos farmacéuticos, colorantes, plaguicidas, compuestos aromáticos, fenoles, ácidos carboxílicos, etc., que son sumamente resistentes al tratamiento por métodos convencionales [3]–[6]

Entre los contaminantes presentes en las aguas residuales interesa mucho el tratamiento de ácidos grasos provenientes de diferentes tipos de industria, como la alimentaria, la acuicultura, la pesquera, etc., lo cual constituye un problema medioambiental [7].

En la presente investigación se propone estudiar la preparación y aplicación de electrodos de fieltro grafítico, modificados por deposición de hierro, para el tratamiento en medio acuoso del ácido palmítico. Esta especie servirá como molécula de prueba para modelar el comportamiento de ácidos grasos. En este estudio, el hierro presente en el fieltro funcionará como un precursor que catalizará la acción oxidativa del peróxido de hidrógeno del ácido palmítico disperso en fase acuosa.

II. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

El método electro-Fenton permite la degradación de compuestos orgánicos usualmente resistentes a la oxidación en medio acuoso [7]–[10]. Así, por ejemplo, se ha demostrado su uso efectivo en la degradación de naftalina y antraquinona en aguas residuales empleando cátodos de fieltro de grafito [11], y de ácidos carboxílicos mediante el uso de electrodos de diamante dopados con boro (Cañizares 2003). En este último caso, si bien los resultados de tratamiento son excelentes, hay la desventaja en cuanto al costo de estos electrodos para tratar grandes volúmenes de agua contaminada con ácidos grasos [3]. La posibilidad de usar electrodos de fieltro recubiertos con hierro presentaría la ventaja de ser más efectivos que la utilización de electrodos de fieltro sin recubrir, debido a la potencial acción catalítica de esta especie metálica en medio acuoso [12], y serían mucho más económicos de preparar que electrodos de diamante dopados con boro [3].

En la industria alimenticia, acuicultura y pesquera se generan una serie de residuos que luego entran en contacto con el agua residual [13]. Entre estos residuos aparecen los ácidos grasos, lo cual afecta la calidad del agua, no solo desde el punto de vista fisicoquímico, sino que también tiene un impacto de índole ambiental, económica y cultural [14]. En esta investigación se desarrollarán métodos electroquímicos que emplean electrodos de fieltro grafitico, recubiertos con hierro, para el tratamiento de este tipo de residuos en medio acuoso. Tales electrodos serían de bajo costo y efectivos para el tratamiento.

III. FORMULACIÓN DEL PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

¿De qué manera se puede mejorar la eficiencia en la degradación de ácidos grasos en medio acuoso utilizando métodos de oxidación avanzada?



IV. APORTE Y RELEVANCIA DE LA INVESTIGACIÓN

La presente investigación constituye una nueva variante de los procesos de oxidación avanzada, donde la novedad es el uso de cátodos modificados recubiertos con hierro metálico que permitirán obtener una mayor eficiencia en la degradación de ácidos grasos, en comparación a otros métodos convencionales de tratamiento de efluentes acuosos, además de ser un método económico debido al bajo costo del fieltro de grafito.



V. OBJETIVOS

V.1 Objetivos generales

Evaluar la eficiencia de la degradación electroquímica de ácido palmítico en medio acuoso empleando electrodos de fieltro de grafito modificado.

V.2 Objetivos específicos:

- Evaluar el efecto de la densidad de la corriente en la generación electrolítica de peróxido de hidrógeno utilizando como cátodo y ánodo fieltros de grafito sin modificar.
- Evaluar el efecto de la densidad de la corriente en la generación electrolítica de peróxido de hidrógeno utilizando como cátodo un fieltro de grafito sin modificar y como ánodo un fieltro de grafito recubierto electrolíticamente con hierro.
- Evaluar el efecto de la intensidad de la corriente eléctrica en la degradación electroquímica del ácido palmítico utilizando como cátodo un fieltro de grafito sin modificar y como ánodo un fieltro de grafito recubierto electrolíticamente con hierro.

VI. MARCO TEÓRICO

VI.1 Ácidos grasos

Tradicionalmente se consideraban como ácidos grasos a los ácidos monocarboxílicos saturados que generalmente presentan un número par de carbonos [15], pero con el tiempo se ha ido ampliando esta definición tradicional para incluir también especies moleculares con un número impar de carbonos, así como estructuras cíclicas, hidroxiladas, etc [16].

VI.2 Ácido palmítico

El ácido palmítico es un ácido graso saturado de 16 carbonos presente en una gran variedad de alimentos como la margarina, la carne, productos lácteos y aceites vegetales. Es utilizado en la industria de alimentos, farmacéutica y en la fabricación de jabones y detergentes [17]. En la tabla 1 se muestran algunas de sus propiedades físicas.

Tabla 1. Propiedades físicas del ácido palmítico [18]

Nombre	Ácido hexadecanoico
Fórmula	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
Masa molar	256,42 g/mol
Punto de fusión	63 °C
Punto de ebullición	351 °C
Densidad	0,81 g/mL
Solubilidad en agua	Insoluble

VI.3 Triton X-100

El Triton X-100 es un surfactante del tipo no iónico utilizado como detergente, humectante y emulsificante para mezclas de agua con aceite. Su manipulación se debe hacer con la protección adecuada como anteojos, guantes y ropa de protección ya que la exposición puede causar irritación a los ojos, la piel y vías respiratorias.

El Triton X-100 es soluble en agua y miscible en la mayoría de los solventes orgánicos polares y los hidrocarburos aromáticos, pero es insoluble en los hidrocarburos alifáticos, presenta buena estabilidad química en la mayoría de las

soluciones ácidas y alcalinas. En la tabla 2 se muestran algunas de sus propiedades físicas y químicas [19].

Tabla 2. Propiedades físicas y químicas del Triton X-100 [19]

Nombre	Octilfenolpolietoxietanol
Fórmula	$C_8H_{17}C_6H_4(OCH_2CH_2)_nOH$
Apariencia	Líquido claro a ligeramente turbio
Densidad a 25 °C	1,082 mg/L
Viscosidad a 25 °C	240 cP
pH	6-8
Punto de ebullición	270 °C
Punto de fusión	7 °C
Punto de inflamación	288 °C

VI.4 Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Es un indicador útil para apreciar el funcionamiento de las estaciones depuradoras, ya que cuantifica el contenido de materia de origen mineral que pueda reducir al oxígeno presente en el agua [20], [21].

VI.5 Turbidez

Es la medida del grado de claridad u opacidad del líquido debido a la presencia de partículas en suspensión. Cuantos más sólidos en suspensión haya en el líquido, más opaca será y más alta será la turbidez. La turbidez es considerada una medida muy importante de la calidad del agua[22].

VI.6 Filtro de grafito

El filtro grafitico se fabrica a partir de polímeros orgánicos. Posee una estructura tridimensional de redes de grafito conformadas por fibras con diámetros de 10 μm y, entre sus propiedades más importantes, funciona como un excelente adsorbente con altos valores de área superficial, alto contenido de volumen poroso, y buena conductividad eléctrica, aparte de ser un buen aislante térmico [23]. Este material será empleado en la presente investigación como

electrodo de trabajo, debido también a su flexibilidad mecánica y bajo costo. Existen básicamente dos tipos de fieltro, el fabricado a partir del rayón y el fabricado a partir del poliacrilonitrilo (PAN). El proceso de obtención del fieltro de grafito está ligado fuertemente a la temperatura, es decir, su estructura dependerá de las condiciones del tratamiento térmico como la velocidad de calentamiento, la temperatura y la atmósfera inerte del proceso [24]. En la figura 1 se muestra la presentación comercial de un rollo de fieltro de grafito.



Figura 1. Fieltro de grafito [25].

S. Zhong y colaboradores [26] realizaron un estudio comparativo de las propiedades de estos dos tipos de fieltro y concluyeron que el fieltro fabricado a partir de poliacrilonitrilo tiene mayor conductividad eléctrica que el fieltro fabricado a partir del rayón. Además, el fieltro basado en poliacrilonitrilo presenta una microestructura lisa y sólida, mientras que el fieltro basado en el rayón presenta una microestructura irregular. En las figuras 2 y 3, se muestran micrografías típicas de ambas microestructuras [24].

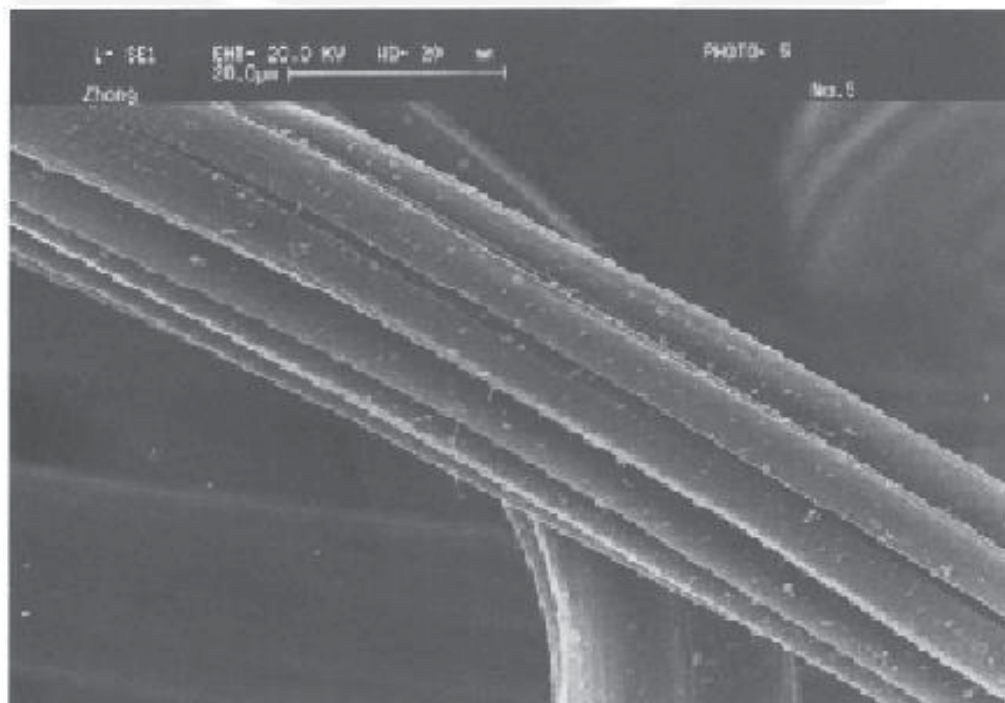


Figura 2. Micrografía del fieltro de grafito a base de rayón [26].

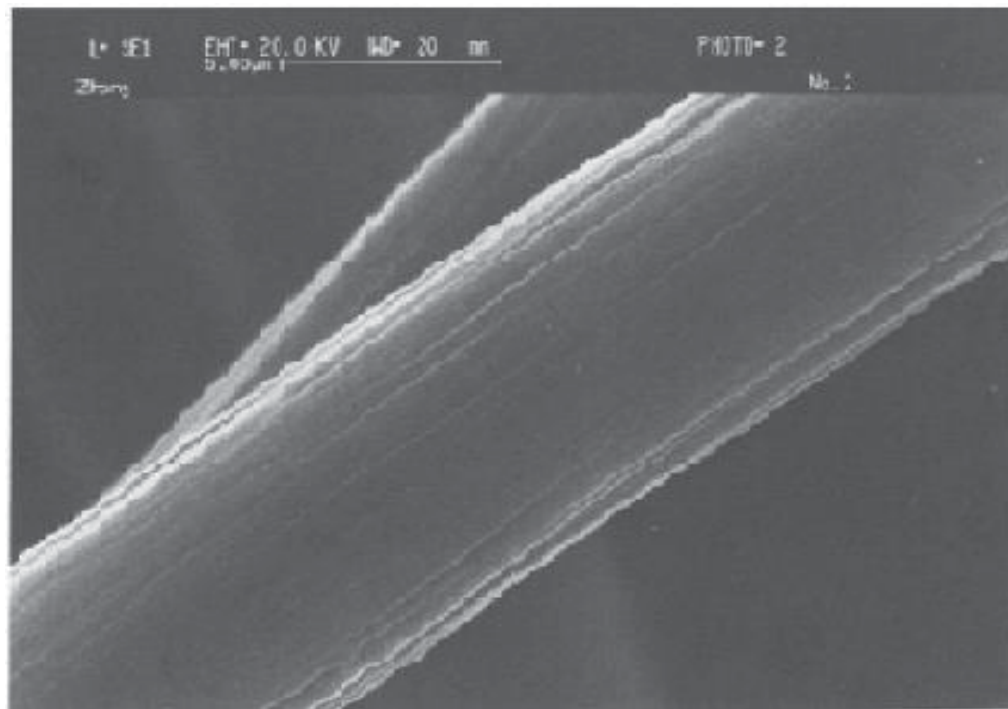


Figura 3. Micrografía del fieltro a base de PAN[26].

VI.7 Filtro de grafito basado en rayón Carbofon B-22

En el presente estudio se empleó el fieltro grafitico de Carbofon B-22, cuyas especificaciones técnicas se muestran en la tabla 3, sus propiedades y usos se detallan a continuación [25].

Propiedades

- Estable en ambientes inertes hasta 3000 °C
- Estable en ambientes oxidantes hasta 400 °C
- Menor conductividad térmica que los fieltros basados en PAN.
- Insensibilidad a la radiación electromagnética, nuclear o espacial.
- Alta estabilidad química frente a los ácidos, bases y solventes a temperaturas normales y altas.

Usos del Carbofon B-22

- Tecnología de reactores nucleares para absorción de neutrones.
- Absorbedor de ondas electromagnéticas.
- Filtros para gases y líquidos calientes y / o corrosivos.
- Aislamiento térmico de hornos de vacío.
- Cátodos para la extracción electroquímica de metales preciosos como oro, platino, paladio etc.
- Revestimientos para recipientes resistentes a la corrosión.
- Barra de respaldo para soldadura.
- Portador de catalizador.

Tabla 3. Especificaciones técnicas del fieltro de grafito Carbofon B-22 [25].

Espesor promedio	3 mm
Masa promedio por unidad de área	290 g/m ²
% de contenido de ceniza	0,1 - 0,5
Capacidad calorífica	800 J/(kg x K)
Conductividad térmica	0,07 - 0,5 W/(m x K)

VI.8 Procesos avanzados de oxidación

Los procesos avanzados de oxidación (Advanced Oxidation Process, AOP) están basados en la generación de radicales hidroxilo $\bullet\text{OH}$ que constituye un poderoso agente oxidante con un potencial de reducción de 2,8 V, solo superado por el flúor en las tablas de potenciales estándar de reducción, con un valor de 3,05 V [27]. En la tabla 4 se comparan los potenciales de reducción entre algunos de los oxidantes más fuertes, capaces de degradar materia orgánica, incluso la que no es biodegradable, mediante la oxidación hasta su completa mineralización en CO_2 , H_2O e iones inorgánicos [28].

Tabla 4. Potenciales estándares de reducción de algunos agentes oxidantes.[29].

Oxidante	Reacción de reducción	E°(V, 25 °C)
Flúor	$\text{F}_{2(\text{g})} + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{HF}$	3,05
Radical hidroxilo	$\bullet\text{OH} + \text{H}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}$	2,80
Ozono	$\text{O}_{3(\text{g})} + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{O}_{2(\text{g})} + \text{H}_2\text{O}$	2,075
Peróxido de hidrógeno	$\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	1,763
Ion permanganato	$\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3\text{e}^- \rightarrow \text{MnO}_2 + \text{H}_2\text{O}$	1,67
Ion dicromato	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ + 6\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cr}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O}$	1,36
Cloro	$\text{Cl}_{2(\text{g})} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cl}^-$	1,358
Oxígeno	$\text{O}_{2(\text{g})} + 4\text{H}^+ + 4\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	1,229

Los métodos tradicionales de tratamiento de efluentes acuosos, como el uso de carbón activado, ósmosis inversa, ultrafiltración, oxidación química, etc., no siempre son suficientes para obtener una calidad de agua acorde con la legislación [27]. Ante este problema, los procesos avanzados de oxidación (AOP) han mostrado una mayor efectividad en la degradación de compuestos orgánicos difíciles de eliminar, respecto a los métodos tradicionales anteriormente señalados. Por lo tanto, estos procesos AOP son recomendables para reemplazar, parcial o totalmente, a estos métodos convencionales de tratamiento [30].

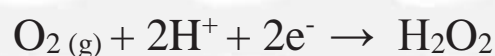
Entre las principales ventajas de los métodos de oxidación avanzada se tiene:

- Generalmente no producen subproductos que se tengan que degradar posteriormente.
- Generalmente se logra la total degradación del contaminante.
- Se pueden utilizar en rangos donde los métodos tradicionales no funcionan, por ejemplo, a concentraciones muy bajas.
- Mejoran las propiedades organolépticas del agua.

Entre los principales métodos AOP figuran la oxidación anódica, electro-Fenton y peroxi-coagulación, los cuales se describen a continuación.

VI.9 Proceso electro-Fenton

El proceso electro-Fenton es una tecnología basada en la electrogeneración del H_2O_2 por medio de la reducción del oxígeno suministrado al cátodo de una celda electrolítica (ver figura 4), que contiene un catalizador como por ejemplo, la sal sulfato ferroso. [31], [32]

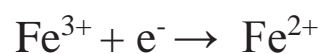


Una de las ventajas del electro-Fenton es que se puede generar de manera controlada y continua el peróxido de hidrógeno.

Este peróxido reacciona con el ion Fe^{2+} proveniente de la sal, produciendo el radical hidroxilo que posee un alto poder oxidante en la materia orgánica, como es el caso de los ácidos grasos:



Finalmente, el Fe^{3+} generado en la formación del radical hidroxilo se reduce en el cátodo para producir nuevamente iones Fe^{2+} y así iniciar el ciclo nuevamente [33].



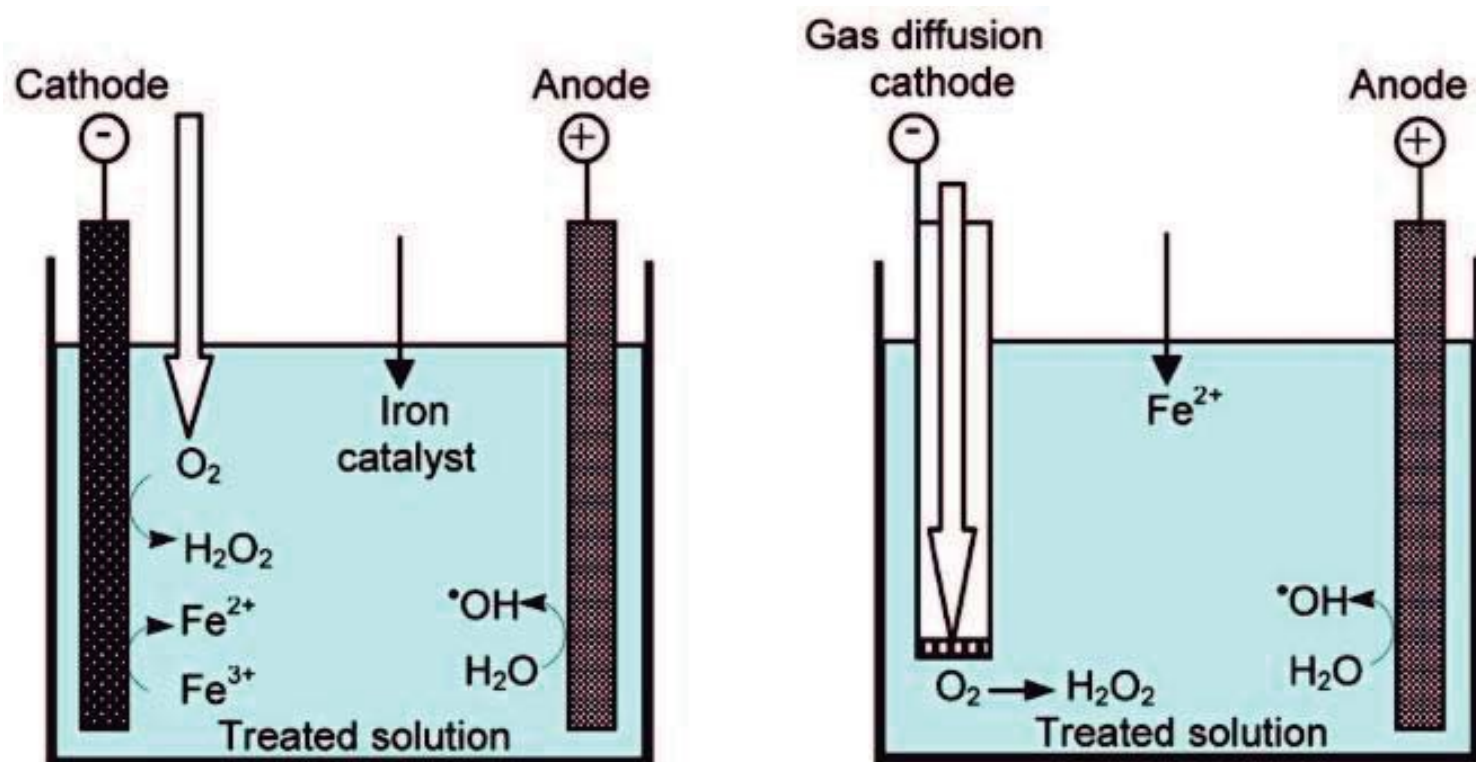


Figura 4. Celdas de electro-Fenton [29]

VI.10 Peroxi-coagulación

Es una variante del electro-Fenton en la que se utilizará un ánodo de hierro el cual proporcionará, por medio de la oxidación, el Fe^{2+} [29] (ver figura 5). Este proceso es más eficiente que el electro-Fenton y, los iones ferrosos y férricos en medio acuoso facilitarán la coagulación de componentes dispersos.

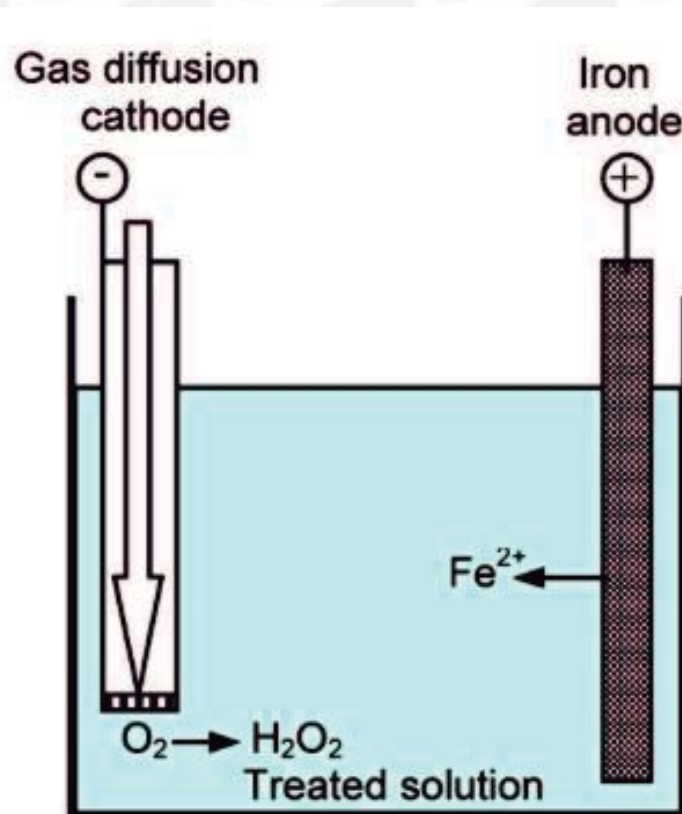
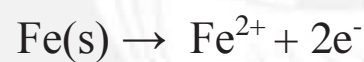


Figura 5. Peroxi-coagulación [29].

VII. METODOLOGÍA

VII.1 Reactivos

- Sulfato de sodio (Merck, 99,90 %)
- Permanganato de potasio (Merck, 99,80 %)
- Oxalato de sodio (Riedel -De Haen, 99,50 %)
- Sal de Mohr (CDH, 99 %)
- Dicromato de potasio (JT Baker, 99,00 %)
- Biftalato de potasio (JT Baker, 99,5 %)
- Sulfato mercúrico (Merck, 99,8 %)
- Ácido sulfúrico (Merck, 98,9 %)
- Ácido nítrico (Merck, 65 %)
- Ácido palmítico (Merck, 65 %)
- Tiras indicadoras de pH (Merck)
- Oxígeno medicinal (AGA 99,5 %)
- Triton X-100 (Merck, 99 %)
- Solución patrón de hierro (Merck, 1000ppm)

VII.2 Materiales

- Vasos de precipitados de 250 mL
- Tapas de acrilonitrilo butadieno estireno para la celda electrolítica
- Fiolas de 200 mL y 1 L
- Bureta de 28 mL
- Matraz de 250 mL
- Matraz kitasato de 500 mL
- Embudo filtrante de vidrio poroso
- Micropipeta Isolab (100-1000 μ)
- Pipeta volumétrica de 1 mL
- Pipeta graduada de 10 mL
- Pinza para bureta
- Soporte universal
- Filtro de grafito Carbocon B-22
- Electrodo de acero inoxidable C-304L 2 cm x 8 cm x 2 mm

VII.3 Equipos

- Fuente de poder digital Ledblink HY3003
- Cocinilla con agitador magnético Isolab
- Digestor de muestras Nanocolor Vario C2
- Espectrofotómetro UV/Vis Agilent 8453
- Equipo de absorción atómica Perkin Elmer Pinaacle 900H
- Microscopio electrónico SEM-EDS FEI Quanta 650
- Turbidímetro Lovibond Turbicheck
- Equipo de ultrasonido mrc Scientific InstrumentT
- Equipo de difracción de rayos X Bruker EcoEndevor

VII.4 Preparación del electrodo modificado

Se utilizó una celda electroquímica consistente en un vaso de precipitado de 250 mL cortado por la parte superior, obteniendo con ello una dimensión de 6 cm de diámetro y 10 cm de altura. Mediante una impresora 3D se preparó una tapa de acrilonitrilo-butadieno-estireno con una abertura rectangular, a través de la cual se pueden colocar dos guías móviles diseñadas adecuadamente para el ingreso de electrodos, donde se puede ajustar la separación entre ellos. Para la electrodeposición del hierro en el fieltro de grafito se trabajó con una separación de 2 cm entre estos electrodos. En la figura 6 se muestra la celda que se utilizó en la preparación del electrodo modificado y en la degradación del ácido palmítico.



Figura 6. Celda utilizada en la electrodeposición.

El ánodo consistió en una barra de acero inoxidable C-304L de 2 cm de ancho, por 8 cm de largo, y 2 mm de espesor, que se conectó a la fuente de poder mediante un cable de cobre con cocodrilos en los extremos. Se recomienda lijar suavemente y lavar con agua desionizada la barra de acero antes de cada electrodeposición. En la figura 7 se muestra el ánodo de acero inoxidable C-304 utilizado en la electrodeposición del hierro sobre el fieltro de grafito.

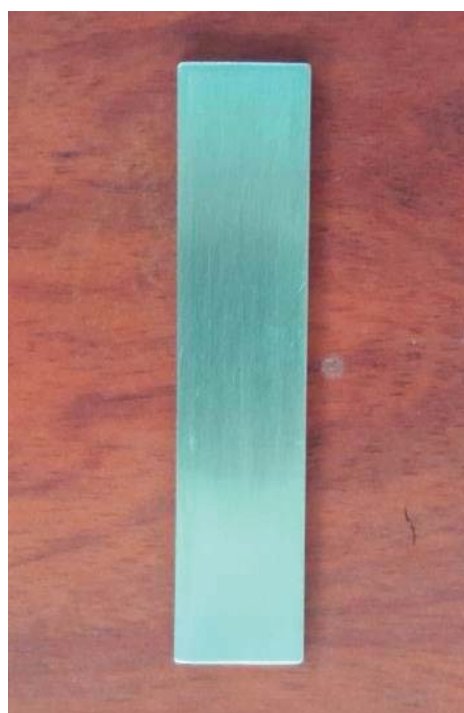


Figura 7. Ánodo de acero inoxidable C-304L.

Como cátodo se empleó un fieltro de grafito rectangular como el que se muestra en la figura 8 con un área de 4 cm^2 (dimensiones $2 \text{ cm} \times 4 \text{ cm} \times 0,3 \text{ cm}$). Este fieltro fue lavado previamente con agua Milli Q. Este lavado tuvo por objeto no solamente eliminar contaminantes de la superficie del fieltro, sino también humectarlo para asegurar un buen contacto con la solución, logrando de esta manera un recubrimiento de mejor calidad. El electrólito consistió en una solución de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con una concentración de 250 g/L acidificada a $\text{pH } 2,8-3,4$. La electrodeposición del hierro en el fieltro de grafito se realizó a un potencial constante de 5 V y una corriente de $0,36 \text{ A}$ durante 20 minutos . La celda se colocó sobre una cocinilla con agitación magnética a 350 rpm a temperatura ambiental ($25 \text{ }^\circ\text{C}$).



Figura 8. Cátodo de fieltro de grafito.

VII.5 Generación electrolítica y determinación del contenido de peróxido de hidrógeno

Esta se realizó con dos configuraciones de electrodos que se muestran en la tabla 5:

Tabla 5. Configuración de los electrodos en la generación de peróxido de hidrógeno.

	Configuración A para la celda electrolítica	Configuración B para la celda electrolítica
Cátodo	Filtro de grafito sin modificar	Filtro de grafito sin modificar
Ánodo	Filtro de grafito sin modificar	Filtro de grafito recubierto con Fe depositado por electrólisis

El objetivo de ensayar con ambas configuraciones es comparar la cantidad de peróxido de hidrógeno generado en cada caso, y así demostrar que el ánodo de fieltro recubierto con hierro es capaz de liberar cationes de este metal a la solución, con el potencial de actuar como un agente coagulante de los componentes dispersos en el medio acuoso, así como en catalizador del proceso Fenton. En la figura 9 se muestra la configuración A para la celda.



Figura 9. Celda con electrodos de fieltro de grafito.

El electrólito usado en la celda fue sulfato de sodio 0,10 M acidificado a pH 3 con ácido sulfúrico a lo largo de todo el proceso de generación de peróxido de hidrógeno. Para mejorar la producción del peróxido, se hizo burbujear oxígeno medicinal a flujo constante de 1/16 L/min sobre la solución durante todo el

proceso. Se prefirió usar oxígeno medicinal en lugar de oxígeno industrial o aire para lograr una mayor producción de peróxido de hidrógeno. Las pruebas se realizaron a diferentes densidades de corriente (5, 10, 15, y 20 mA/cm²) para estudiar su efecto en la producción de peróxido de hidrógeno.

El contenido del peróxido de hidrógeno generado en la celda se determinó mediante permanganimetría. La solución de permanganato de potasio recién preparada fue hervida durante 30 minutos y filtrada a través de un embudo de vidrio poroso, a fin de eliminar impurezas que pudieran conducir a su reducción a MnO₂ [34]. Luego, esta solución de permanganato de potasio se transvasó y aforó en una fiola ámbar, y se valoró con oxalato de sodio antes de cada nueva titulación para minimizar errores en las mediciones.

Se tomó una alícuota de 5 mL de la celda electrolítica donde se generó el peróxido de hidrógeno (ver figura 10) en intervalos de 30 minutos y se vertió a un matraz de 250 mL donde se acidificó con 3 mL ácido sulfúrico 4 N, luego se procedió a titular con permanganato de potasio 0,02 M hasta que la solución del matraz viró a color grosella.

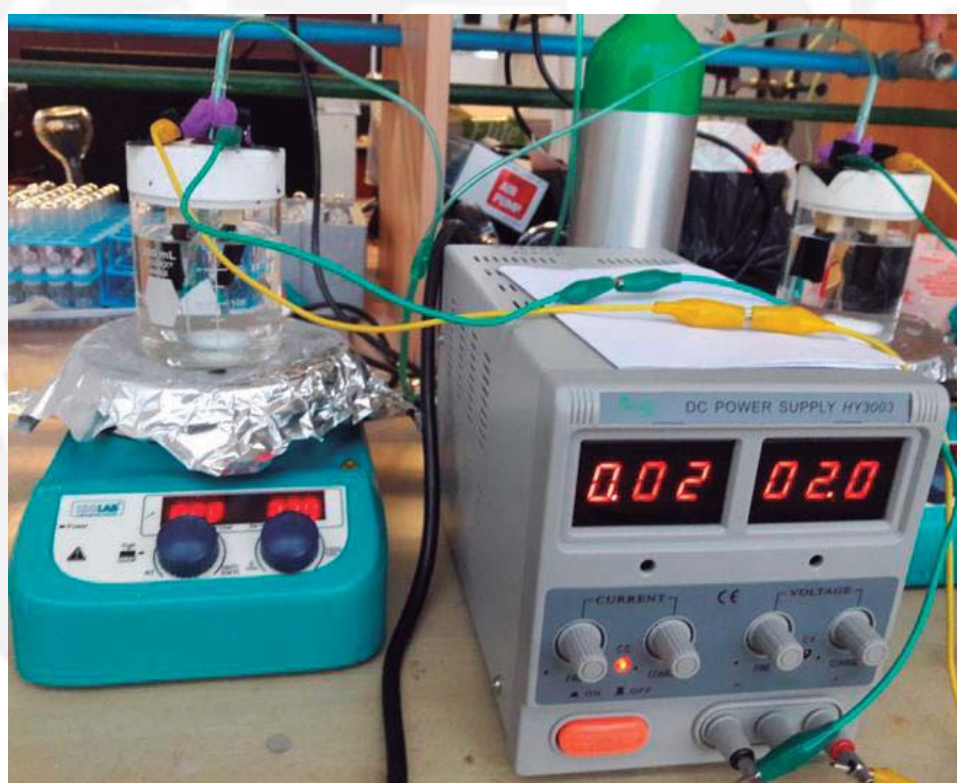


Figura 10. Celda de generación de peróxido de hidrógeno en funcionamiento.

VII.6 Preparación de las muestras acuosas de ácido palmítico y su tratamiento electroquímico

Para medir los efectos del tratamiento electroquímico sobre la muestra acuosa con componentes grasos dispersos, representados por el ácido palmítico, se recurrió a medir los cambios en valores de DQO, antes y después de este tratamiento, el cual incluye tanto la posible degradación oxidativa como la separación de la fase orgánica por coagulación del ácido palmítico.

Uno de los principales problemas en estos estudios de tratamiento radica en la dificultad de contar con una mezcla homogénea del ácido palmítico en solución acuosa con sulfato de sodio como electrólito de soporte. Por ello, se necesitó acondicionar esta solución acuosa en forma de una emulsión que dispersara uniformemente al ácido palmítico de una manera efectiva por toda la fase acuosa. Se logró preparar tal emulsión utilizando Triton X-100 [35] como surfactante.

Para preparar esta emulsión del ácido palmítico, se colocó 1,50 L de solución de sulfato de sodio 0,10 M en un vaso de precipitado de 2 L. Se agregó 0,15 g de ácido palmítico. Luego la mezcla se calentó a 80 oC en una cocinilla con agitación a 1400 rpm hasta la fusión del ácido palmítico. En ese instante se le agregó 225 μ L del surfactante Triton X-100 y se continuó la agitación por 1 hora, al término de la cual se colocó el vaso de precipitado con todo su contenido al equipo de ultrasonido por 1 hora más. Finalmente se retiró el vaso del ultrasonido con la emulsión preparada (ver figura 11).



Figura 11. Muestra de ácido palmítico en forma de emulsión.

Dado que la introducción del surfactante Triton X-100 modifica también el valor total de DQO de la mezcla acuosa, pues incluiría la cuantificación tanto del ácido palmítico como del surfactante, se tuvo que corregir esta cuantificación de DQO respecto a una mezcla en blanco de la solución acuosa de sulfato de sodio con el surfactante, pero sin la presencia del ácido palmítico. Se prepararon varias muestras estándares de ácido palmítico bajo estas condiciones y, en todos los casos, se determinó el valor de DQO fotométricamente midiendo la absorbancia visible y restando la absorbancia correspondiente al blanco del surfactante sin el ácido palmítico. En la tabla 6 se indica la composición del surfactante y del ácido palmítico de las mezclas acuosas preparadas para luego verificar experimentalmente la relación lineal entre las medidas de absorbancia y de DQO, respecto al contenido de ácido palmítico presente en las muestras.

Tabla 6. Concentraciones usadas en la preparación de las emulsiones.

Triton X-100 (mg/L)	Concentración de ácido palmítico (mg/L)	$\frac{\text{ácido palmítico}(\frac{mg}{L})}{\text{ácido palmítico}(\frac{mg}{L}) + \text{triton}(\frac{mg}{L})}$
0,15915	0,10	0,38588
0,15915	0,06	0,27379
0,15915	0,02	0,11164
0,15915	0,01	0,05912

Para validar el método propuesto de determinación fotométrica de DQO del ácido palmítico estabilizado con el surfactante de Triton X-100, se graficó las absorbancias de las diferentes emulsiones preparadas según la tabla 6 versus la relación entre la concentración del ácido palmítico y la suma de las concentraciones del ácido palmítico y del Triton-X-100. Los resultados de la verificación experimental de la relación lineal en este método de determinación analítica se registran en la figura 37.

Para el tratamiento electroquímico de la muestra acuosa con el ácido palmítico (ver figura 12) se empleó un cátodo de fieltro grafitico sin modificar y un ánodo del fieltro recubierto con hierro electrolítico. El contenido a tratar en la celda fue regulado a pH 3 durante todo el proceso con ácido sulfúrico. De manera similar a la de la evaluación de la generación de peróxido de hidrógeno, durante el tratamiento electroquímico del ácido palmítico también se introdujo oxígeno medicinal para mejorar la generación de peróxido de hidrógeno.



Figura 12. Tratamiento electroquímico del ácido palmítico en emulsión.

El tratamiento electroquímico se efectuó a diferentes densidades de corriente (5, 10, 15, y 20 mA/cm²). Se tomaron alícuotas de 10 mL en intervalos de 10 minutos, hasta completar una hora. Cada vez que se tomaba una muestra se procedía a verterla en un vial y se le dejaba reposar por un lapso de tres horas, tiempo en el que precipitaban todos los sólidos formados en el proceso. La fase superior del contenido en el vial fue utilizada como muestra para medir los valores de DQO y turbidez.

VII.7 Medición de DQO de las muestras de ácido palmítico tratadas electroquímicamente

Los valores de DQO para las muestras tratadas electroquímicamente se determinaron colorimétricamente midiendo la absorbancia en un espectrofotómetro. Para ello, se tomaron alícuotas de 2,5 mL de la fase superior del contenido almacenado en los viales que contenían las muestras extraídas de la celda electrolítica (ver figura 13) y se vertieron en tubos de ensayo con dicromato de potasio en presencia de ácido sulfúrico concentrado (ver figura 14). Luego se colocaron en un digestor por 2 horas a 150 °C (ver figura 15). Finalmente, los tubos con las muestras fueron analizadas en un espectrofotómetro UV-visible para medir las absorbancias a 610 nm. Los valores de DQO de las muestras se obtuvieron por comparación con las absorbancias de la curva de calibración preparada previamente. En las figuras 43, 44, 45 y 46 (páginas 48-51) se reportan los valores de DQO correspondientes a las muestras de ácido palmítico tratadas electroquímicamente a diferentes densidades de corriente. En la figura 13, se muestra el aspecto de algunas de estas muestras para tratamientos electroquímicos de 10 a 60 minutos para una densidad de corriente de 10 mA/cm².

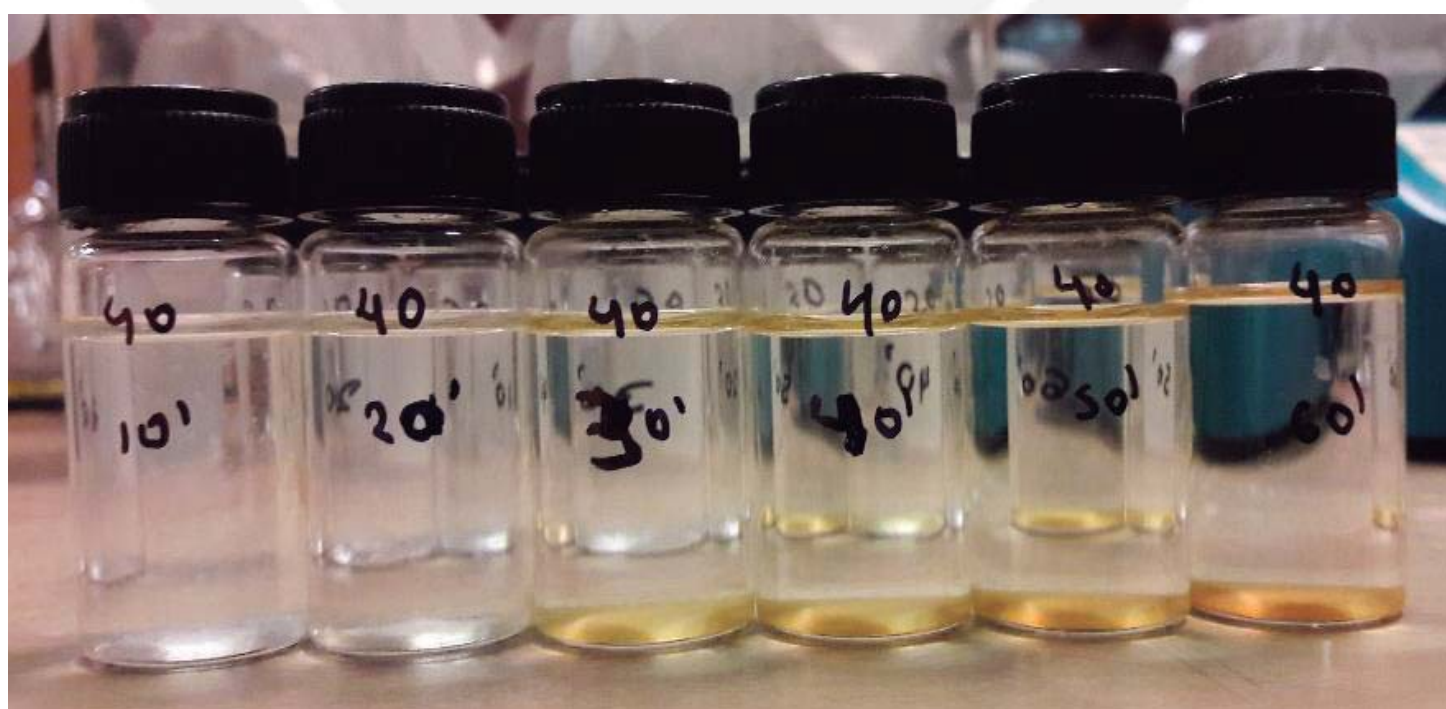


Figura 13. Viales con el producto del tratamiento electroquímico de la emulsión de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100.



Figura 14. Muestras con dicromato de potasio en medio ácido.



Figura 15. Digestor de las muestras Manocolor Vario C2.

VII.8 Medición de turbidez

Para la medición de la turbidez se utilizaron los viales con el contenido extraído del tratamiento electroquímico de la emulsión del ácido palmítico. Después de extraer las alícuotas de la celda electroquímica con una pipeta, se procedió a colocarlas en viales para que los sólidos precipiten completamente. Luego se procedió a colocar el contenido de cada vial en el turbidímetro (ver figura 16) para la lectura de su turbidez.



Figura 16. Turbidímetro Lovibond.

VII.9 Medición de la masa de Fe depositado en el fieltro

Se depositó hierro en el fieltro de grafito mediante electrólisis usando como electrólito sal de Mohr. La masa de Fe depositado en el fieltro se determinó por digestión ácida del fieltro. El fieltro con hierro depositado se colocó en un vaso de precipitado de 250 mL, se le adicionó 20 mL de ácido nítrico concentrado y se sometió a ebullición hasta que el volumen del ácido se redujo a 5 mL. Luego se diluyó hasta 100 mL de solución. Se tomó una alícuota de 200 μ L y se trasvasó a una fiola donde se diluyó hasta 100 mL. La solución obtenida fue analizada por absorción atómica para conocer su concentración de hierro en mg/L. Al conocerse el volumen de la solución de hierro obtenido en la digestión (100 mL) y la concentración de hierro obtenida por absorción atómica, se calculó la masa de hierro depositado en el fieltro.

La curva de calibración se realizó utilizando un patrón de hierro de concentración 1000 ppm, el cual fue diluido a concentraciones de 0,1; 1; 2 y 3 ppm. Estos resultados se reportan en la tabla 27 y en la figura 48 (página 54).

VII.10 Voltametría cíclica

El análisis por voltametría se realizó a una velocidad de barrido de 10 mV/s, usando una ventana de potencial de -1 a 1 V. Como electrólito de soporte se utilizó Na_2SO_4 0,1 M. Como electrodo de referencia se utilizó calomel saturado (ECS) y como contraelectrodo fieltro de grafito de las mismas dimensiones que las utilizadas para el electrodo de trabajo (2 cm x 8 cm x 2 mm). Los voltamogramas se reportan en las figuras 53 y 54 (páginas 58 y 59).



VIII. REPORTE Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

VIII.1 Generación de peróxido de hidrógeno utilizando como electrodos fieltros de grafito sin modificar

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a la generación de peróxido de hidrógeno a densidades de corriente de 5, 10, 15 y 20 mA/cm² al emplear celdas electroquímicas compuestas por el fieltro de grafito sin modificar como cátodo y ánodo. Estos resultados se muestran en la tabla 7 y en las figuras 17, 18, 19, 20 y 21.

Tabla 7. Concentración (mM) de peróxido de hidrógeno generado a diferentes densidades de corriente eléctrica utilizando fieltros de grafito sin modificar.

t (min)	[H ₂ O ₂] mM			
	5 mA/cm ²	10 mA/cm ²	15 mA/cm ²	20 mA/cm ²
30	0,742	0,954	1,16	1,378
60	1,272	1,696	2,22	2,438
90	1,484	2,54	2,968	3,6
120	1,59	2,97	3,286	3,286
150	1,378	2,54	1,908	0,954
180	0,848	1,59	0,636	0,53

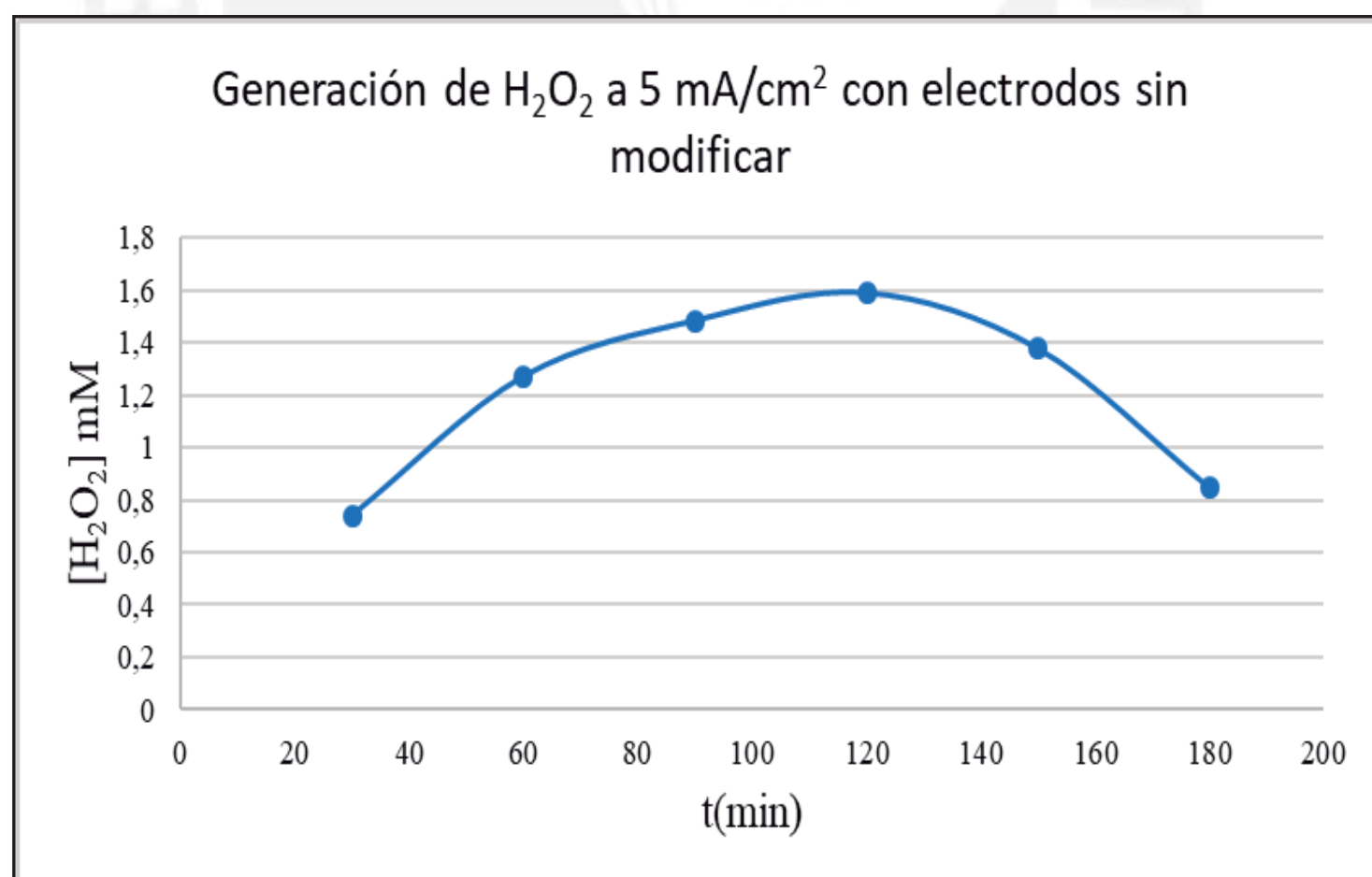


Figura 17. Peróxido de hidrógeno generado a 5 mA/cm² con cátodo y ánodo de fieltro de grafito sin recubrir.

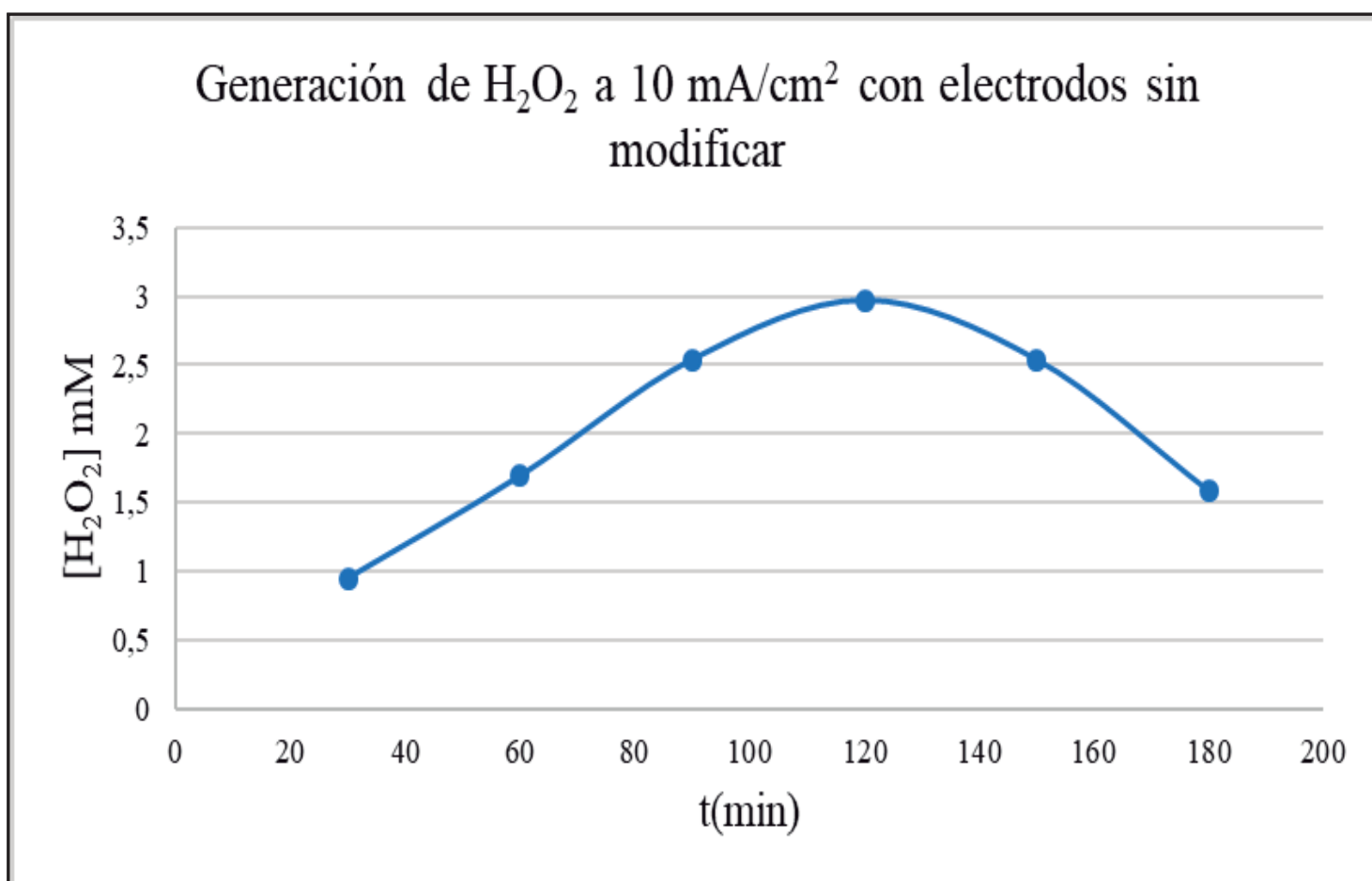


Figura 18. Peróxido de hidrógeno generado a 10 mA/cm² con cátodo y ánodo de fieltro de grafito sin recubrir.

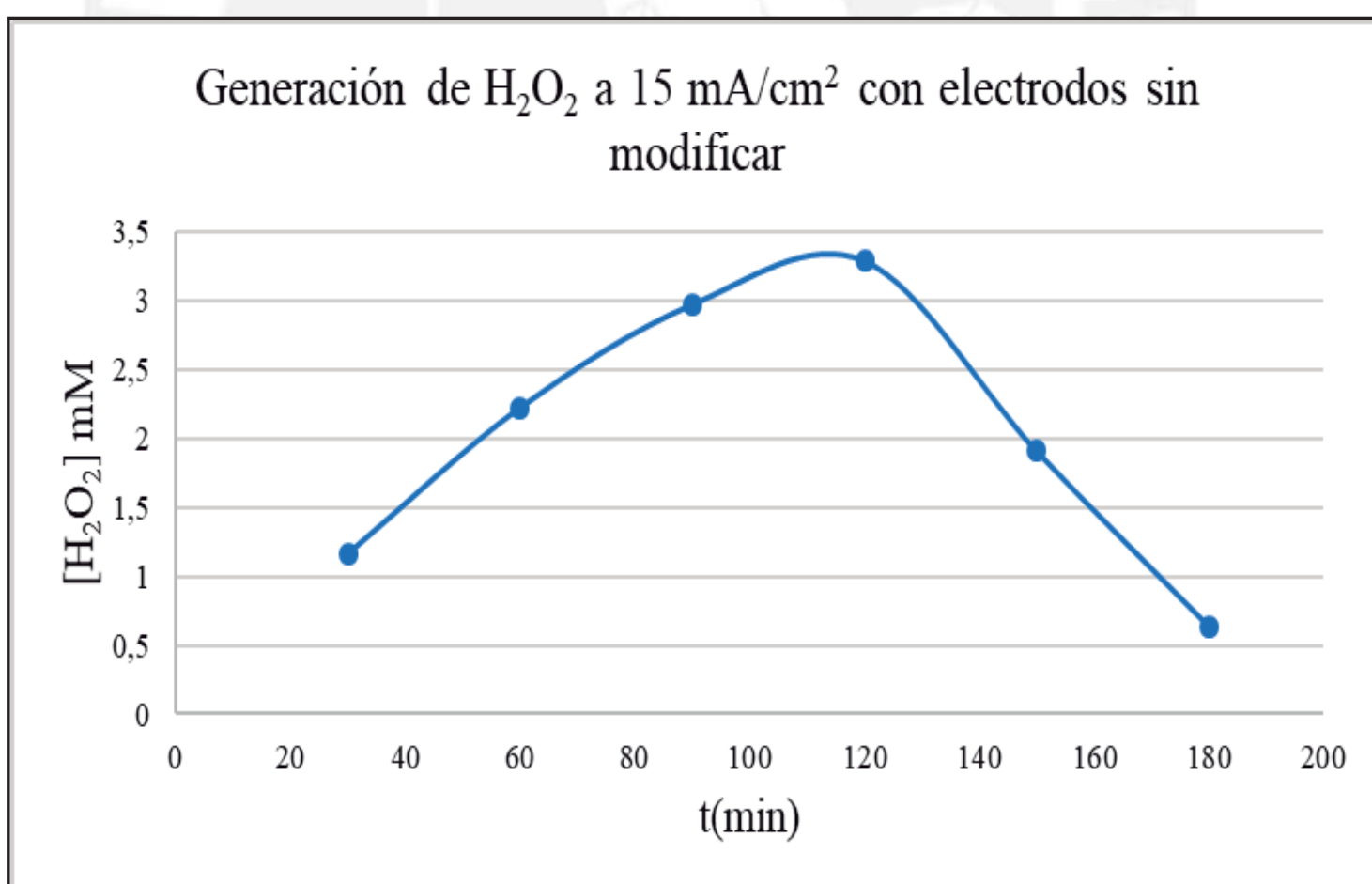


Figura 19. Peróxido de hidrógeno generado a 15 mA/cm² con cátodo y ánodo de fieltro de grafito sin recubrir.

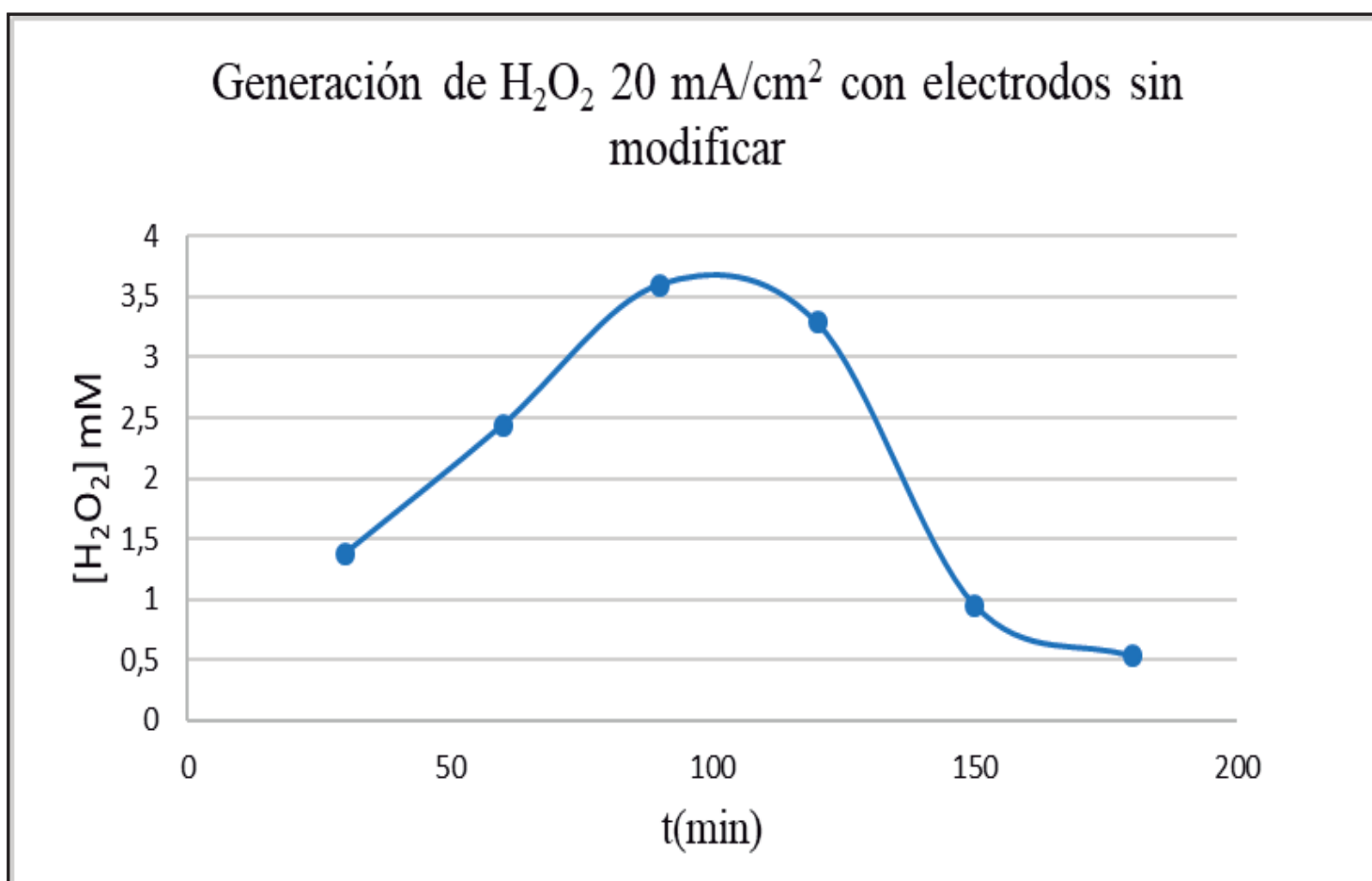


Figura 20. Peróxido de hidrógeno generado a 20 mA/cm² con cátodo y ánodo de fieltro de grafito sin recubrir.

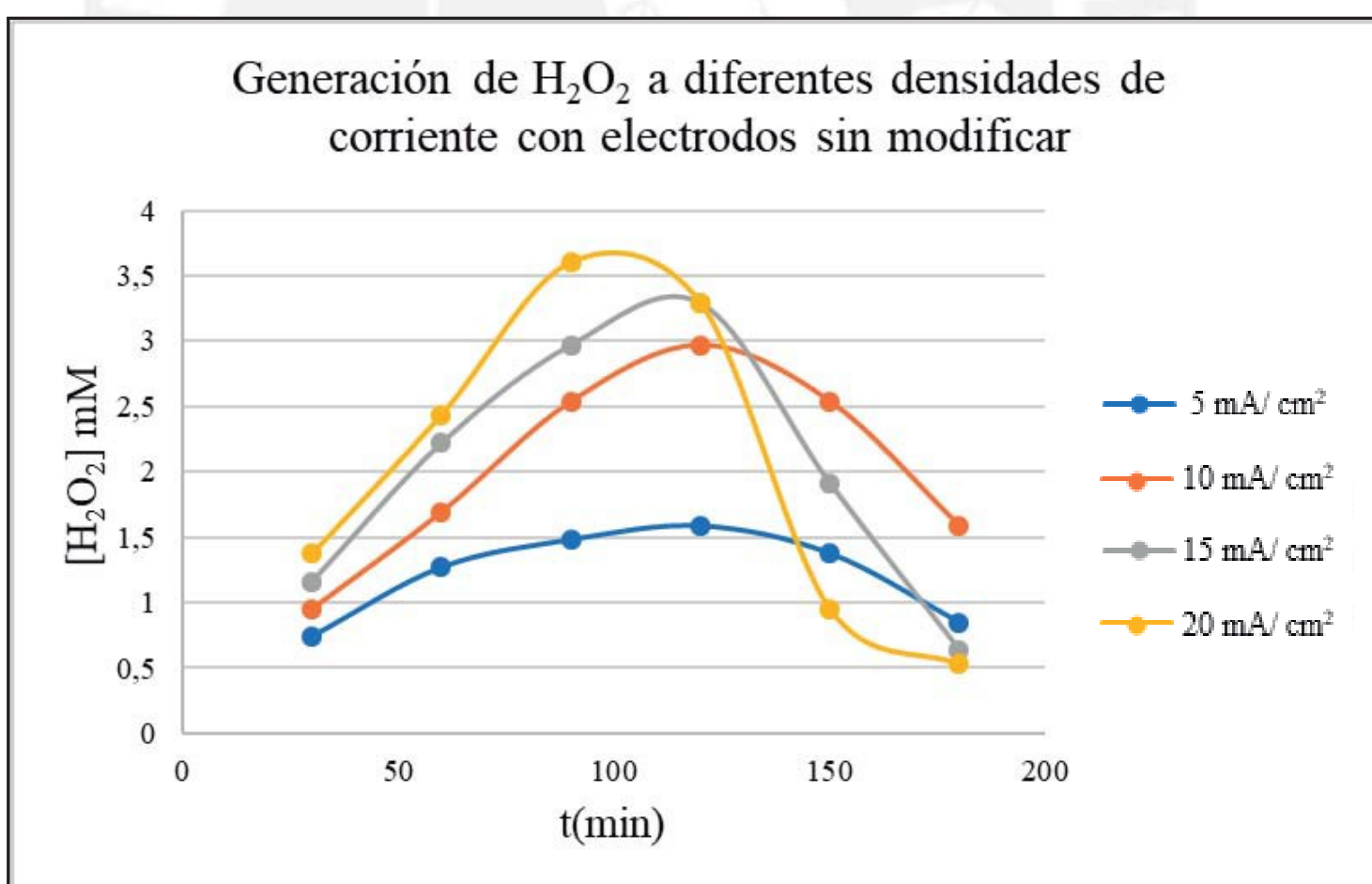


Figura 21. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente eléctrica utilizando fieltros de grafito sin recubrir.

En las gráficas de las figuras 17, 18, 19, 20 y 21 se observa que, en los cuatro casos de densidad de corriente utilizada, la concentración del peróxido de hidrógeno aumenta desde el inicio de la reacción y, conforme transcurre el tiempo, se llega hasta un máximo para luego decaer gradualmente. En la gráfica se observa que, a mayor intensidad de corriente aplicada, el aumento de la concentración en el tiempo es más pronunciado, pero también ocurre que al aumentar más rápidamente la concentración del peróxido de hidrógeno y alcanzar su valor máximo, la caída de la concentración es más abrupta.

Los picos de máxima concentración de peróxido de hidrógeno a 5, 10, 15 y 20 mA/cm² reportados en la tabla 7 se dan a los 120, 120, 120 y 90 minutos, respectivamente. Ello indica que, después de ese tiempo, predomina un proceso dentro de la celda que ocasiona la disminución del peróxido de hidrógeno. Ello se podría deber a la polarización de los electrodos, que ocasiona que la fuente deba entregar un voltaje cada vez mayor para poder mantener la intensidad de corriente constante, conduciendo a otras reacciones químicas que competirían con la generación del peróxido de hidrógeno, como por ejemplo, la descomposición del agua a sus elementos.

Además, es importante también indicar que, en todo momento, el peróxido de hidrógeno generado en el cátodo se difunde y luego se descompone en el ánodo. Eso significa que, en el intervalo de tiempo durante el cual va aumentando la concentración de hidrógeno, la cantidad de peróxido generado en el cátodo es mayor que la cantidad de peróxido que se consume en el ánodo. Sin embargo, conforme aumenta el voltaje aplicado, esta situación se revierte y pasa a predominar la descomposición anódica del peróxido de hidrógeno.

La concentración más baja de peróxido de hidrógeno a los 180 minutos es a 20 mA/cm² y la más alta es a 10 mA/cm², lo que indica que a esta densidad de corriente se dispondría de una mayor concentración de peróxido de hidrógeno en el tiempo en el caso de realizarse un tratamiento electroquímico. Por lo tanto, si este tratamiento se aplicara por tiempos prolongados, convendría trabajar con una densidad de corriente de 10 mA/cm² en lugar de 20 mA/cm². De lo expuesto, si se realiza un tratamiento electroquímico con densidades de corriente de 20 mA/cm² o 15 mA/cm², se lograría una rápida disminución de la concentración de materia orgánica en el agua en los primeros minutos del tratamiento. Pero ello no se podría sostener en períodos de tiempo largos, por lo que estas densidades de corriente serían útiles si el contaminante a degradar no necesitara un tiempo prolongado de tratamiento.

VIII.2 Generación de peróxido de hidrógeno utilizando cátodos de fieltro grafitico sin modificar y ánodos del fieltro recubiertos electrolíticamente con Fe

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a la generación de peróxido de hidrógeno al emplear celdas electroquímicas compuestas por el fieltro de grafito sin modificar como cátodo y al fieltro recubierto con depósitos electrolítico de Fe como ánodo. Esta combinación permite la posibilidad de incorporar cationes de hierro en medio acuoso, que contribuyan como agentes coagulantes al facilitar la remoción de componentes

coloidales y con ello reducir la turbidez del medio, y a la vez actuar como catalizadores del proceso electro-Fenton donde interviene el peróxido de hidrógeno generado en el cátodo. Estos resultados se muestran en la tabla 8 y en las figuras 22, 23, 24, 25 y 26.

Tabla 8. Resultados de la generación de peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente eléctrica (mA/cm^2) utilizando como ánodo fieltro de grafito recubierto con hierro.

t (min)	[H ₂ O ₂] mM			
	5 mA/cm ²	10 mA/cm ²	15 mA/cm ²	20 mA/cm ²
30	0,106	0,212	0,318	0,424
60	0,106	0,212	0,318	0,424
90	0,159	0,318	0,424	0,53
120	0,159	0,424	0,53	0,742
150	0,109	0,424	0,318	0,636
180	0,109	0,318	0,212	0,424

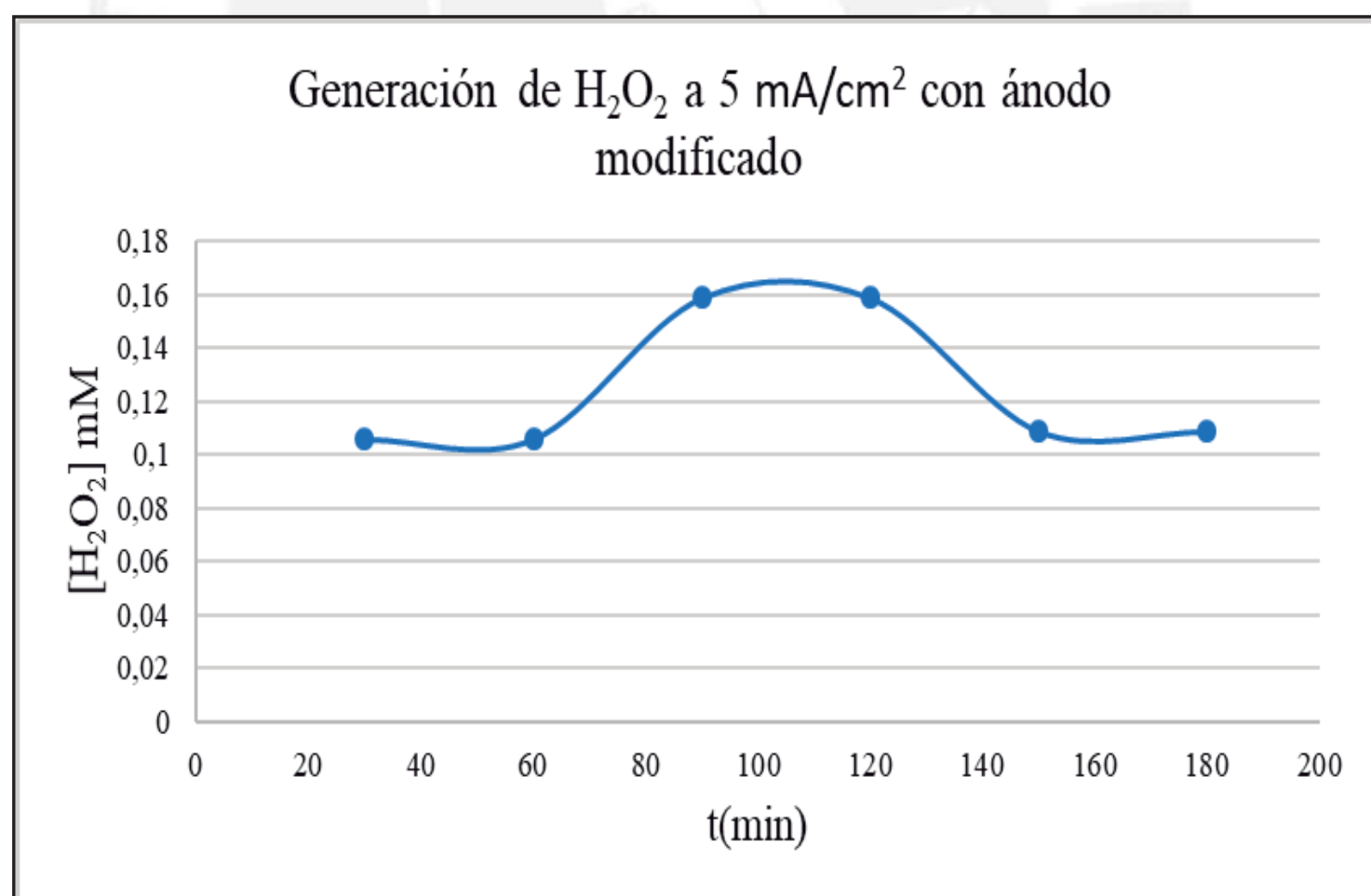


Figura 22. Peróxido de hidrógeno generado a 5 mA/cm² con cátodo de fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro.

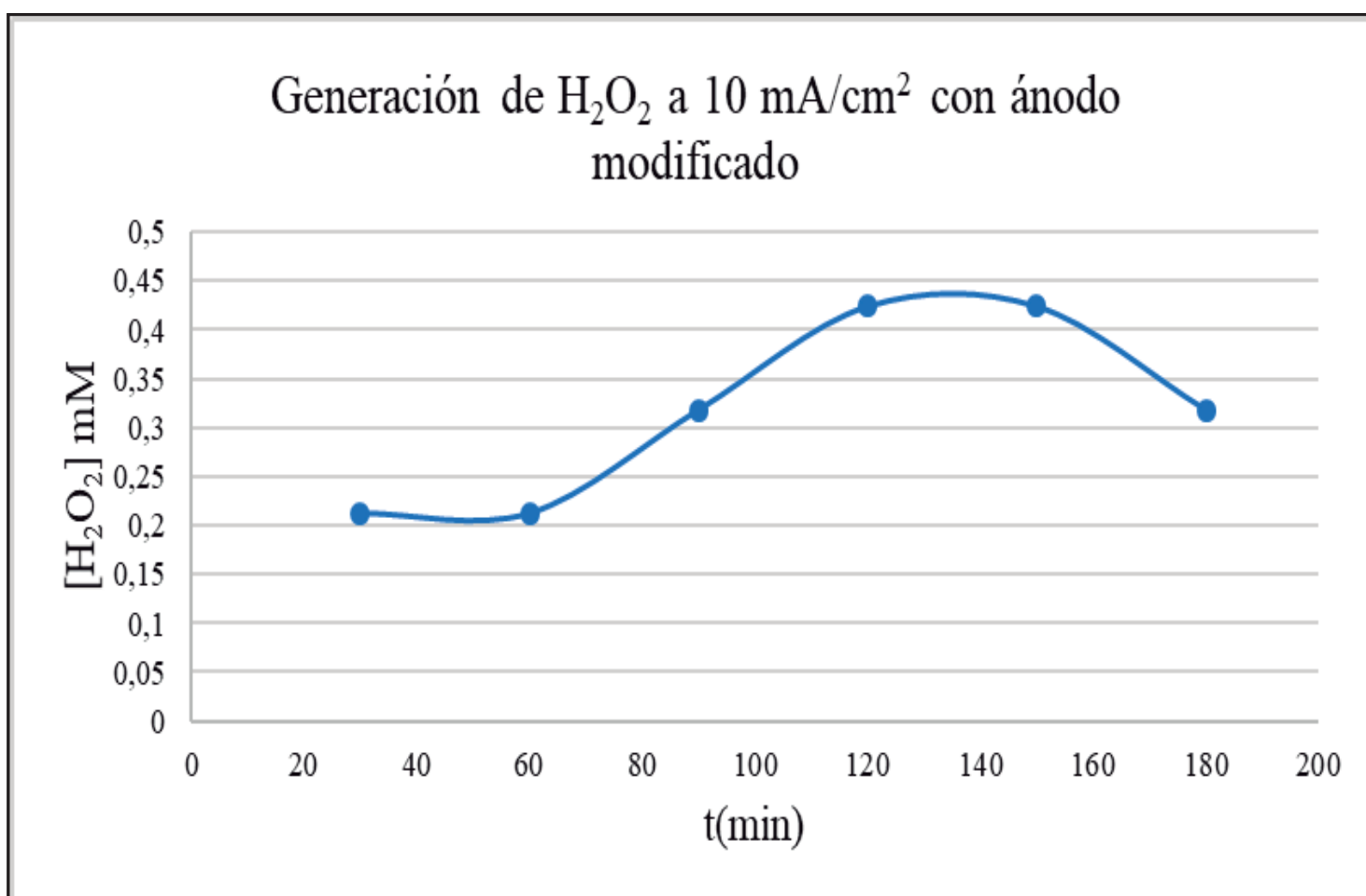


Figura 23. Peróxido de hidrógeno generado a 10 mA/cm² con cátodo de fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro.

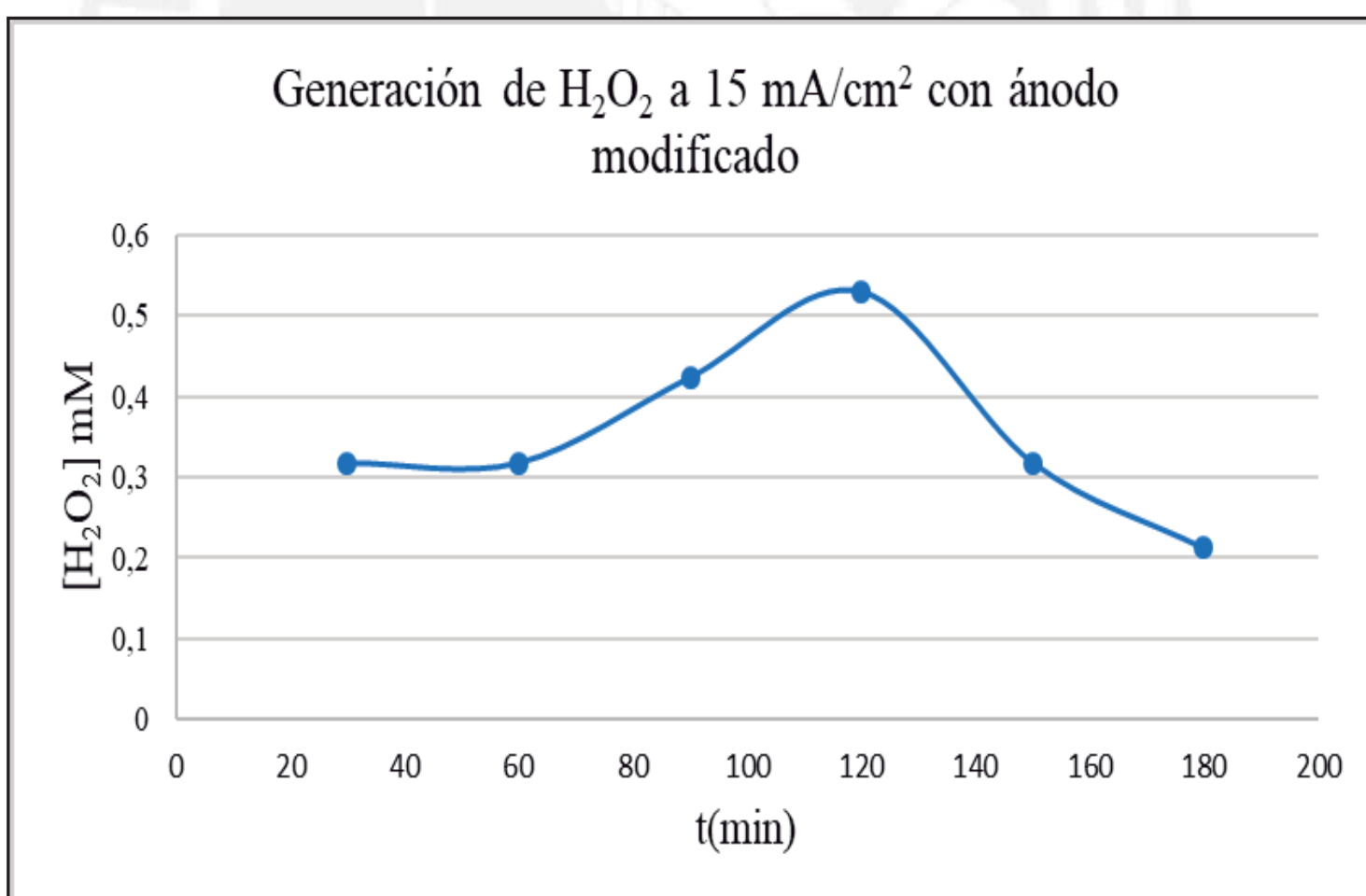


Figura 24. Peróxido de hidrógeno generado a 15 mA/cm² con cátodo de fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro.

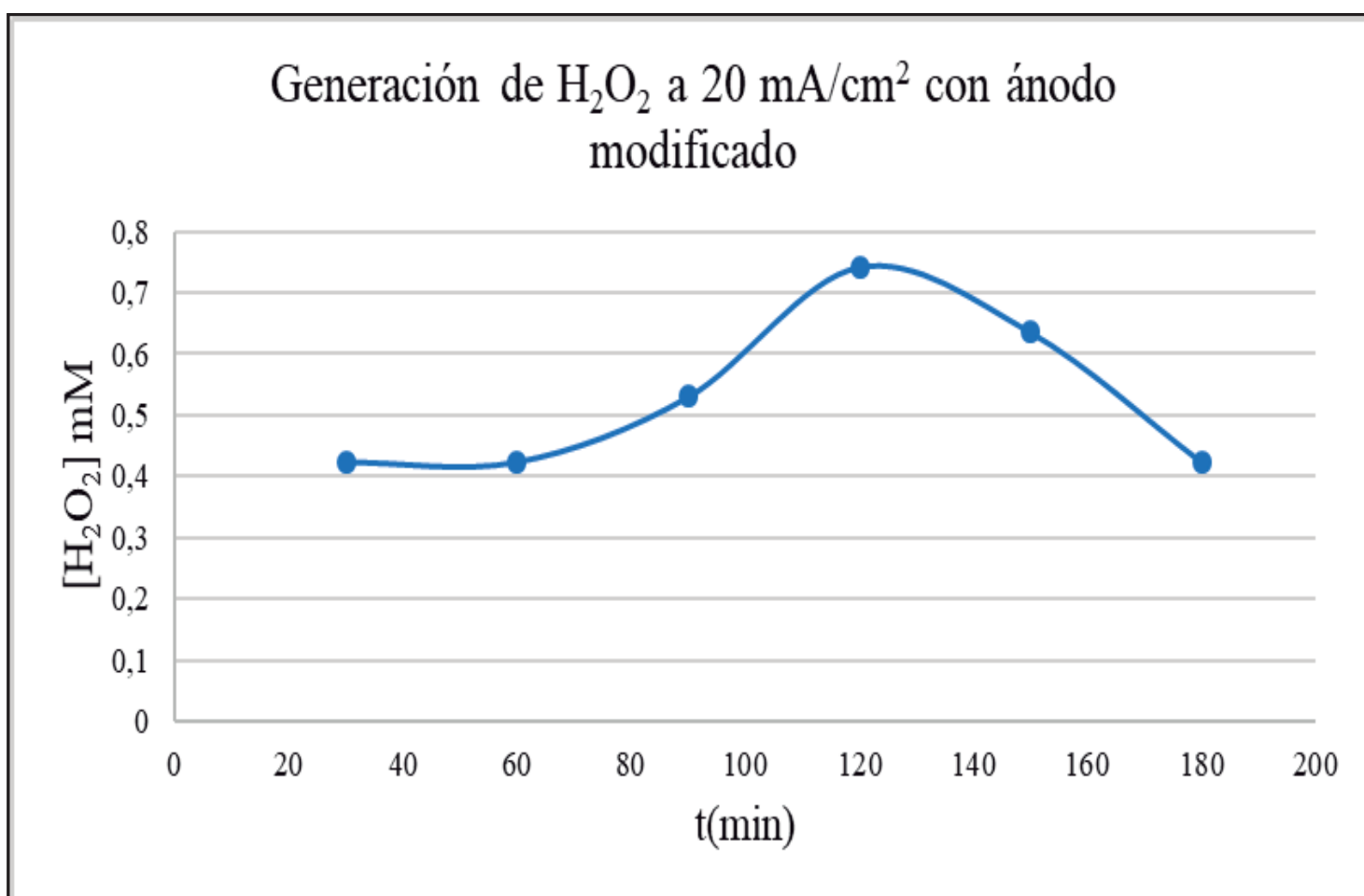


Figura 25. Peróxido de hidrógeno generado a 20 mA/cm² con cátodo de fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro.

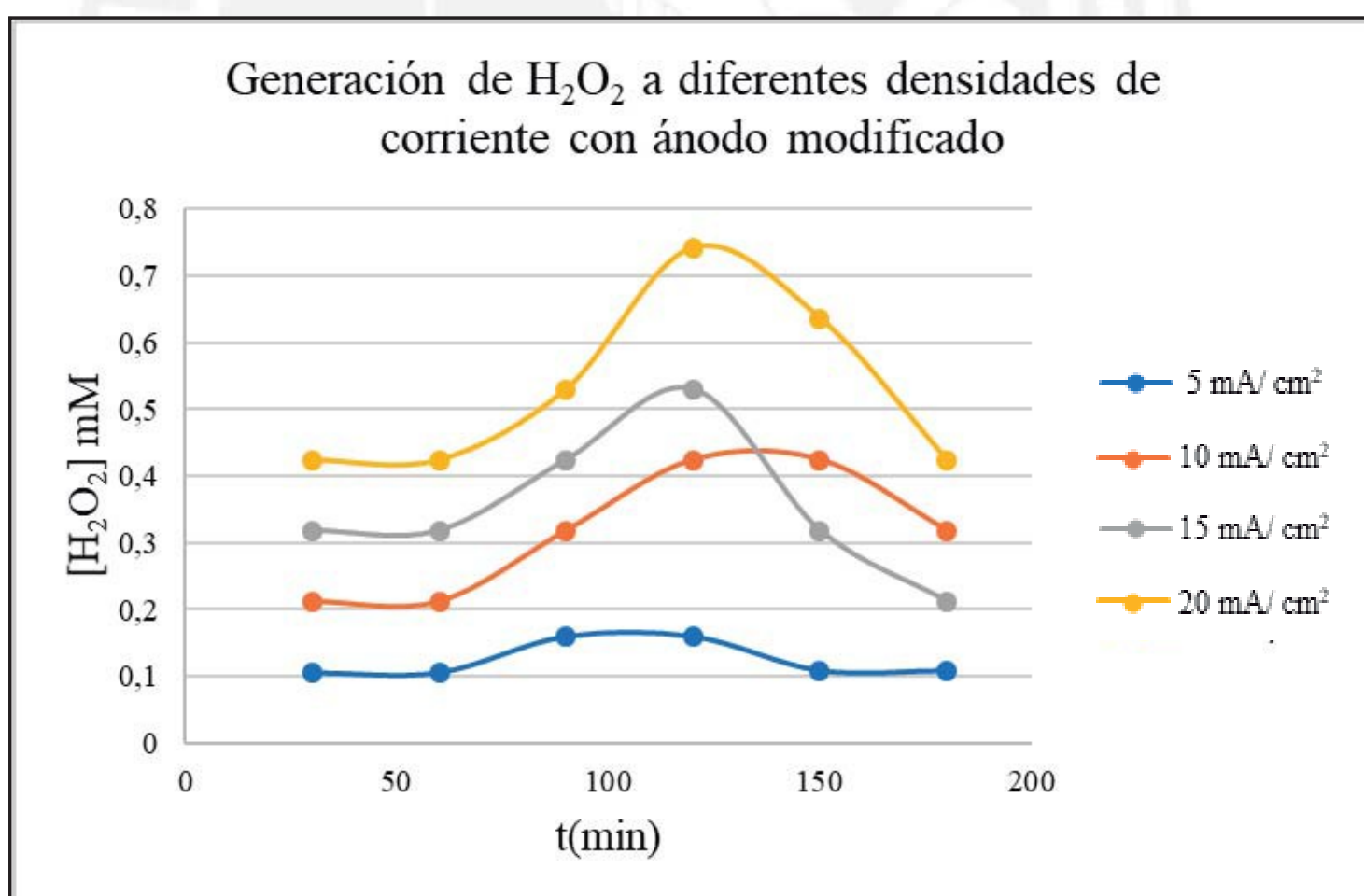


Figura 26. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a diferentes densidades de corriente utilizando cátodo de fieltro de grafito sin recubrir y ánodo de fieltro de grafito recubierto con hierro.

Al analizar las gráficas de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando como cátodo al fieltro no modificado y como ánodo al fieltro recubierto con hierro, a primera vista se observa un aumento de la concentración de peróxido de hidrógeno hasta un máximo y luego una disminución de la concentración, en forma similar a la generación de peróxido de hidrógeno con electrodos de fieltro de grafito sin recubrir. También se observa que, a densidades de corrientes más altas, la generación de peróxido de hidrógeno es mayor que a densidades de corriente más bajas. Sin embargo, la real utilidad de estas gráficas es poder comparar las capacidades de generar peróxido de hidrógeno entre electrodos de fieltro gráfico recubiertos con hierro con aquellos sin modificar. Esta comparación y discusión se lleva a cabo en la siguiente sección.

VIII.3 Comparación de H₂O₂ generado usando una celda con electrodos de fieltro gráfico sin modificar y una celda con ánodo del fieltro recubierto con hierro

En esta sección se comparan los resultados correspondientes a la generación de peróxido de hidrógeno al emplear celdas electroquímicas con electrodos compuestos por fieltro de grafito sin modificar y celdas electroquímicas compuestas por el fieltro de grafito sin modificar como cátodo, y por el fieltro recubierto con depósitos electrolítico de Fe como ánodo.

Para una mayor simplicidad en la comparación de las concentraciones de peróxido de hidrógeno generados en las celdas con diferentes disposiciones de electrodos, en la tabla 9 se emplea la siguiente designación de configuración de celdas electroquímica, A o B, según la combinación de electrodos componentes.

Tabla 9. Configuración de celdas electroquímicas de acuerdo con la disposición de sus electrodos para la generación de H₂O₂.

	Configuración A de celda electroquímica	Configuración B de celda electroquímica
Cátodo	Fieltro de grafito sin modificar	Fieltro de grafito sin modificar
Ánodo	Fieltro de grafito sin modificar	Fieltro de grafito recubierto con depósito electrolítico de Fe

En las tablas 10, 11, 12 y 13 se muestra un resumen de la comparación de los resultados de la generación de peróxido de hidrógeno para la configuración A y B de los electrodos en las celdas electroquímicas a densidades de corriente de 5, 10, 15 y 20 mA/cm², las representaciones gráficas de estos resultados se muestran en las figuras 32, 33, 34, 35 y 36.

Tabla 10. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando filtros sin modificar y filtros recubiertos con hierro en el cátodo a 5 mA/cm².

5 mA/cm ²		
[H ₂ O ₂] mM		
t (min)	A	B
30	0,742	0,106
60	1,272	0,106
90	1,484	0,159
120	1,59	0,159
150	1,378	0,109
180	0,848	0,109

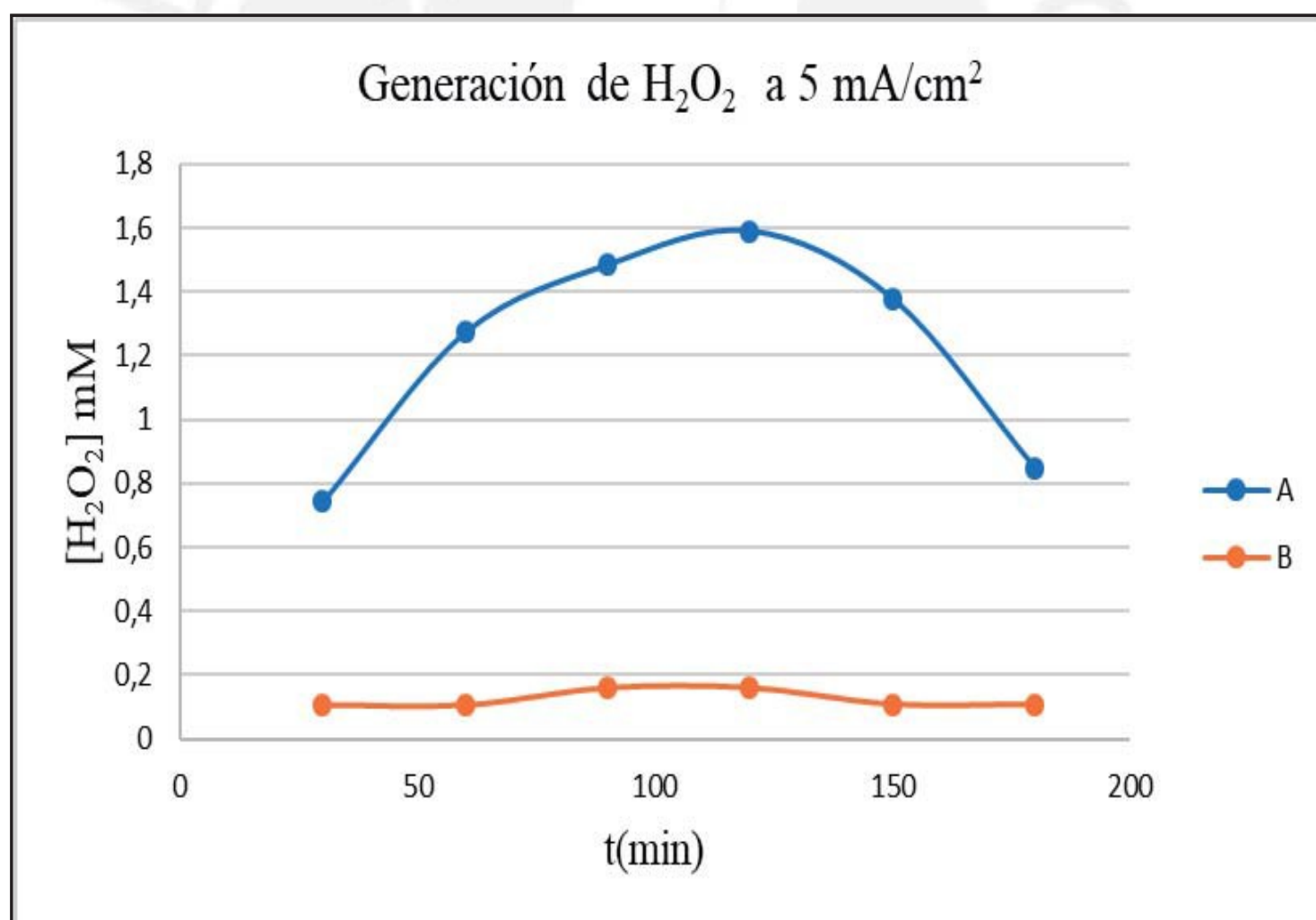


Figura 27. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 5 mA/cm² utilizando las celdas de configuración A y B.

Tabla 11. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin recubrir y fieltro recubierto con hierro en el cátodo a 10mA/cm².

t (min)	10 mA/cm ²	
	[H ₂ O ₂] mM	
	A	B
30	0,954	0,212
60	1,696	0,212
90	2,54	0,318
120	2,97	0,424
150	2,54	0,424
180	1,59	0,318

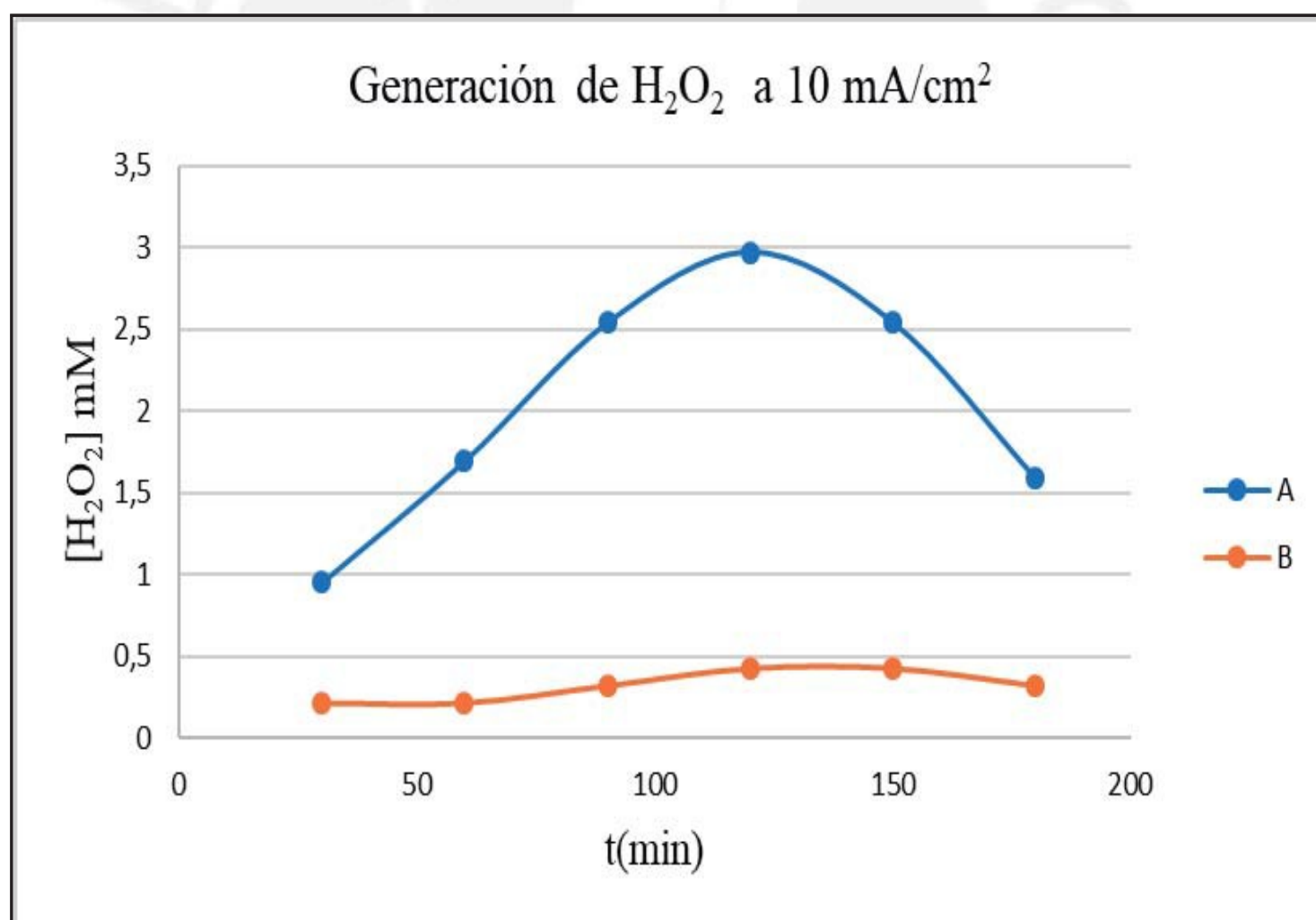


Figura 28. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 10 mA/cm² utilizando la configuración de electrodos A y B.

Tabla 12. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin recubrir y fieltro recubierto con hierro en el cátodo a 15 mA/cm².

t (min)	15 mA/cm ²	
	[H ₂ O ₂] mM	
	A	B
30	1,16	0,318
60	2,22	0,318
90	2,968	0,424
120	3,286	0,53
150	1,908	0,318
180	0,636	0,212

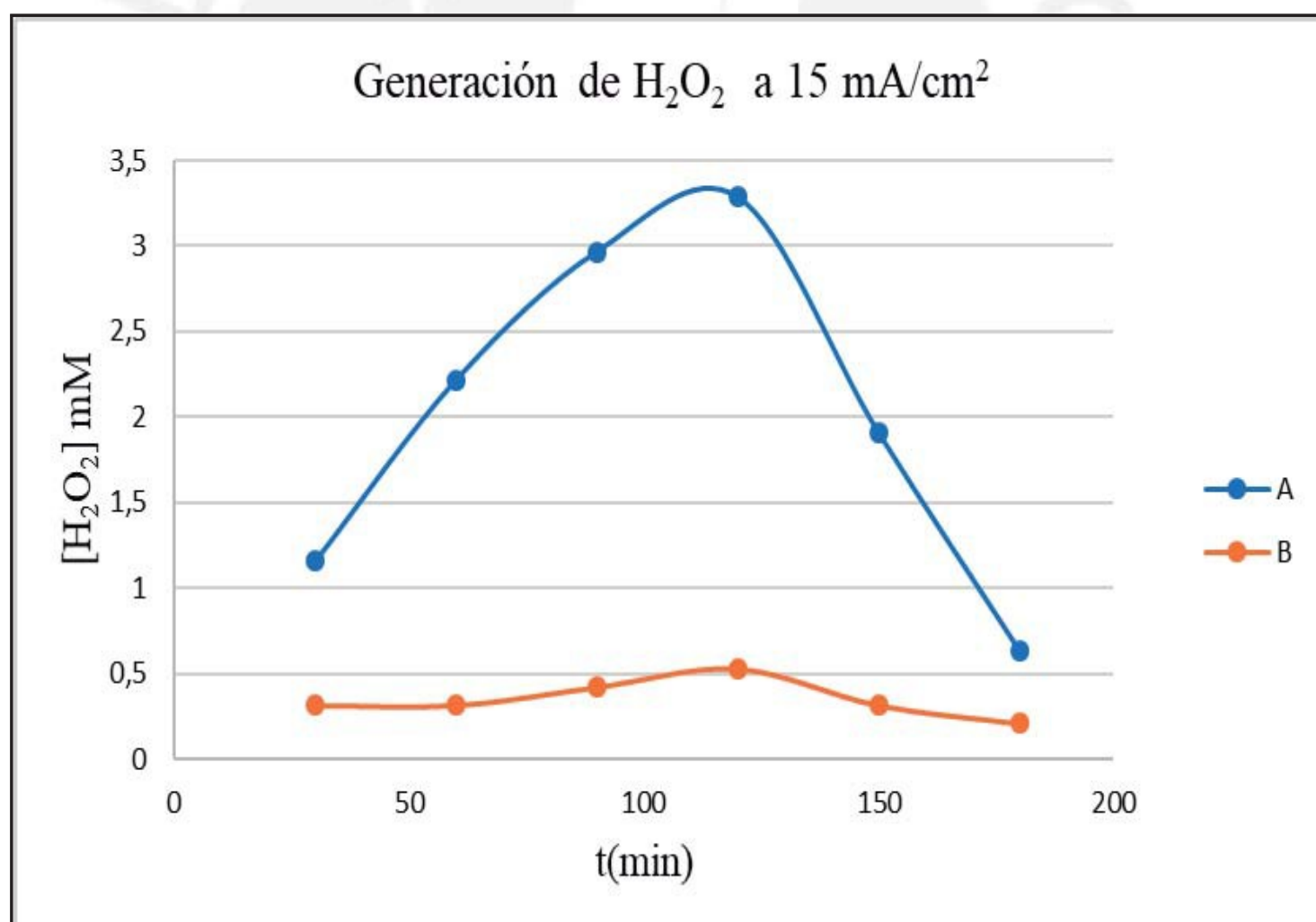


Figura 29. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 15 mA/cm² utilizando la configuración de electrodos A y B.

Tabla 13. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno utilizando fieltros sin recubrir y fieltro recubierto con hierro en el cátodo a 20mA/cm²

t (min)	20 mA/cm ²	
	[H ₂ O ₂] mM	
	A	B
30	1,378	0,424
60	2,438	0,424
90	3,6	0,53
120	3,286	0,742
150	0,954	0,636
180	0,53	0,424

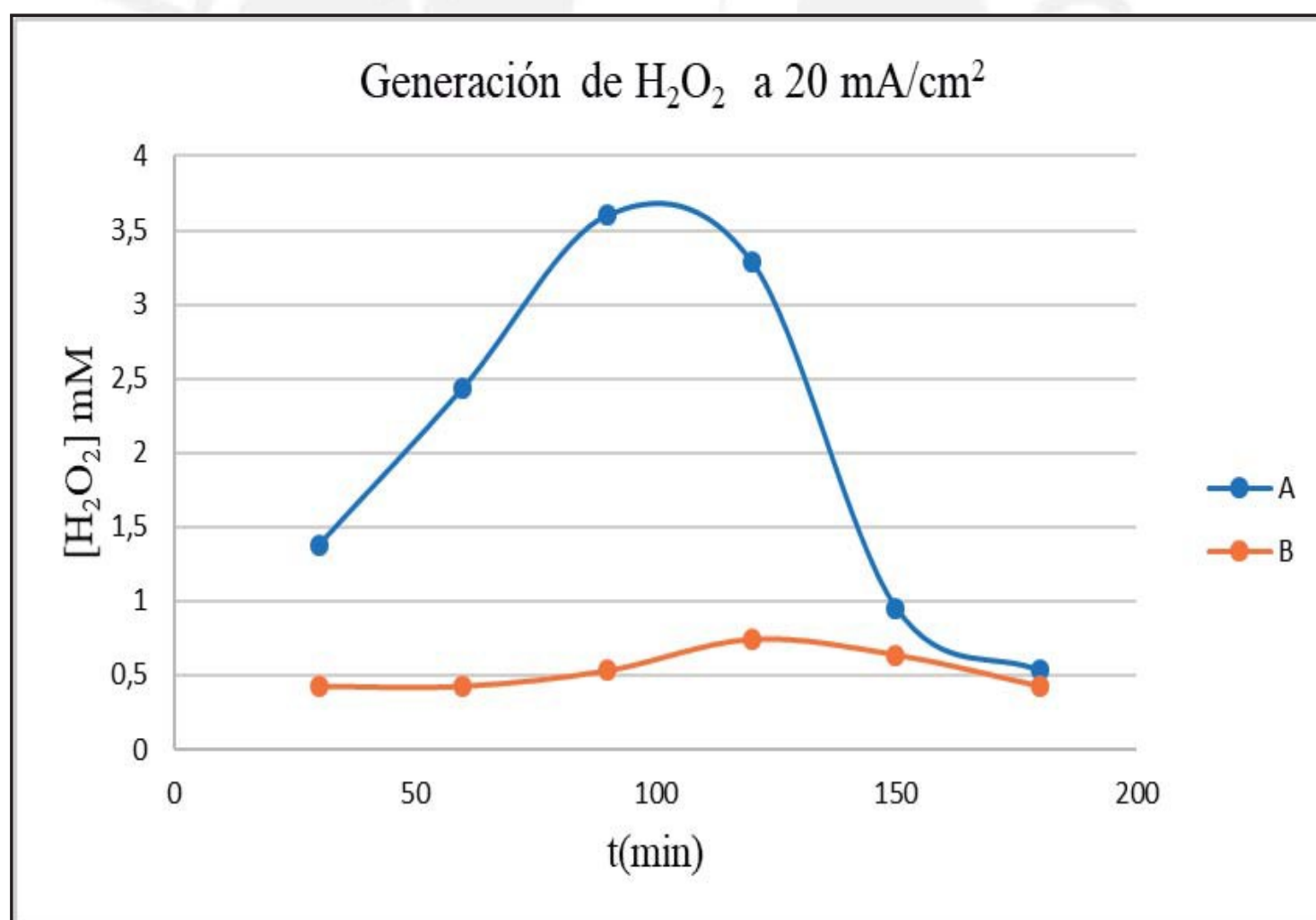


Figura 30. Comparación de la generación de peróxido de hidrógeno a 20 mA/cm² utilizando la configuración de electrodos A y B.

Al comparar la generación de peróxido de hidrógeno entre la configuración de electrodos A y B se observa que, al utilizar como ánodo un electrodo modificado, disminuye significativamente la concentración de peróxido de hidrógeno producido con respecto al generado utilizando electrodos de grafito sin modificar. El Fe liberado por el ánodo conformado por el fieltro modificado reacciona con el peróxido de hidrógeno generado en el cátodo ocasionando la disminución de la concentración de peróxido de hidrógeno en la celda. [29]

VIII.4 Medición de la turbidez en el tratamiento electroquímico de la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a cambios en la turbidez que muestra la emulsión acuosa del ácido palmítico en presencia del surfactante Triton X-100. Esta disminución de la turbidez evidencia que el tratamiento electroquímico aplicado contribuye a remover componentes coloidales del medio acuoso estudiado.

En la tabla 14 se muestra un resumen de los resultados de la disminución de la turbidez en el tiempo de tratamiento electroquímico a densidades de corriente de 5, 10, 15 y 20 mA/cm², las representaciones gráficas de estos resultados se muestran en las figuras 31, 32, 33, 34 y 35.

Tabla 14. Turbidez de la emulsión acuosa del ácido palmítico con Triton X-100, luego de su tratamiento electroquímico en función del tiempo y de las densidades de corriente.

t (min)	Turbidez (NTU)			
	5 mA/cm ²	10 mA/cm ²	15 mA/cm ²	20 mA/cm ²
0	88	88	88	88
10	77,6	43	8,05	19,9
20	44,8	11,5	4,35	11,9
30	18,7	6,55	3,32	5,67
40	18	4,69	3,3	4,93
50	17,4	3,33	2,01	4,21
60	13,5	2,62	1,93	4,13

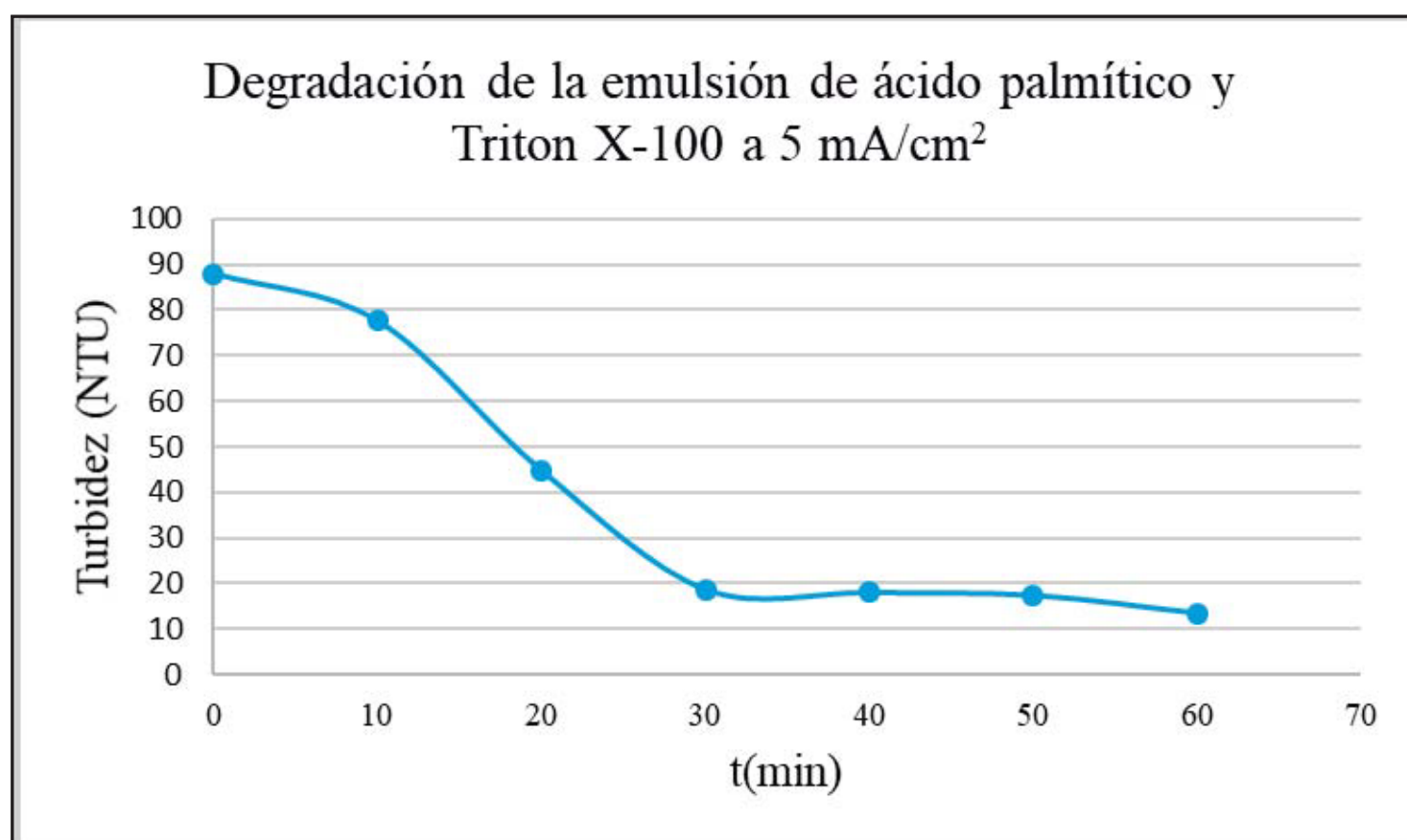


Figura 31. Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 5 mA/cm².

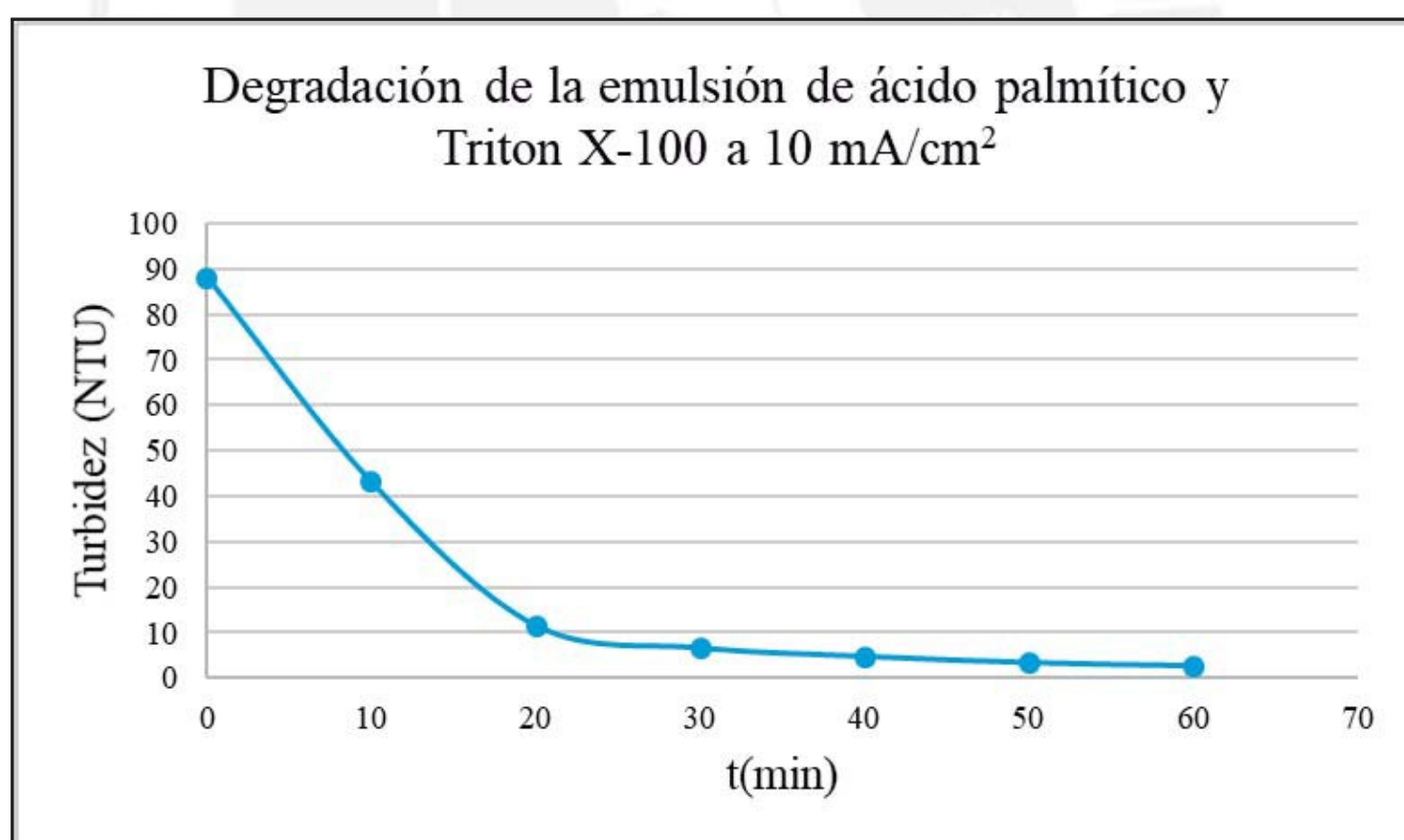


Figura 32. Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 10 mA/cm².

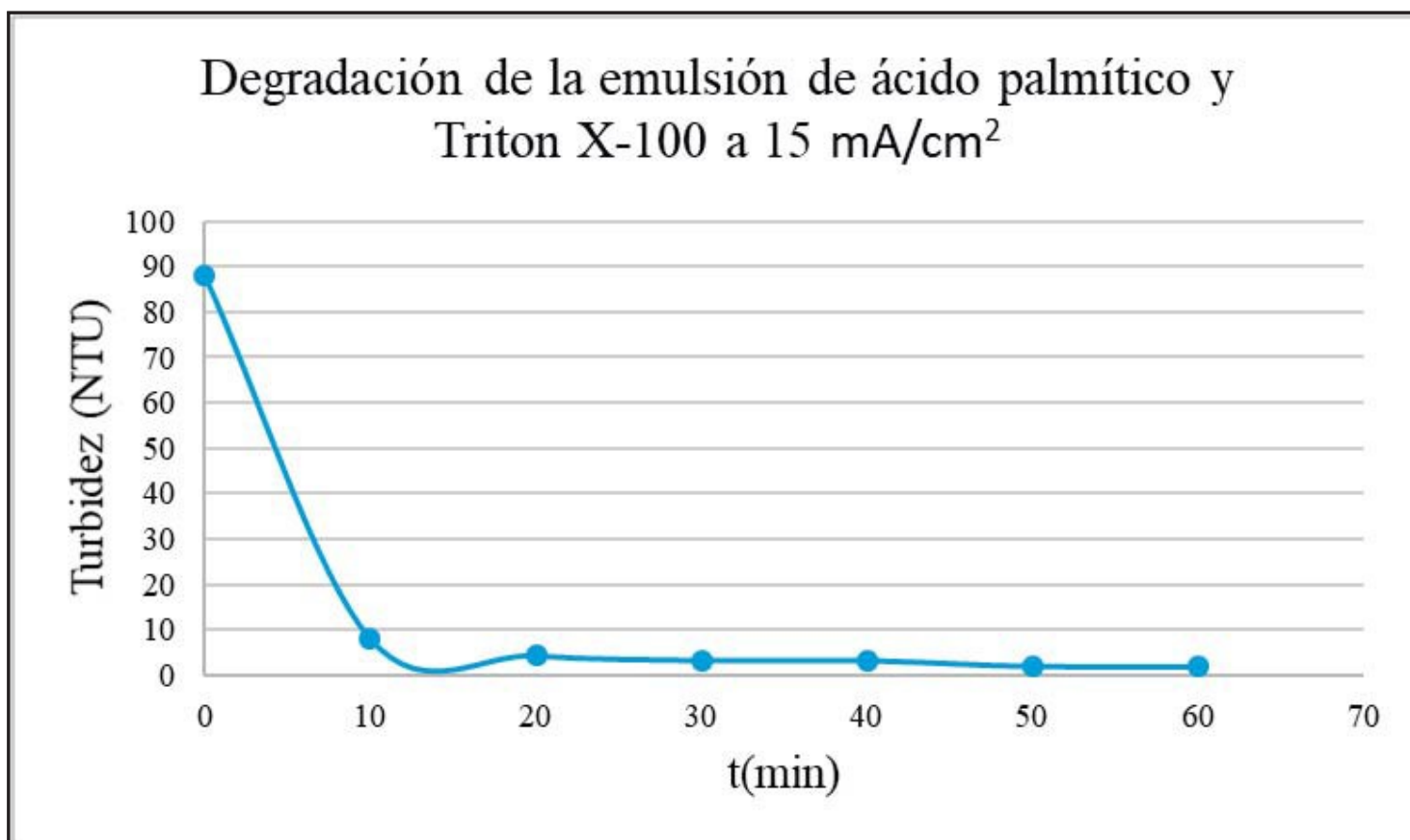


Figura 33. Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 15 mA/cm².

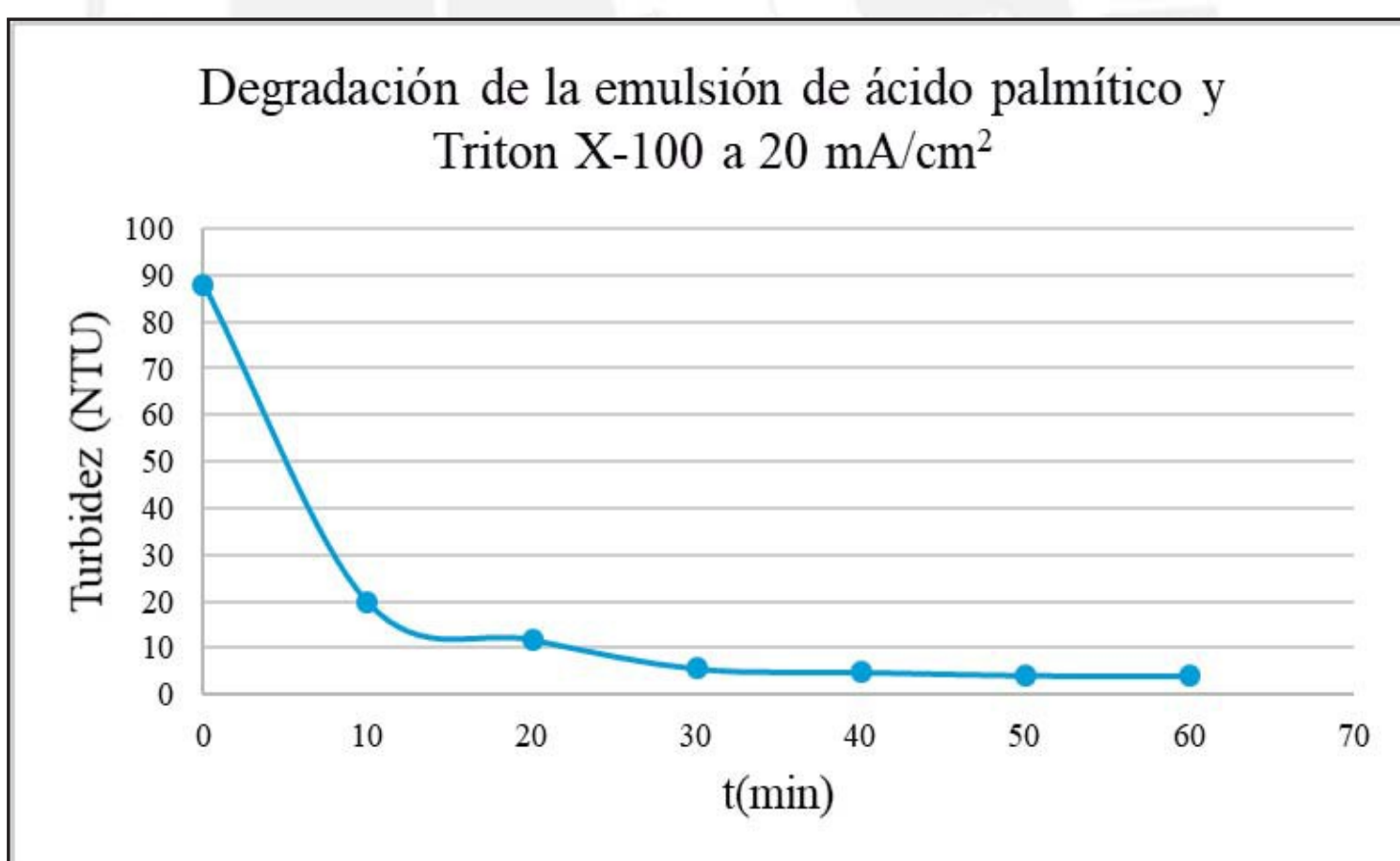


Figura 34. Cambio de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100 durante el tratamiento electroquímico a 20 mA/cm².

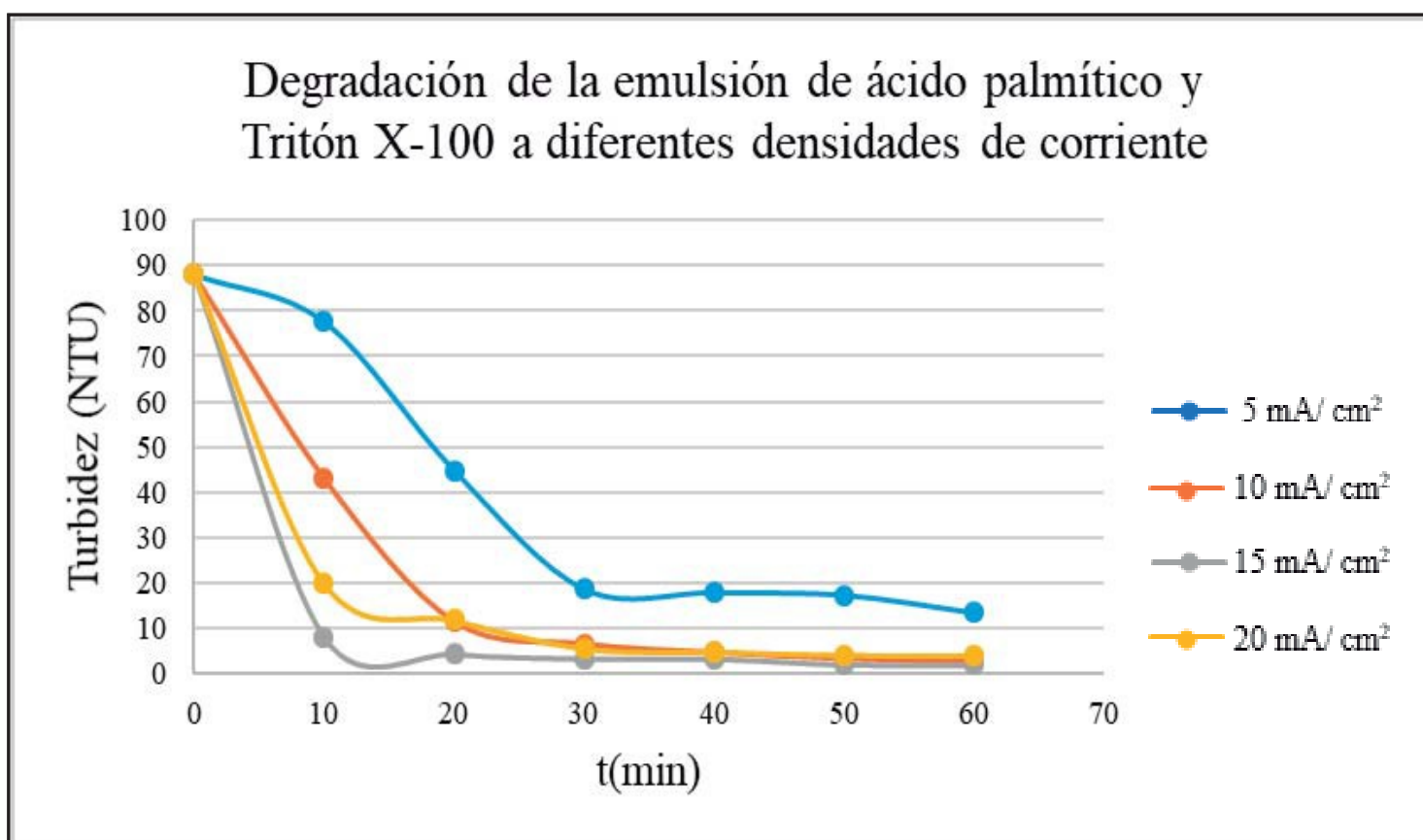


Figura 35. Comparación de la turbidez en la emulsión acuosa de ácido palmítico tratado electroquímicamente a diferentes densidades de corriente.

La medición de la turbidez provee otra herramienta analítica complementaria para estimar los efectos del tratamiento electroquímico de la emulsión acuosa del ácido palmítico estabilizado con Triton X-100. Puesto que la turbidez se debe al contenido de componentes coloidales dispersos en la mezcla acuosa, estas mediciones cuantifican los efectos de remoción coloidal de la fase acuosa, pero no miden el grado de degradación oxidativa de sus contaminantes, por lo que se justifica que su medida difiera respecto a la valoración mediante determinación en cambios de DQO.

Estas mediciones de DQO están más bien asociadas a la capacidad de proseguir con la oxidación de los componentes de la mezcla. Así por ejemplo, puede haber en la fase acuosa residuos orgánicos susceptibles a la degradación oxidativa, lo cual conduciría a cambios en DQO, mientras que por su forma de agregación no contribuyen a la turbidez del medio. Por otro lado, también puede haber estructuras totalmente oxidadas que forman agregados coloidales, que le confieren cambios de turbidez al medio conforme avanza la separación durante el tratamiento, pero que no implican cambios en los valores de DQO.

Del gráfico en la Figura 35 se determina que, a mayores densidades de corriente eléctrica, como en el caso de 15 y 20 mA/cm², la remoción coloidal ocurre prácticamente en 10 minutos, mientras que a 10 mA/cm² la degradación es en 20 minutos, y a 5 mA/cm² la degradación es en 30 minutos. Después de los tiempos mencionados se observa que la turbidez disminuye muy poco.

De todas las densidades de corriente utilizadas se encontró que a 15 mA/cm² se logra disminuir más rápidamente la turbidez y, a valores más bajos de turbidez respecto a otras densidades de corriente aplicadas. Este resultado por sí solo no implica que a 15 mA/cm² la generación de peróxido de hidrógeno sea más efectiva para la degradación oxidativa en medio acuoso de los componentes

orgánicos (ácido palmítico, Triton 100-X, biftalato de potasio, o los derivados de estos). Por ello es necesario analizar también los cambios de DQO durante los tratamientos electroquímicos.

VIII.5 Curva de calibración fotométrica para la determinación de la DQO en las soluciones acuosas estándar de biftalato de potasio

En esta sección se reporta y discuten los resultados al determinar los valores de DQO correspondientes a muestras acuosas patrón, empleando biftalato de potasio como estándar, con el objeto de contar con una metodología y curva de calibración que permita asignar valores de DQO a partir de mediciones fotométricas de absorbancia. Estos resultados se muestran en la tabla 15 y en la figura 36.

Tabla 15. Curva de calibración para la determinación de la DQO.

DQO (g O ₂ /L)	Absorbancia del biftalato de potasio a 610 nm
25	0,01339
50	0,02421
100	0,04174
200	0,07167
400	0,14756
600	0,21846
800	0,27562

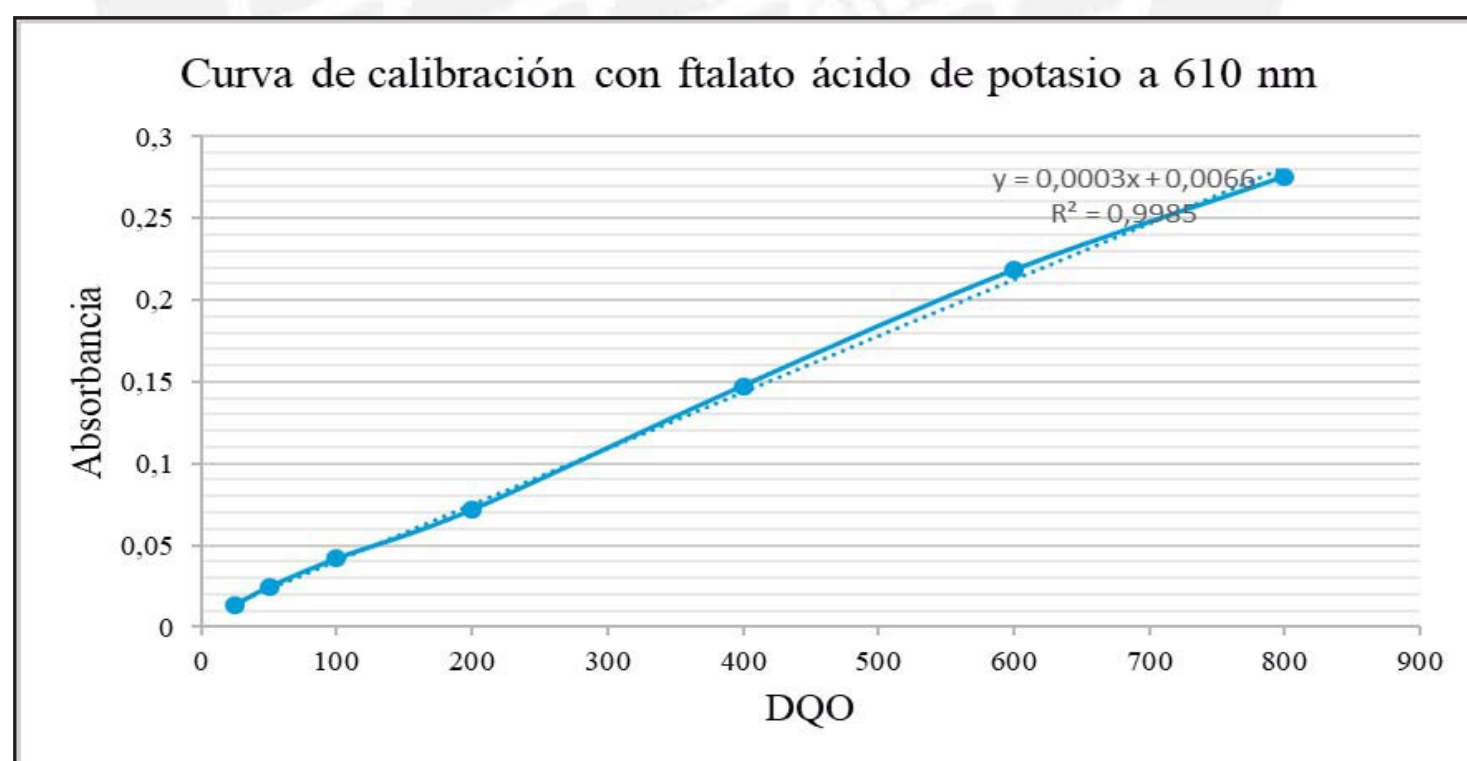


Figura 36. Curva de calibración del patrón biftalato de potasio para la determinación de la DQO.

Según la figura 36, se obtiene una buena relación lineal ($R^2 = 0,9985$) en el rango estudiado (25-800 g O₂/L para DQO; 0,01-0,15 para absorbancia).

VIII.6 Mediciones fotométricas en emulsiones acuosas de ácido palmítico estabilizadas con Triton X-100

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a la medición fotométrica de emulsiones acuosas con un contenido fijo del surfactante Triton X-100 y contenido variable del ácido palmítico. Estos resultados se muestran en la tabla 16 y en la figura 37.

Tabla 16. Absorbancias para las emulsiones preparadas al variar la cantidad introducida de ácido palmítico.

Triton X-100 (mg/L)	Concentración de ácido palmítico (mg/L)	$\frac{\text{ácido palmítico}(\frac{mg}{L})}{\text{ácido palmítico}(\frac{mg}{L}) + \text{triton}(\frac{mg}{L})}$	Absorbancia
0,15915	0,10	0,38588	0,23237
0,15915	0,06	0,27379	0,17524
0,15915	0,02	0,11164	0,10834
0,15915	0,01	0,05912	0,08692

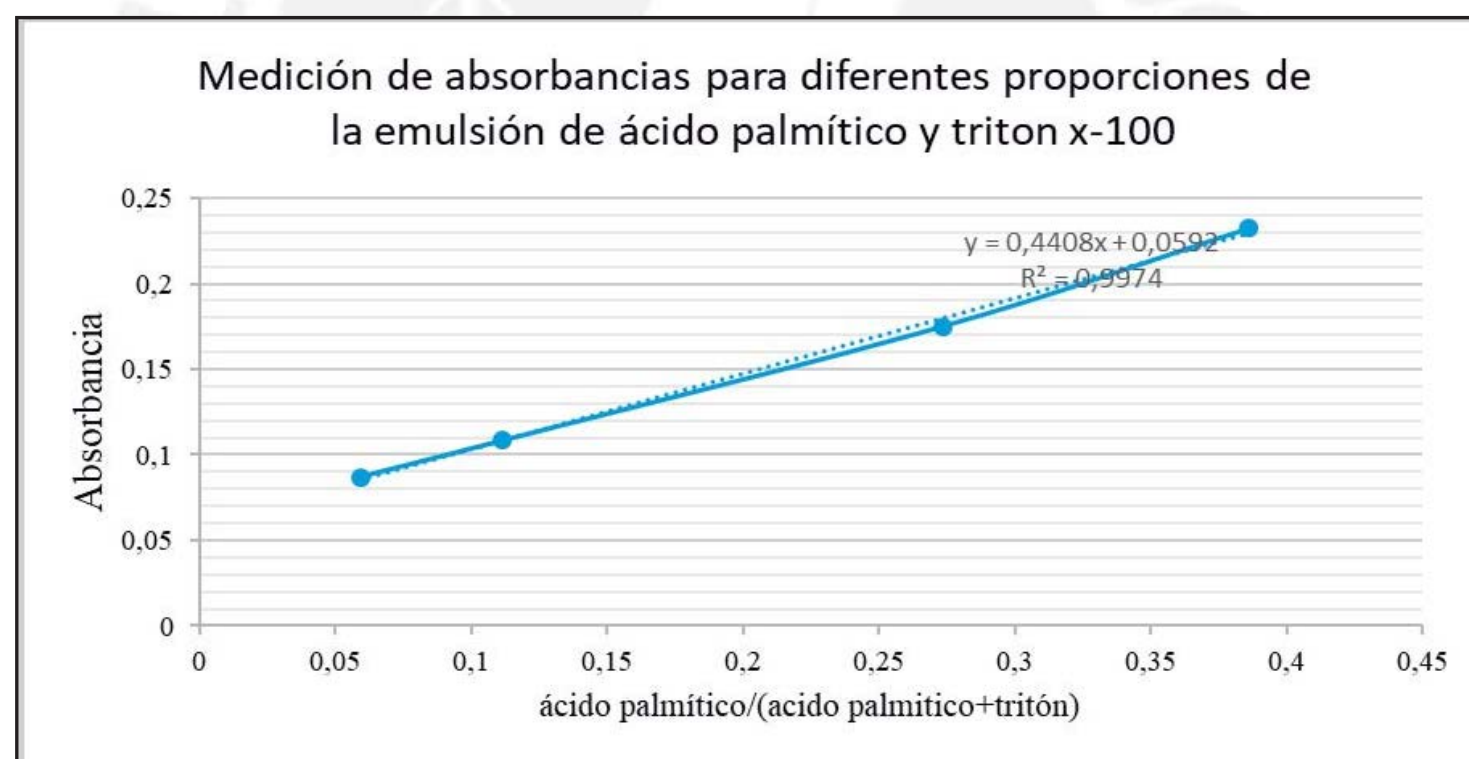


Figura 37. Medición de absorbancias para diferentes concentraciones de ácido palmítico en emulsión acuosa estabilizada con Triton X-100.

La linealidad obtenida en estas medidas de absorbancia ($R^2 = 0,9974$), respecto al contenido de ácido palmítico en la emulsión, servirá más adelante para relacionar con las medidas de DQO de estas emulsiones y, también para corregir estos valores para asignar el valor del DQO correspondiente únicamente al ácido palmítico acuoso, sin la contribución del surfactante Triton X-100.

VIII.7 DQO del producto de la degradación de la emulsión acuosa de ácido palmítico estabilizado con Triton X-100

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a la determinación de valores de DQO para la emulsión acuosa del ácido palmítico, en presencia de Triton X-100, en el tratamiento electroquímico aplicado en un rango de hasta 60 minutos, y para densidades de corriente de 5, 10, 15 y 20 mA/cm². Estos resultados se muestran en las tablas 17, 18, 19, 20 y 21 y en las figuras 38, 39, 40, 41 y 42.

Tabla 17. DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente 5 mA/cm².

5 mA/cm ² .	
t (min)	DQO (g O ₂ /L)
0	724,17
10	370,30
20	206,20
30	139,07
40	119,03
50	113,90
60	106,20

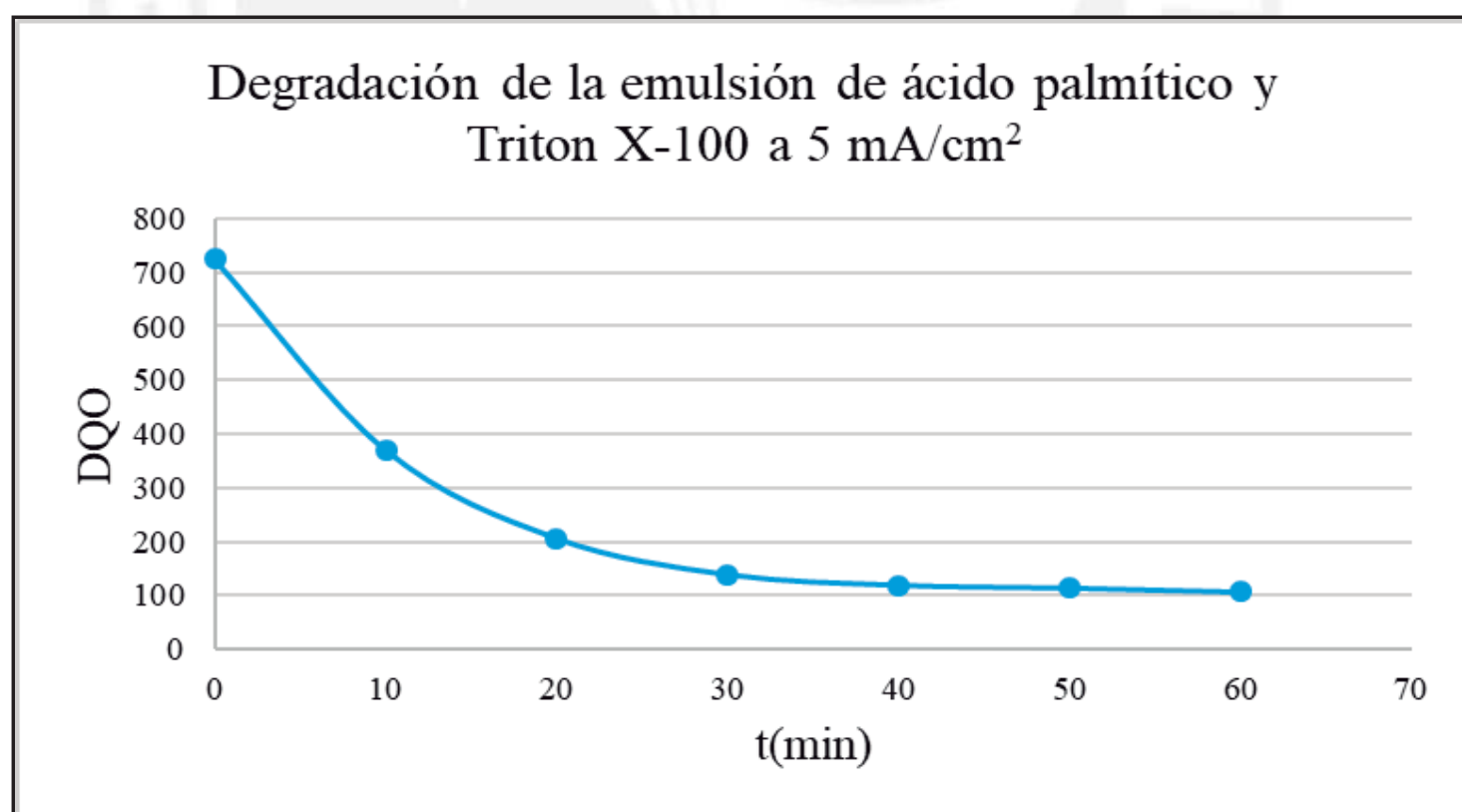


Figura 38. Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 5 mA/cm².

En la figura 38 se observa que a una densidad de corriente de 5 mA/cm² la evolución de los valores de DQO cambia cada 10 minutos siendo más rápida la disminución de DQO en los primeros 10 minutos de tratamiento, en el intervalo

de tiempo comprendido entre los 10 y 30 minutos la disminución de DQO es menor que en los 10 primeros minutos pero aun asi es mayor en comparación a la disminución de DQO después de los 30 minutos, en el intervalo de tiempo comprendido entre los 50 y 60 minutos la disminución de DQO es la menor de todo el rango de tiempo considerado. Este comportamiento evidencia que la degradación de la emulsión acuosa de ácido palmítico para una densidad de corriente de 5 mA/cm² es más efectiva en los primeros 30 minutos de tratamiento, después de este tiempo la degradación es menor.

Tabla 18. DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 10 mA/cm².

10 mA/cm ²	
t (min)	DQO (g O ₂ /L)
0	717,27
10	288,23
20	113,87
30	95,93
40	85,70
50	67,73
60	62,60

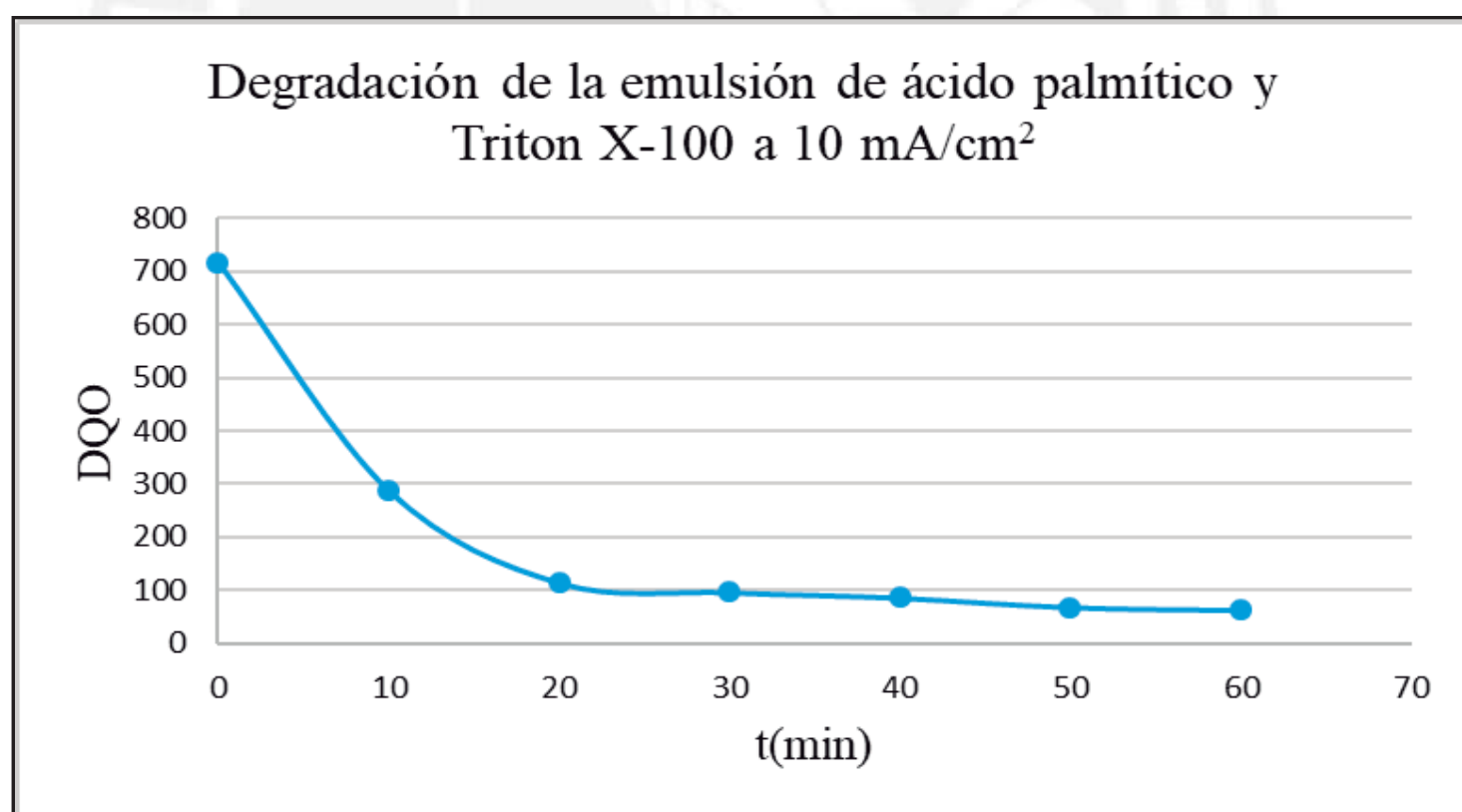


Figura 39. Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 10 mA/cm².

En la figura 39 se observa que a una densidad de corriente de 10 mA/cm² la mayor disminución de DQO ocurre en los primeros 10 minutos de tratamiento, en el intervalo de tiempo comprendido entre los 10 y 20 minutos la disminución

de DQO es menor que en los primeros 10 minutos, pero aun es significativa en comparación con el tratamiento después de los 20 minutos, en el intervalo de tiempo comprendido entre los 50 y 60 minutos la disminución de DQO es la menor de todo el rango de tiempo considerado. El comportamiento mostrado evidencia que la degradación de la emulsión acuosa de ácido palmítico para una densidad de corriente de 10 mA/cm^2 es más efectiva en los primeros 20 minutos de tratamiento, después de este tiempo la degradación es menor.

Tabla 19. DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 15 mA/cm^2 .

15 mA/cm ² .	
t (min)	DQO (g O ₂ /L)
0	725,83
10	185,70
20	170,30
30	155,23
40	144,10
50	136,93
60	131,83

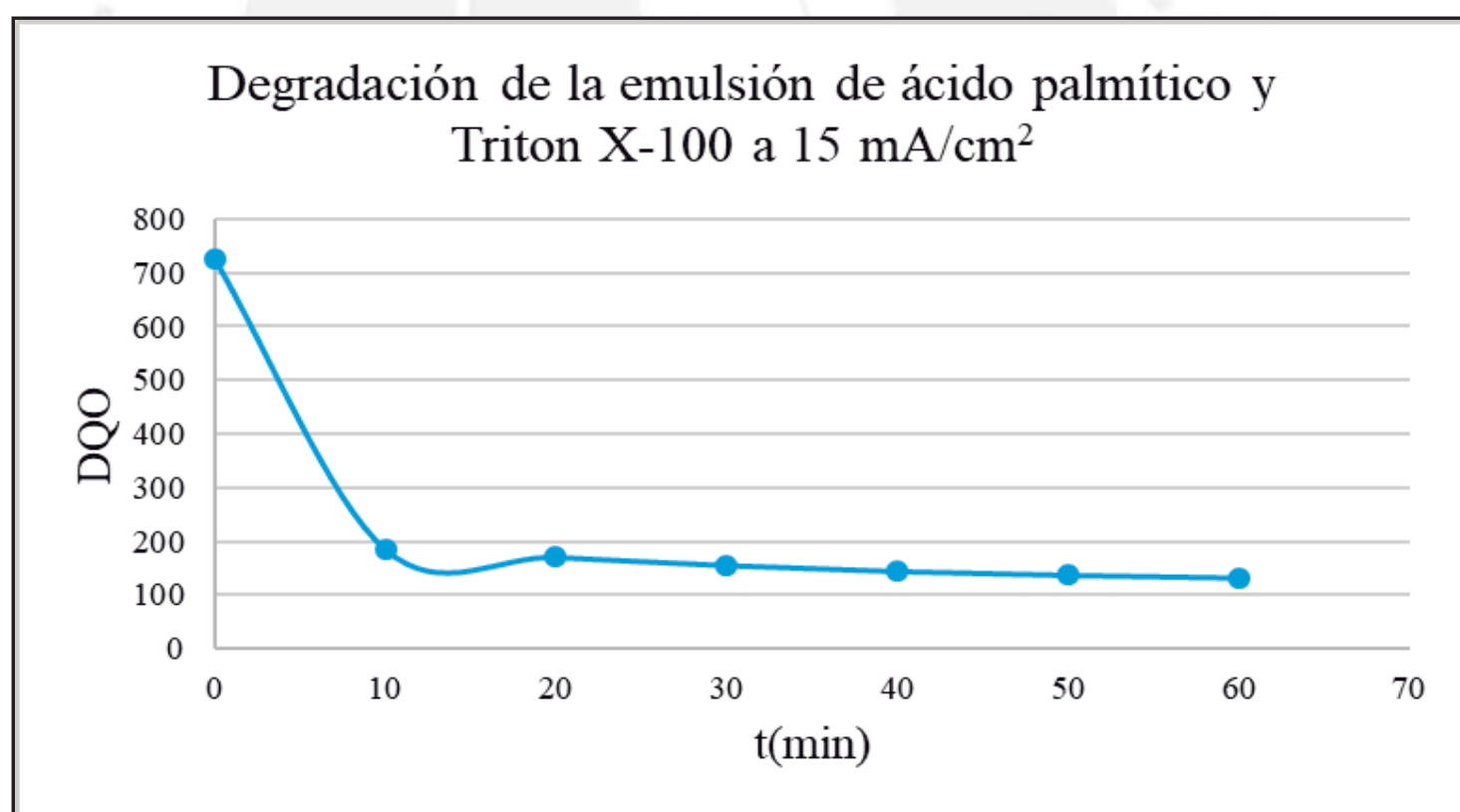


Figura 40. Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 15 mA/cm^2 .

En la figura 40 se observa que a una densidad de corriente de 15 mA/cm^2 la mayor disminución de DQO ocurre en los primeros 10 minutos de tratamiento, después de este tiempo la disminución de DQO es significativamente menor. El comportamiento mostrado evidencia que la degradación de la emulsión acuosa

de ácido palmítico para una densidad de corriente de 15 mA/cm² es más efectiva en los primeros 10 minutos de tratamiento, después de este tiempo la degradación es menor.

Tabla 20. DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 20 mA/cm².

20 mA/cm ²	
t (min)	DQO (g O ₂ /L)
0	731,83
10	234,40
20	203,63
30	188,23
40	170,30
50	162,60
60	157,47

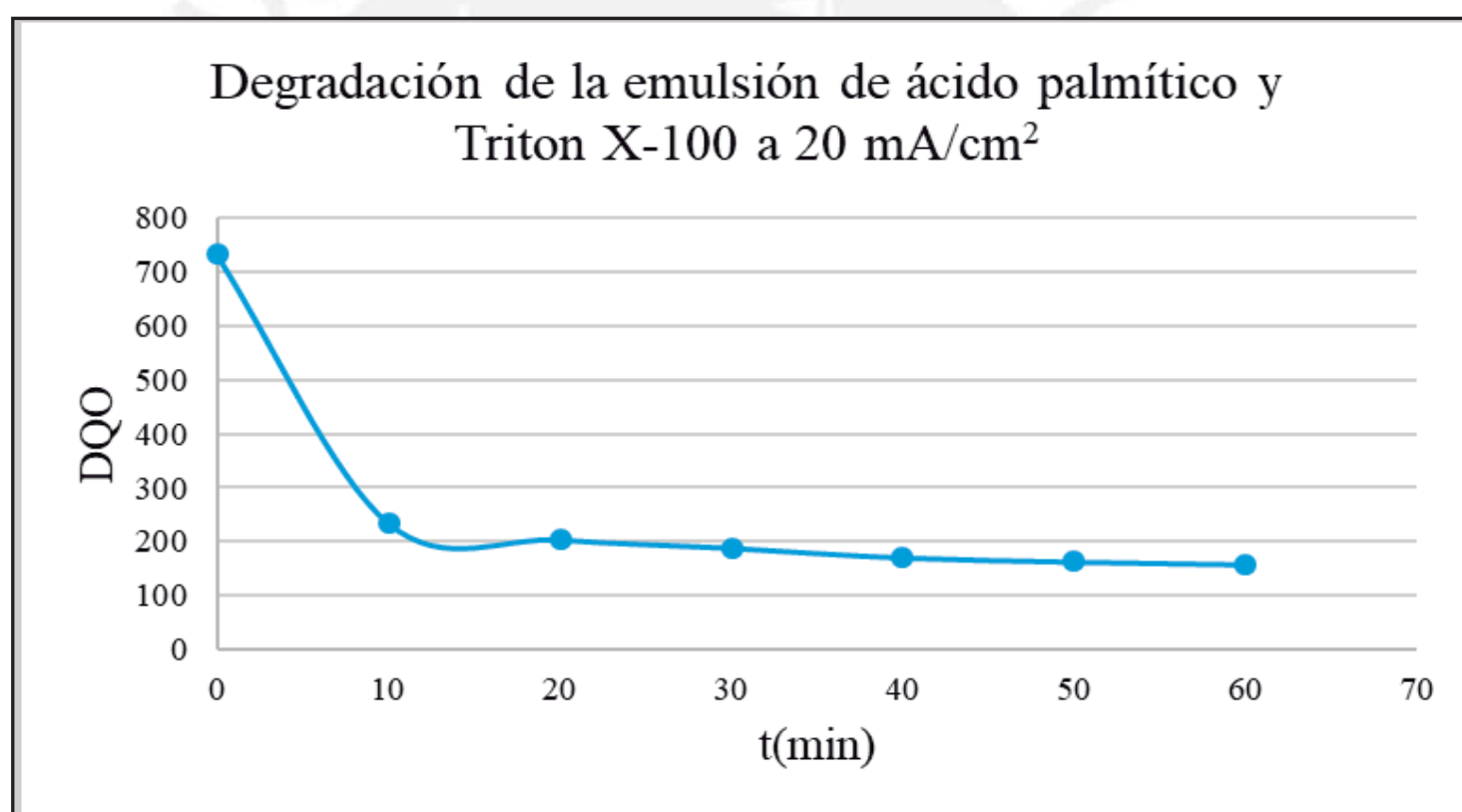


Figura 41. Evolución en valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con una densidad de corriente de 20 mA/cm².

Al comparar las figuras 40 y 41 se observa que la evolución en valores de DQO es muy similar para las densidades de corriente de 15 mA/cm² y 20 mA/cm². El comportamiento mostrado evidencia que la degradación de la emulsión acuosa de ácido palmítico para una densidad de corriente de 20 mA/cm² es más efectiva en los primeros 10 minutos de tratamiento, después de este tiempo la degradación es menor.

Tabla 21. Comparación entre valores de DQO en emulsiones acuosas de ácido palmítico sujetos al tratamiento electroquímico para diferentes tiempos y densidades de corriente.

DQO (g O ₂ /L) (emulsión de ácido palmítico con Triton X-100)				
t (min)	5 mA/cm ²	10 mA/cm ²	15 mA/cm ²	20 mA/cm ²
0	724,17	717,27	725,83	731,83
10	370,30	288,23	185,70	234,40
20	206,20	113,87	170,30	203,63
30	139,07	95,93	155,23	188,23
40	119,03	85,70	144,10	170,30
50	113,90	67,73	136,93	162,60
60	106,20	62,60	131,83	157,47

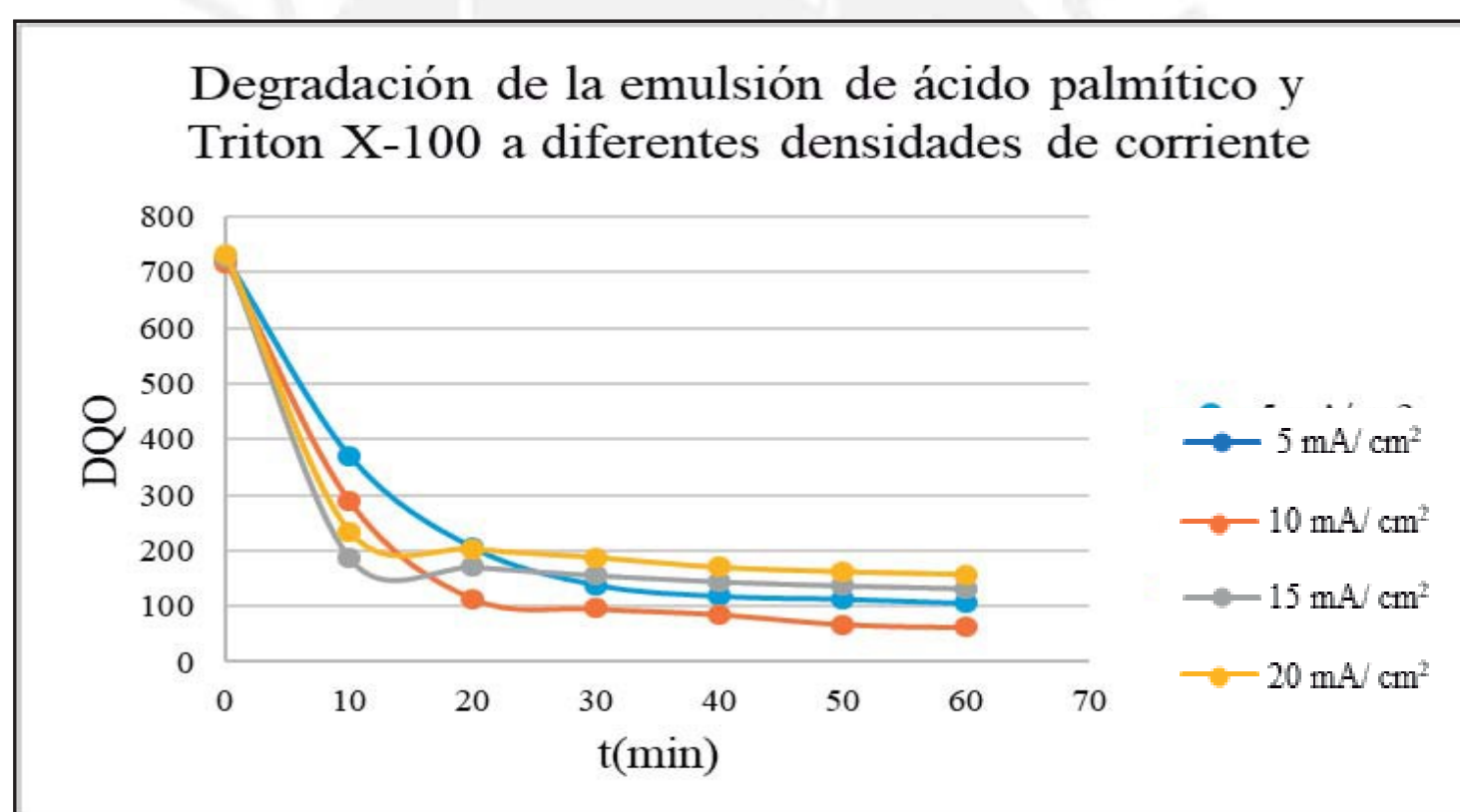


Figura 42. Comparación en la evolución de valores de DQO al tratar electroquímicamente la emulsión acuosa de ácido palmítico con diferentes densidades de corriente.

Al comparar las gráficas de las figuras 38, 39, 40 y 41 se puede apreciar que hay una rápida reducción de la DQO para la emulsión de ácido palmítico con Triton X-100 en los primeros minutos del tratamiento electroquímico sin importar cuál sea la densidad de corriente utilizada, al superponer dichas gráficas en la figura 42 se puede observar que a densidades de corriente de 15 y 20 mA/cm² la disminución de DQO es significativa en los primeros 10 minutos del tratamiento electroquímico pero después de este tiempo la disminución de DQO es menor,

para densidades de corriente de 5 y 10 mA/cm² la disminución de DQO es también significativa en los primeros minutos pero a diferencia de las densidades de corriente de 15 y 20 mA/cm² este comportamiento se prolonga hasta los 30 y 20 minutos de tratamiento respectivamente y después la disminución de la DQO es también menor. Otra diferencia que se observa es que a los 60 minutos de tratamiento electroquímico a las densidades de 5 y 10 mA/cm² se obtiene una menor DQO en comparación al tratamiento efectuado a densidades de corriente de 15 y 20 mA/cm². Después de comparar los resultados de la evolución de los valores de DQO a diferentes densidades de corriente se encuentra que la degradación de la emulsión acuosa es más efectiva en los 10 primeros minutos de tratamiento, independientemente de la densidad de corriente utilizada y que a una densidad de corriente de 10 mA/cm² se logra una degradación más efectiva de la emulsión acuosa de ácido palmítico en comparación a las demás densidades de corriente utilizadas.

VIII.8 Determinación de los valores de DQO correspondiente al ácido palmítico en medio acuoso

En esta sección, entre las tablas 22, 23, 24, 25 y 26 y figuras 43, 44, 45 46 y 47, se muestra cómo evoluciona en el tiempo los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, sin considerar la presencia del surfactante Triton X-100. Para ello, se recurre a las diferencias de absorbancias determinadas mediante las curvas de calibración, tanto para las emulsiones acuosas del ácido palmítico como en las soluciones acuosas de Triton X-100 (tablas 22, 23, 24, 25 y 26). Todo ello se realizó para las densidades de corriente de 5, 10, 15 y 20 mA/cm².

Tabla 22. Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 5 mA/cm², por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100.

5 mA/cm ²				
t (min)	Absorbancia de la emulsión de ácido palmítico con Triton X-100	Absorbancia del Triton X-100	Absorbancia del ácido palmítico	DQO (g O ₂ /L) del ácido palmítico
0	0,22385	0,01923	0,20462	660,07
10	0,11769	0,01632	0,10137	315,90
20	0,06846	0,01321	0,05525	162,17
30	0,04832	0,01213	0,03619	98,63
40	0,04231	0,01187	0,03044	79,47
50	0,04077	0,01165	0,02912	75,07
60	0,03846	0,01152	0,02694	67,80

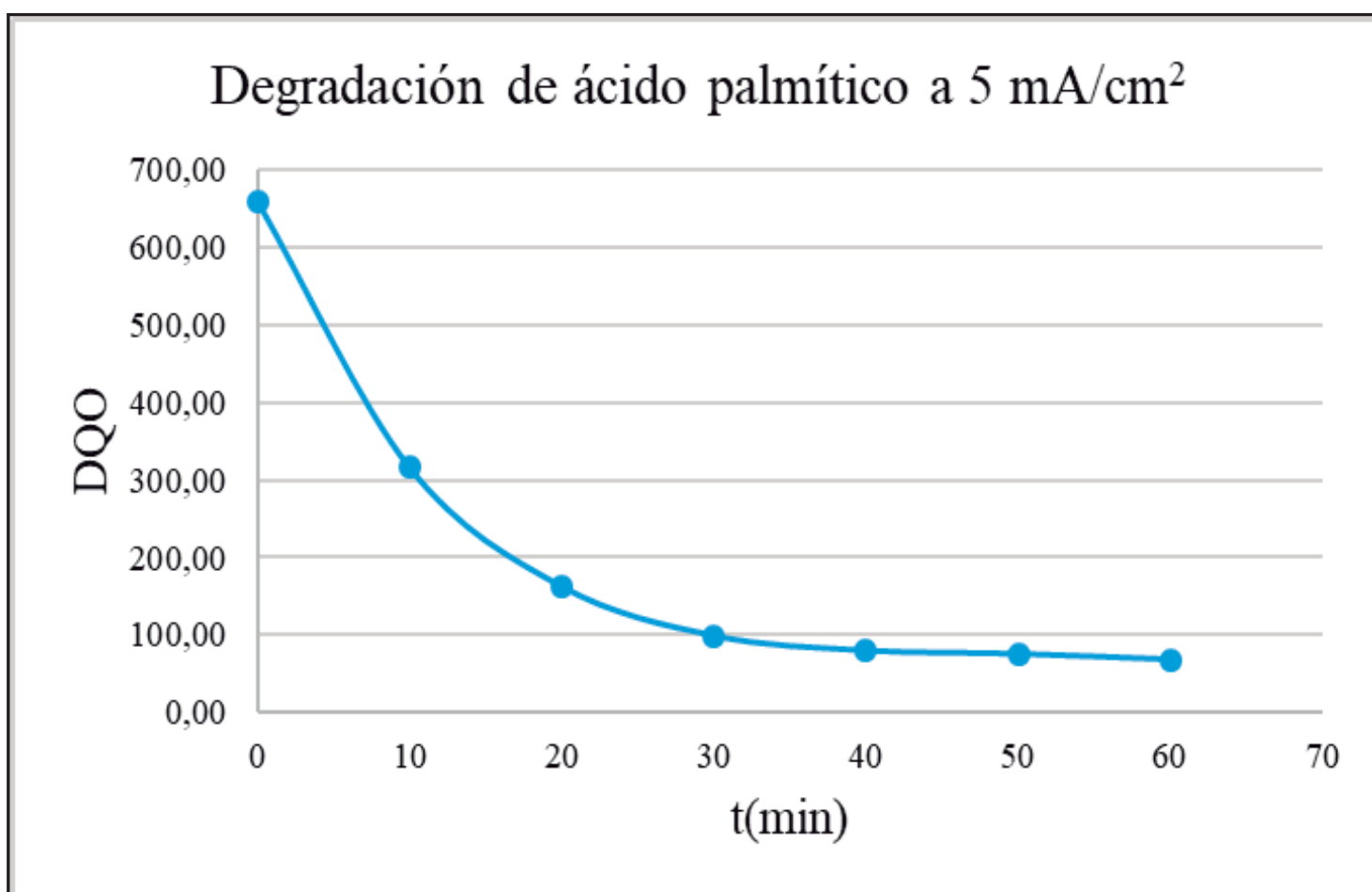


Figura 43. Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 5 mA/cm².

Tabla 23. Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 10 mA/cm², por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100 .

10 mA/cm ²				
t (min)	Absorbancia de la emulsión de ácido palmítico con Triton X-100	Absorbancia del Triton X-100	Absorbancia del ácido palmítico	DQO (g O ₂ /L) del ácido palmítico
0	0,22178	0,01873	0,20305	654,83
10	0,09307	0,01374	0,07933	242,43
20	0,04076	0,01274	0,02802	71,40
30	0,03538	0,01172	0,02366	56,87
40	0,03231	0,01135	0,02096	47,87
50	0,02692	0,01124	0,01568	30,27
60	0,02538	0,01012	0,01526	28,87

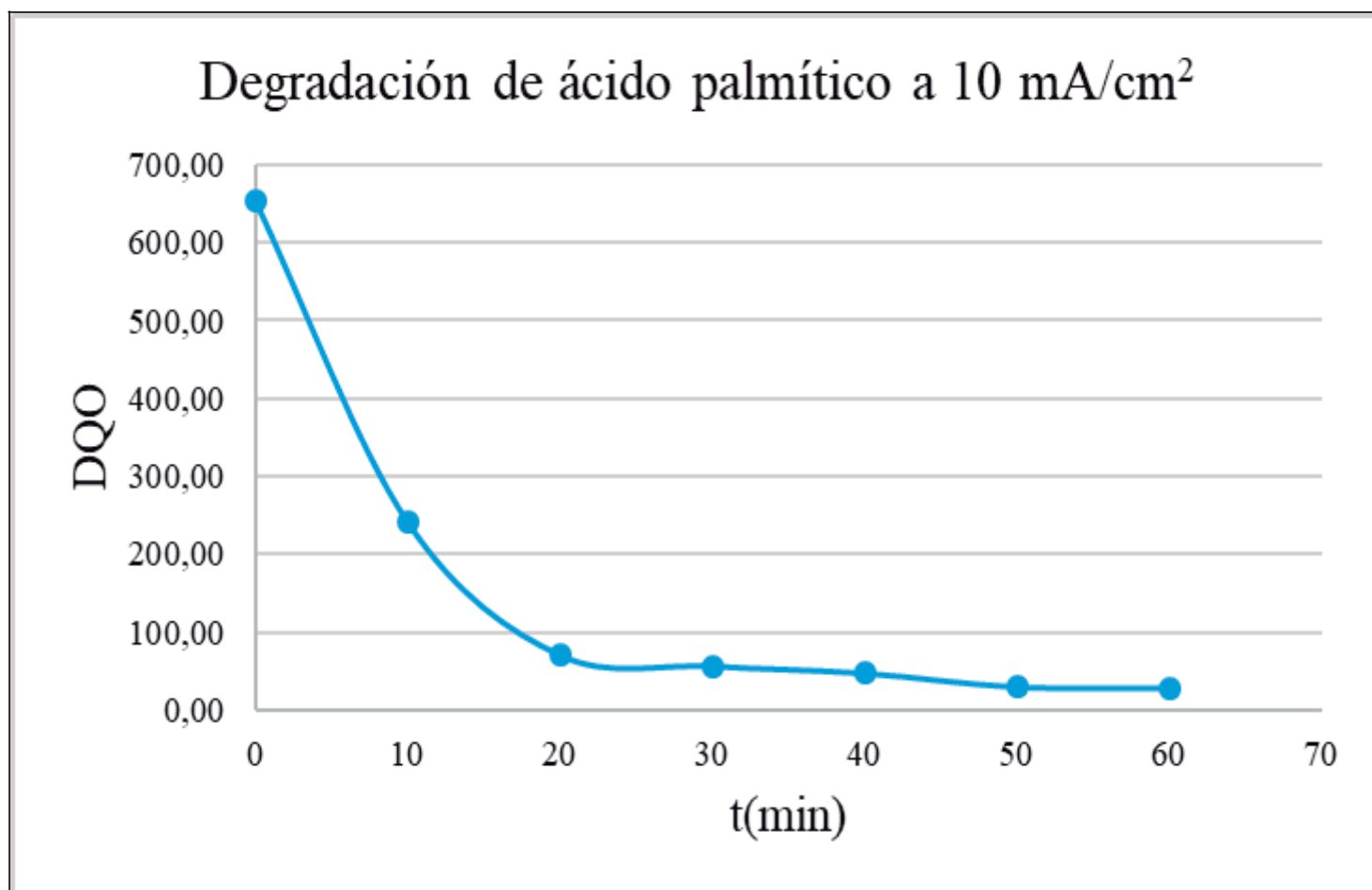


Figura 44. Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 10 mA/cm².

Tabla 24. Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 15 mA/cm², por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100.

15 mA/cm ²				
t (min)	Absorbancia de la emulsión de ácido palmítico con Triton X-100	Absorbancia del Triton X-100	Absorbancia del ácido palmítico	DQO (g O ₂ /L) del ácido palmítico
0	0,22435	0,01912	0,20523	662,10
10	0,06231	0,01321	0,0491	141,67
20	0,05769	0,01471	0,04298	121,27
30	0,05317	0,01465	0,03852	106,40
40	0,04983	0,01423	0,0356	96,67
50	0,04768	0,01339	0,03429	92,30
60	0,04615	0,01338	0,03277	87,23

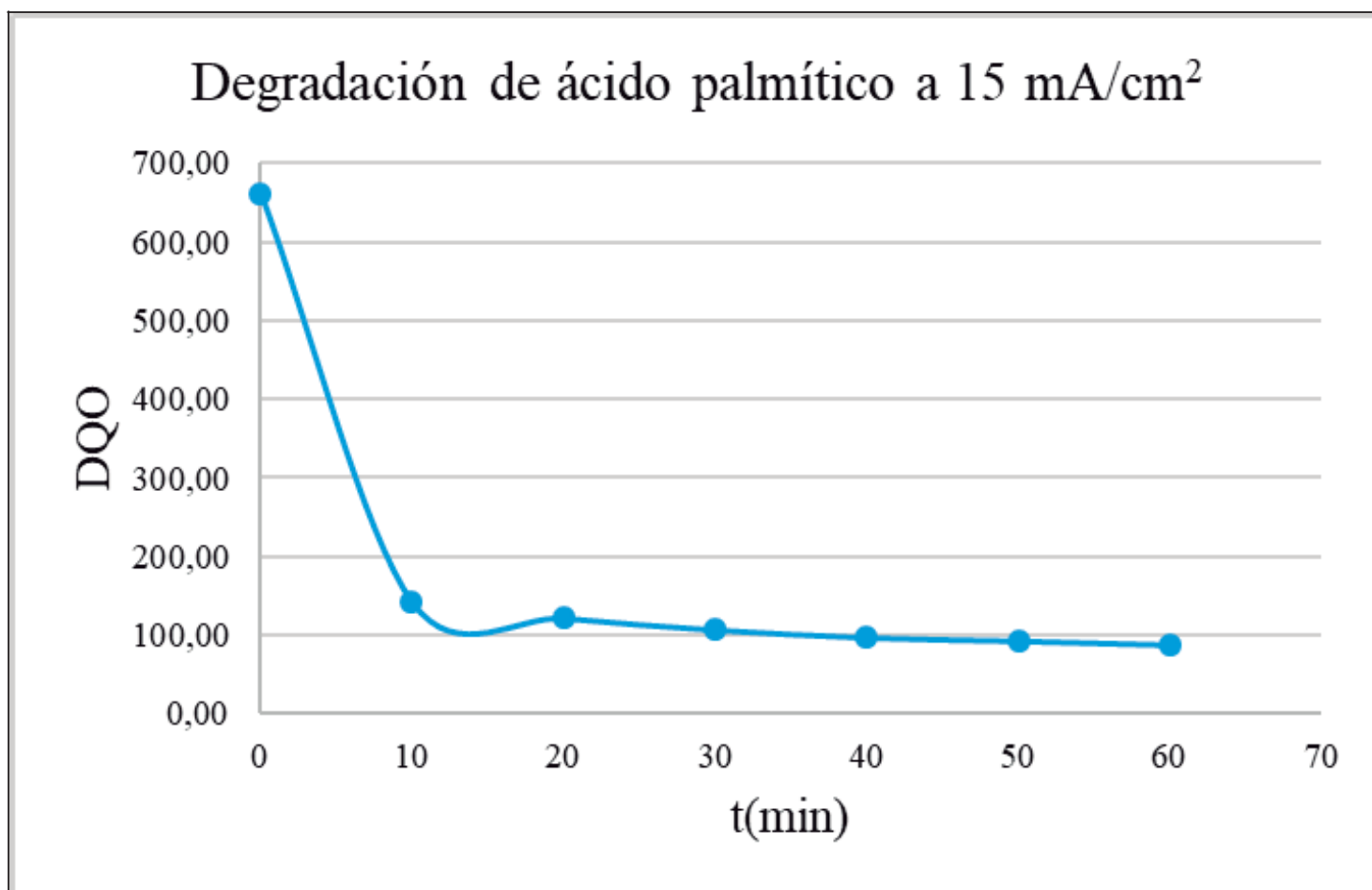


Figura 45. Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 15 mA/cm².

Tabla 25. Evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso a 20 mA/cm², por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100.

20 mA/cm ²				
t (min)	Absorbancia de la emulsión de ácido palmítico con Triton X-100	Absorbancia del Triton X-100	Absorbancia del ácido palmítico	DQO (g O ₂ /L) del ácido palmítico
0	0,22615	0,01807	0,20808	671,60
10	0,07692	0,01546	0,06146	182,87
20	0,06769	0,01487	0,05282	154,07
30	0,06307	0,01475	0,04832	139,07
40	0,05769	0,01443	0,04326	122,20
50	0,05538	0,01431	0,04107	114,90
60	0,05384	0,01425	0,03959	109,97

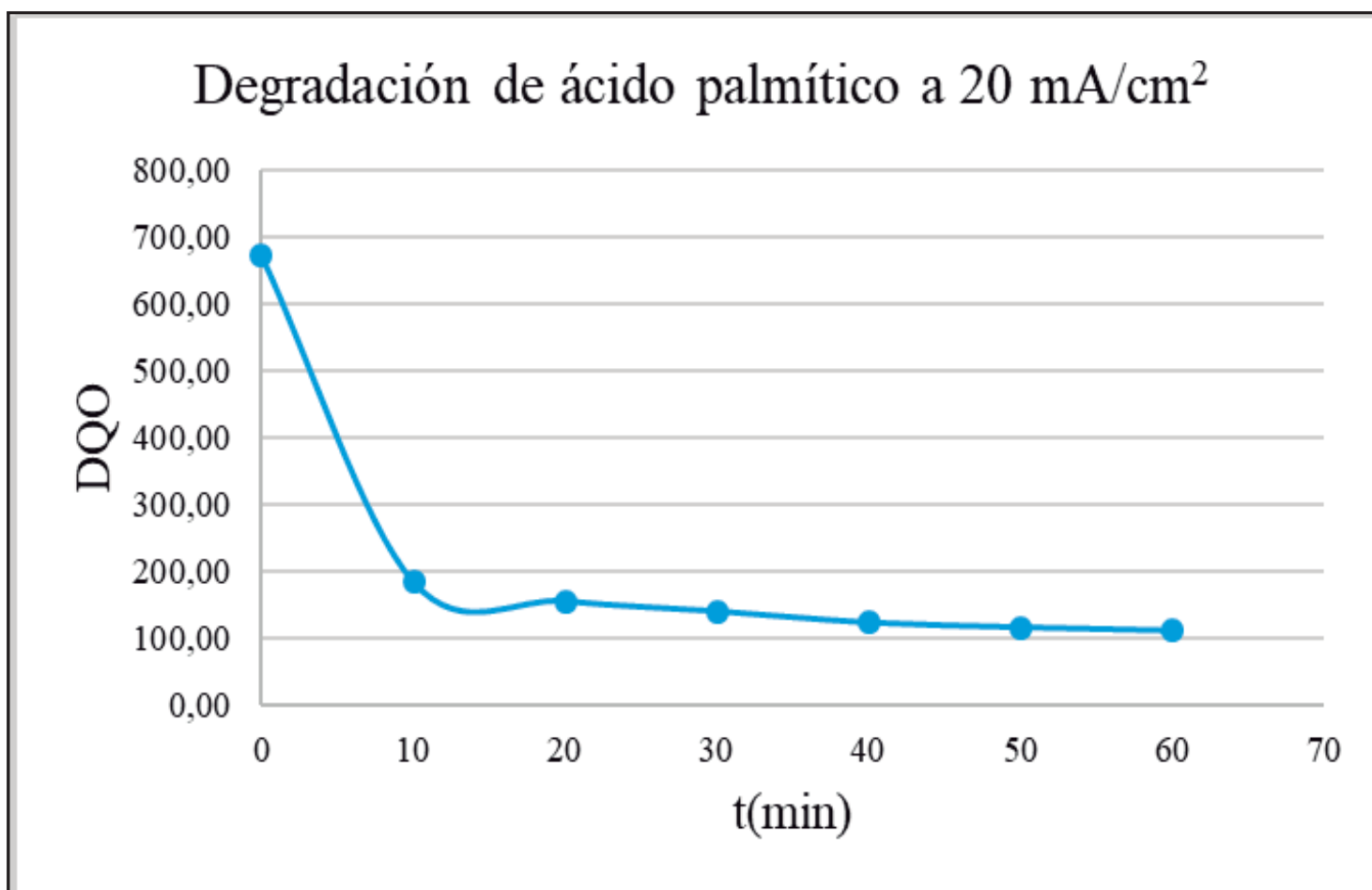


Figura 46. Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, en el tratamiento electroquímico a 20 mA/cm².

Tabla 26. Comparación en la evolución de valores de DQO en el tratamiento electroquímico de ácido palmítico en medio acuoso, por corrección de valores de absorbancia respecto al tratamiento de su emulsión acuosa con Triton X-100, para diferentes densidades de corriente.

t (min)	DQO del ácido palmítico (g O ₂ /L)			
	5 mA/cm ²	10 mA/cm ²	15 mA/cm ²	20 mA/cm ²
0	660,07	654,83	662,10	671,60
10	315,90	242,43	141,67	182,87
20	162,17	71,40	121,27	154,07
30	98,63	56,87	106,40	139,07
40	79,47	47,87	96,67	122,20
50	75,07	30,27	92,30	114,90
60	67,80	28,87	87,23	109,97

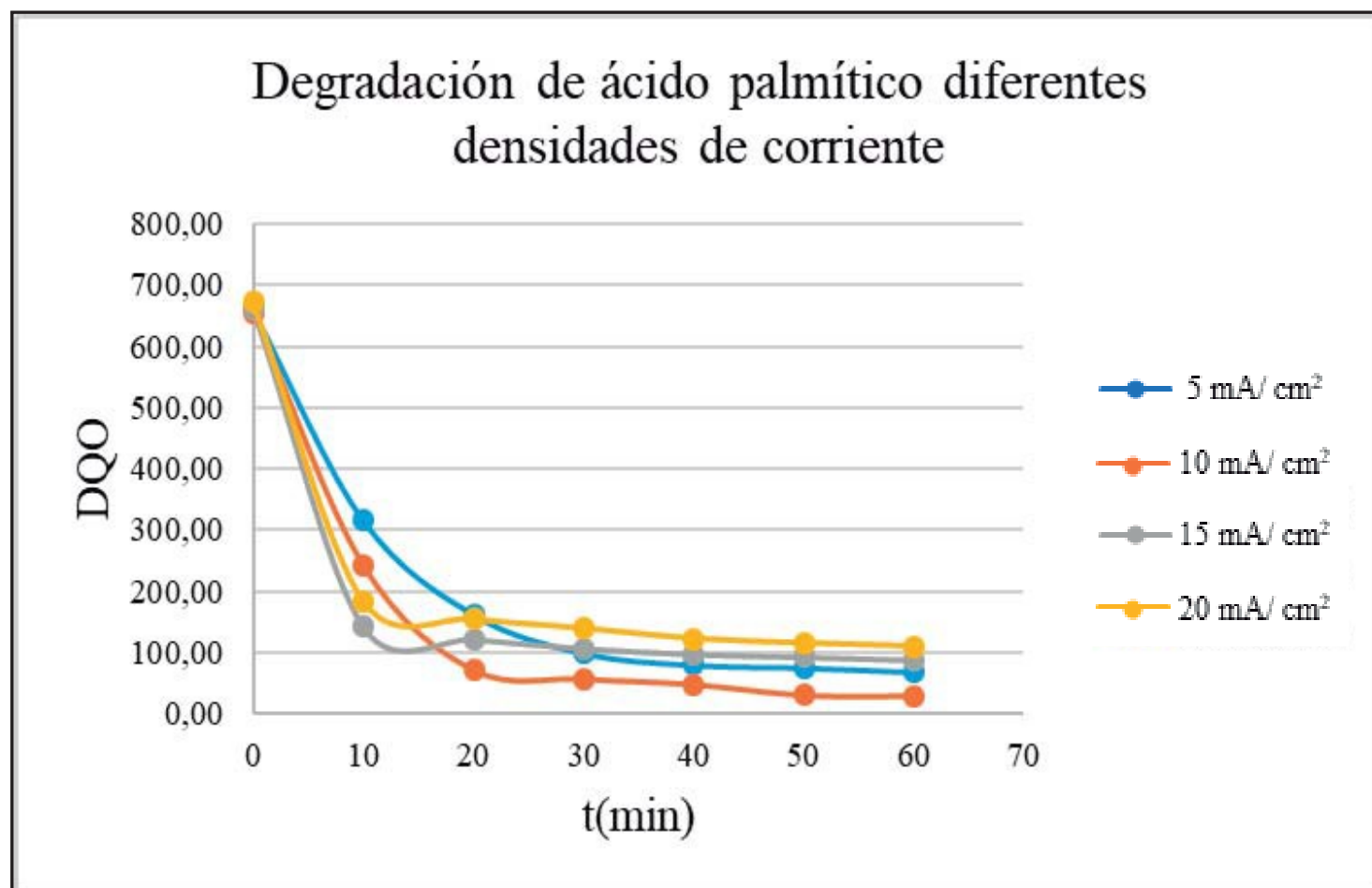


Figura 47. Evolución en los valores corregidos de DQO para el ácido palmítico en medio acuoso, respecto a su emulsión acuosa con Triton X-100, para diferentes densidades de corriente de tratamiento electroquímico.

Al comparar las gráficas de las figuras 42 y 47 se puede apreciar que el patrón de evolución en el tiempo de la DQO en la emulsión acuosa (del ácido palmítico con Triton X-100) es similar al de los valores atribuidos al ácido palmítico acuoso, corrigiendo por diferencia a la contribución asignada al Triton X-100. En ambas gráficas, la tendencia general es que en los primeros 10 minutos la DQO disminuye abruptamente y esta caída es más rápida al utilizar una mayor densidad de corriente. Luego de estos 10 minutos, la caída de la DQO es moderada a densidades de corriente de 15 y 20 mA/cm². Más bien, para 5 y 10 mA/cm², entre los 10 y 30 minutos la disminución de la DQO es aún importante. Después de los 50 minutos ya casi no hay disminución de la DQO, y prácticamente esta ya se mantiene constante. El valor más bajo de DQO luego de 1 hora de tratamiento se obtiene para una densidad de corriente de 10 mA/cm², que justamente era la densidad de corriente que mantenía una mayor concentración de peróxido de hidrógeno durante un tiempo más largo en el análisis que se realizó a la gráfica de la figura 21. Ello confirma que el comportamiento de la generación del peróxido de hidrógeno puede dar indicios de cómo sería la degradación de la materia orgánica.

VIII.9 Curva de calibración del Fe para la absorción atómica

En esta sección se reportan los resultados correspondientes a las mediciones de Fe por absorción atómica, que son necesarias para elaborar las curvas de calibración que sirven para cuantificar el contenido de hierro depositado electrolíticamente sobre el fieltro gráfico. Estos resultados se muestran en la tabla 27 y en la figura 48.

Tabla 27. Absorbancias a diferentes concentraciones de hierro preparadas con solución patrón para la elaboración de la curva de calibración.

Concentración Fe (mg/L)	Absorbancia
0,1000	0,0155
1,0000	0,0924
2,0000	0,1778
3,0000	0,2530

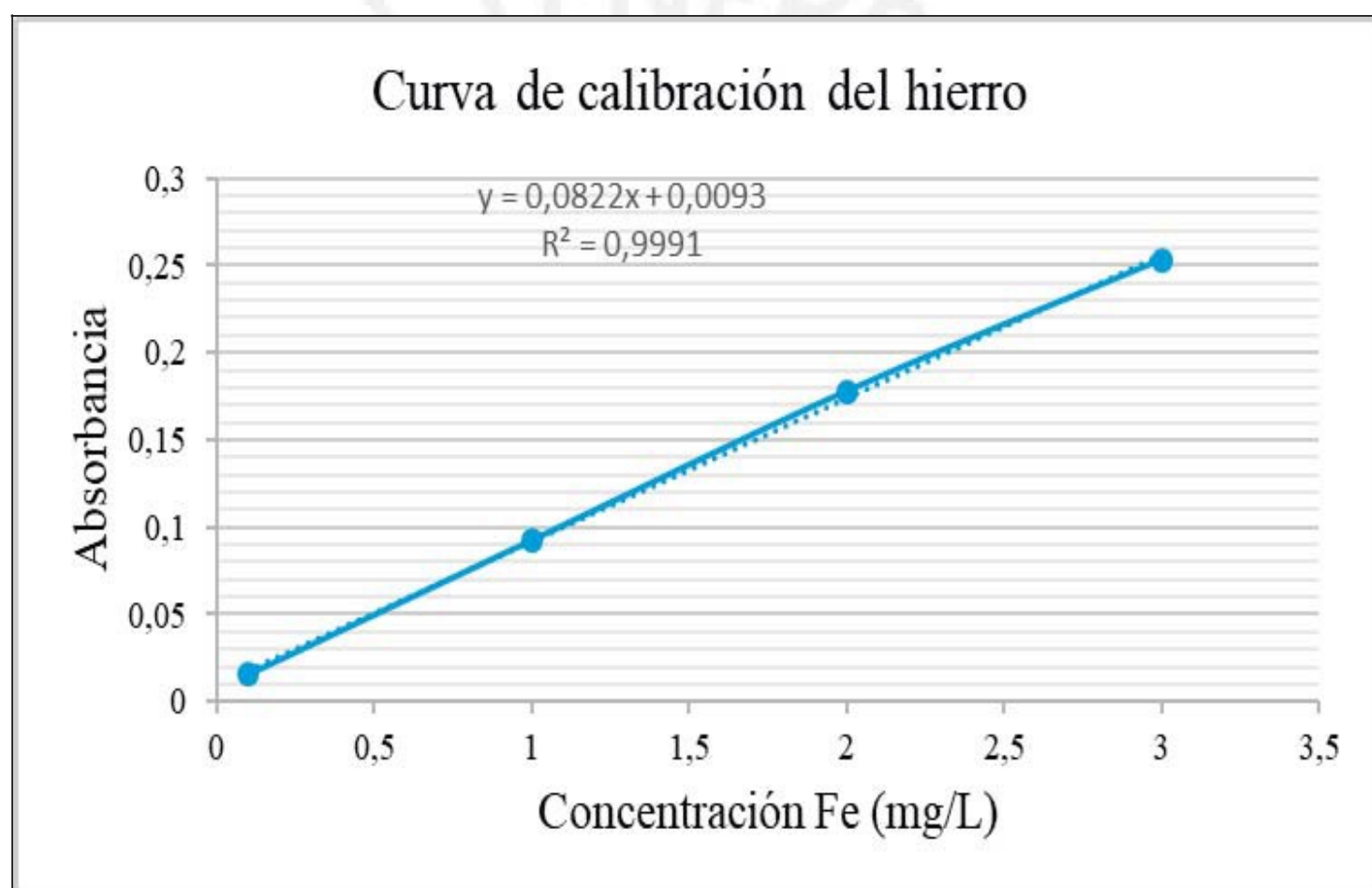


Figura 48. Curva de calibración para determinar la concentración de hierro mediante absorción atómica.

VIII.10 Evaluación de la estabilidad del hierro depositado en el fieltro ante oxidación anódica

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes al estudio de la estabilidad del hierro depositado en el fieltro gráfico al ser usado como ánodo. Tal estabilidad fue evaluada al cuantificar la masa de hierro depositado en el fieltro y luego removido mediante digestión ácida prolongada, y la masa de hierro que libera el fieltro modificado en la solución al actuar como ánodo. En ambos casos, la masa de hierro en el medio electrolítico fue cuantificado mediante espectroscopía de absorción atómica (ver tabla 28).

Tabla 28. Resultados por absorción atómica para el hierro depositado sobre el fieltro de grafito y para el hierro liberado en la solución utilizando como ánodo el fieltro modificado.

Muestra	Absorbancia	Concentración Fe (mg/L) para la muestra diluida	Dilución	Concentración Fe (mg/L) para la muestra sin diluir	Masa del Fe (g)
Digestión ácida del fieltro	0,1677	1,927	200 µL/100 mL	963,504	0,096
Fe liberado en la solución por el ánodo	0,0314	0,269	80 µL/100 mL	336,071	0,034

Asumiendo que mediante la digestión ácida se remueve en su totalidad el recubrimiento de hierro (0,096 g), el porcentaje de hierro que queda sobre el fieltro luego de su remoción anódica al medio electrolítico (0,034 g) durante 30 minutos es de 64,58 % :

$$(0,096 - 0,034 / 0,096) \times 100 \% = 64,58 \%$$

Este es el porcentaje del recubrimiento de hierro sobre el fieltro que resiste a la oxidación anódica. El 35,41 % restante de hierro corresponde a la cantidad del metal que se oxida anódicamente y pasa a la solución electrolítica.

VIII.11 Microscopía SEM-EDS del fieltro recubierto con hierro

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a la microscopía SEM- EDS realizada al electrodo modificado con la finalidad de conocer la morfología y la composición química de la superficie del recubrimiento depositado sobre el fieltro de grafito.

En el momento que se realizó la electrodeposición de hierro sobre el fieltro de grafito se observó a simple vista que la superficie presentaba una capa muy fina de color gris que correspondía al hierro metálico. Pero después de una semana en el desecador la delgada capa gris adquirió un color marrón rojizo, el cual podría corresponder a diferentes óxidos de Fe (III). En la micrografía de la figura 49 se observa que la superficie del fieltro fue recubierta de manera uniforme por el óxido de hierro, pero sobre la superficie se observa también algunas pequeñas manchas de color más claro que el resto del recubrimiento que podrían corresponder a otra fase sólida del óxido de hierro.

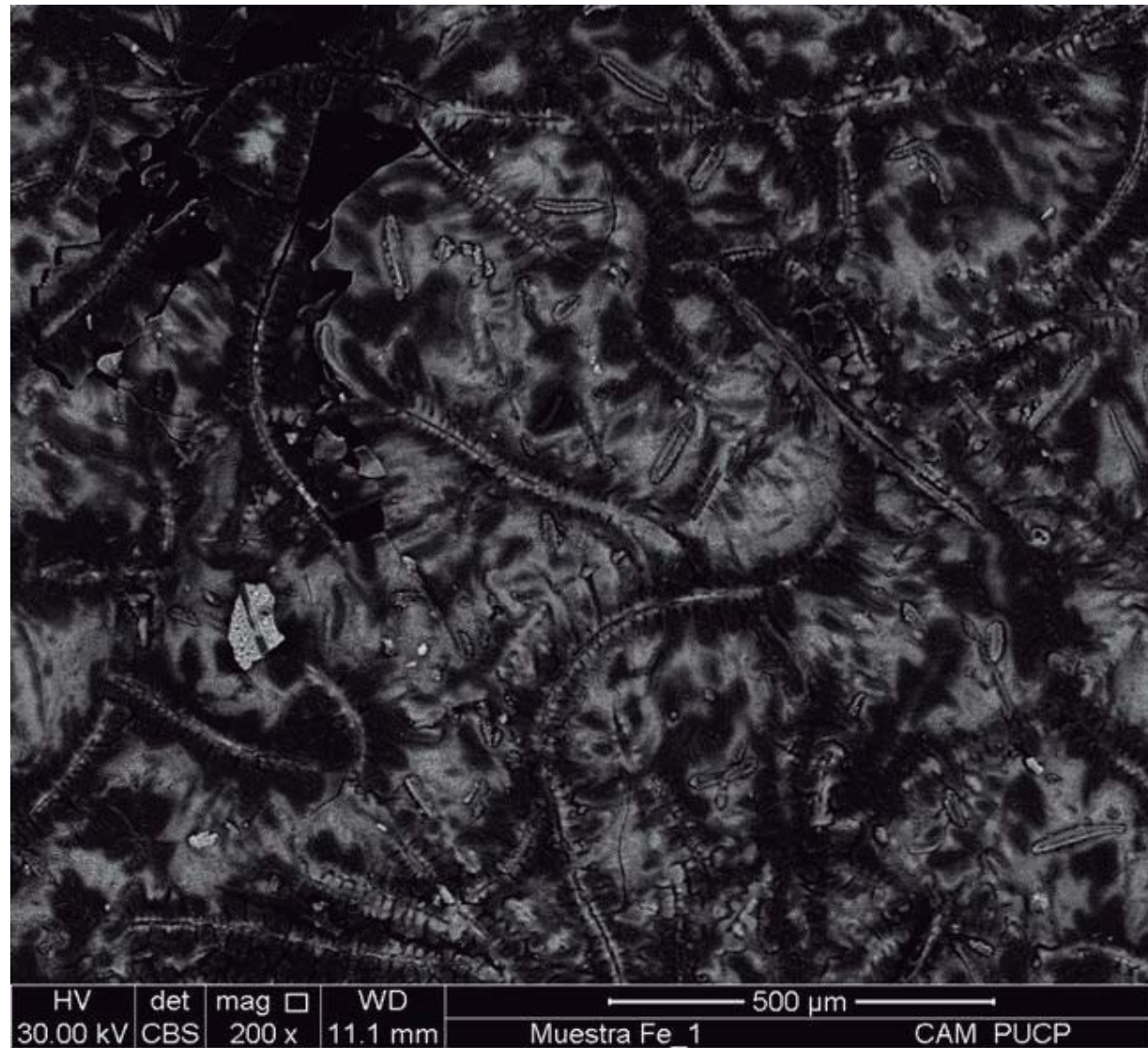


Figura 49. Micrografía SEM del recubrimiento del fieltro de grafito

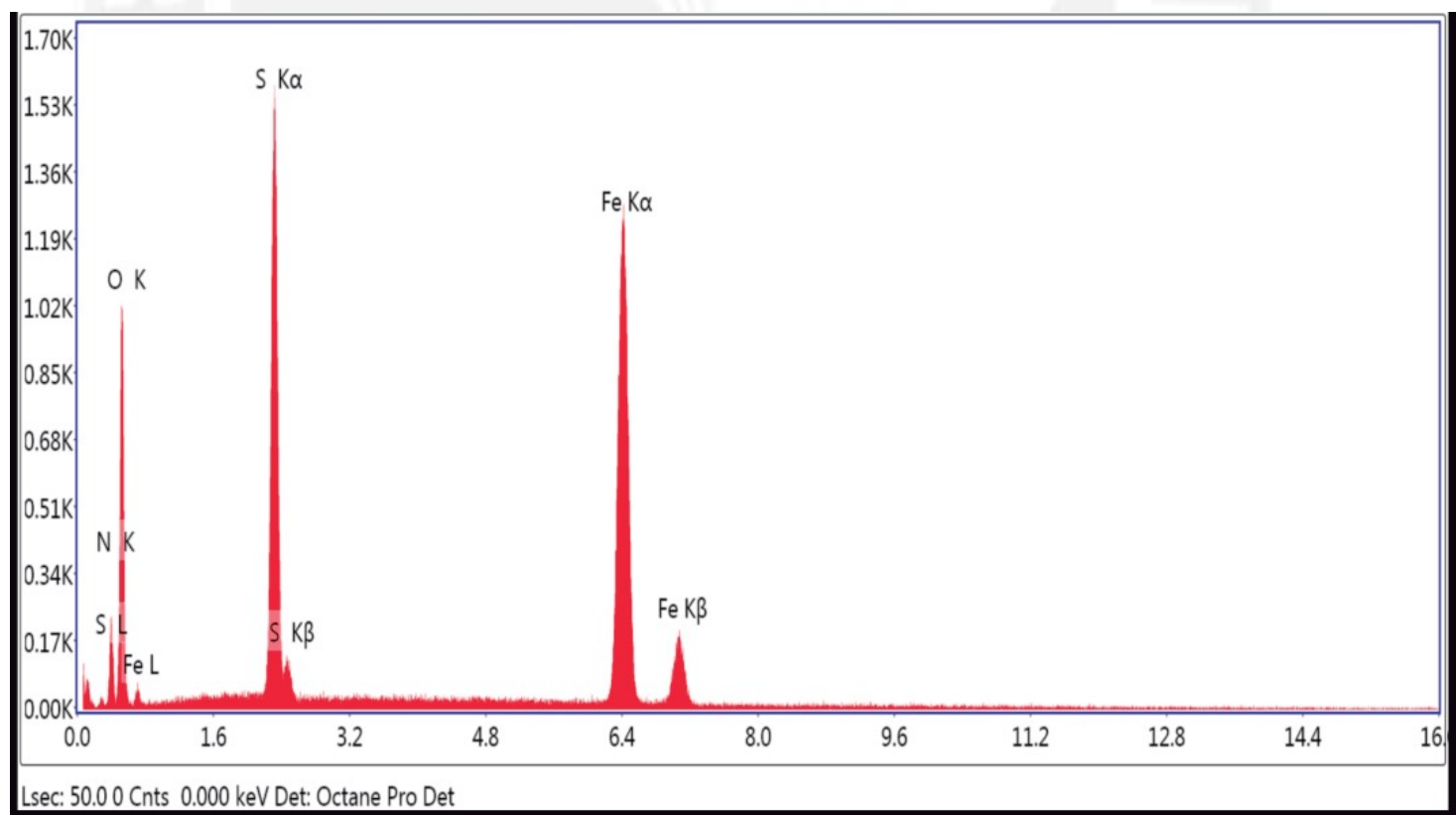


Figura 50. Espectro EDS para el recubrimiento del fieltro de grafito depositado electrolíticamente.

En los picos del espectro EDS de la figura 50 se identifica la presencia de Fe, S, O y N. Las señales de S, N provendrían de la sal de Mohr utilizada como fuente del Fe depositado. El hierro podría encontrarse formando diferentes especies químicas con oxígeno, azufre y nitrógeno.

Tabla 29. Elementos determinados por EDS en el recubrimiento del fieltro gráfico.

Elemento	% en masa	% atómico	% error
N	16,69	25,29	10,73
O	41,74	55,39	9,89
S	12,49	8,27	4,27
Fe	29,09	11,06	1,64

Si bien la tabla 29 reporta la composición elemental del recubrimiento de hierro depositado sobre el fieltro gráfico, ello no es suficiente para identificar qué compuestos químicos están presentes y se requiere de estudios complementarios como los proporcionados mediante el análisis por difracción de rayos X (DRX).

VIII.12 Difracción de rayos X para el recubrimiento del fieltro de grafito

En esta sección se reportan y discuten los resultados de la difracción por rayos X (DRX) que se realizó con la finalidad de identificar y cuantificar los compuestos químicos presentes en el polvo resultante del raspado del recubrimiento del fieltro de grafito.

Se analizaron dos muestras de este polvo, designadas como A y B, y se obtuvieron los mismos resultados en cada una de ellas, lo cual confirma la homogeneidad del recubrimiento reportado por la microscopía SEM. En esta sección se reportan los resultados correspondientes a la muestra B.

En el difractograma de la figura 51 se observa que el recubrimiento sobre el fieltro gráfico contiene varias fases sólidas, principalmente a base de hierro, tales como goethita (α -FeO.OH), lepidocrita (ψ -FeO.OH), bernalita (Fe(OH) $_3$. $\frac{1}{4}$ H $_2$ O), siderita FeCO $_3$ y quenstedtita (Fe $_2$ (SO $_4$) $_3$.11(H $_2$ O)).

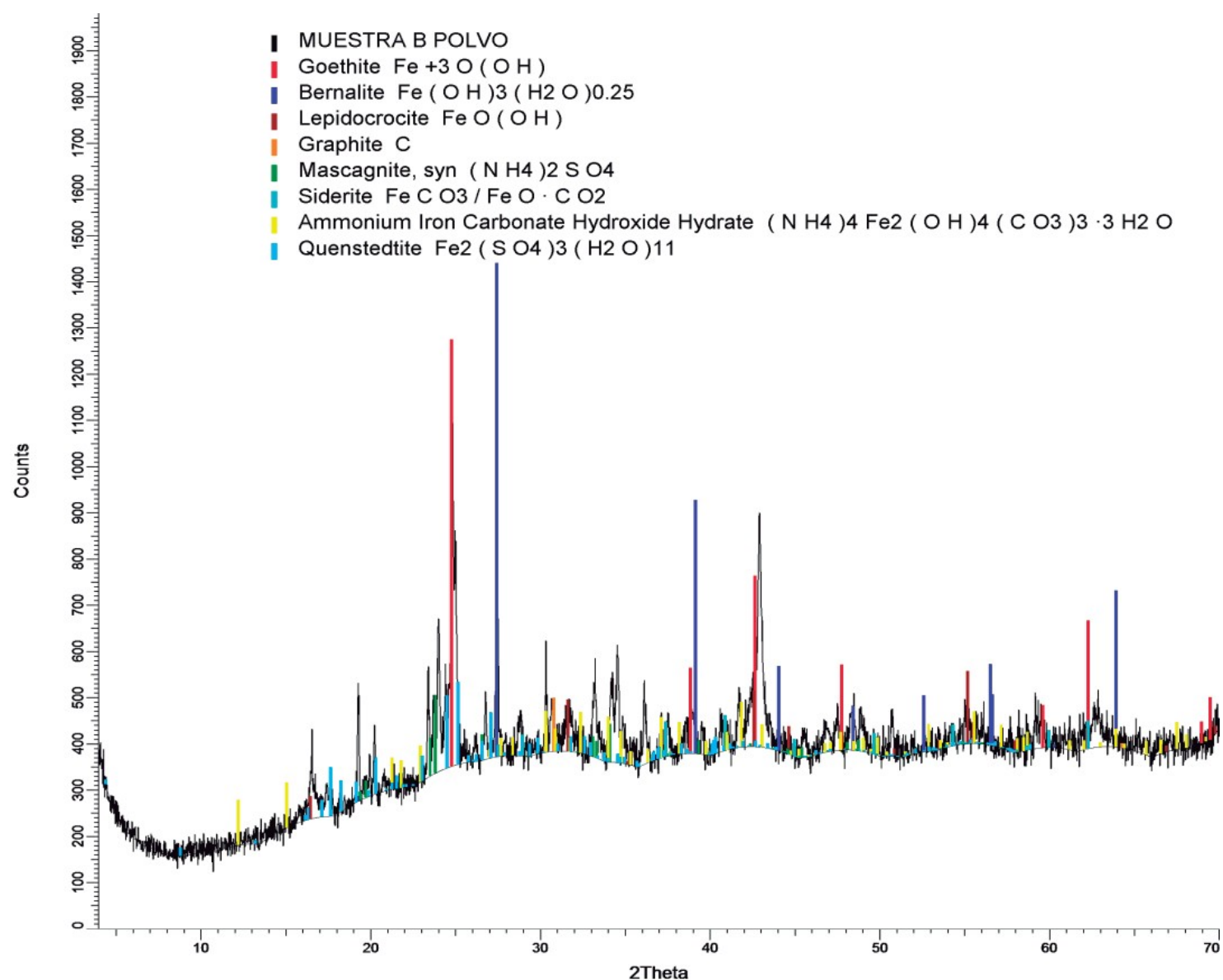


Figura 51. Difractograma del recubrimiento raspado del fieltro de grafito con sus minerales identificados.

De los minerales encontrados en el polvo analizado, seis de ellos presentan hierro en su composición además también se observa la presencia de azufre, nitrógeno y oxígeno que concuerda con la composición química del fieltro mostrada en el espectro EDS de la figura 50. En la tabla 30 y la figura 52 se muestra la composición porcentual de los componentes encontrados en el recubrimiento del fieltro de grafito.

Tabla 30. Composición porcentual del recubrimiento del fieltro de grafito

Fases identificadas		% en masa
Distribución de fases sólidas cristalinas	Goethita, α -FeO.OH	40,145
	Mascagnita, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	14,955
	Lepidocrocita, ψ -FeO.OH	6,898
	Quenstedtita, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 11(\text{H}_2\text{O})$	3,956
	Siderita, FeCO_3	1,609
	Carbono grafitico	1,062
	Bernalita, $\text{Fe}(\text{OH})_3 \cdot \frac{1}{4}\text{H}_2\text{O}$	0,869
	Hidróxido-carbonato amoniacal de Fe(III), $(\text{NH}_4)_4\text{Fe}_2(\text{OH})_4(\text{CO}_3)_3 \cdot 3(\text{H}_2\text{O})$	0,725
Distribución de fases amorfas		29,780
Total		100

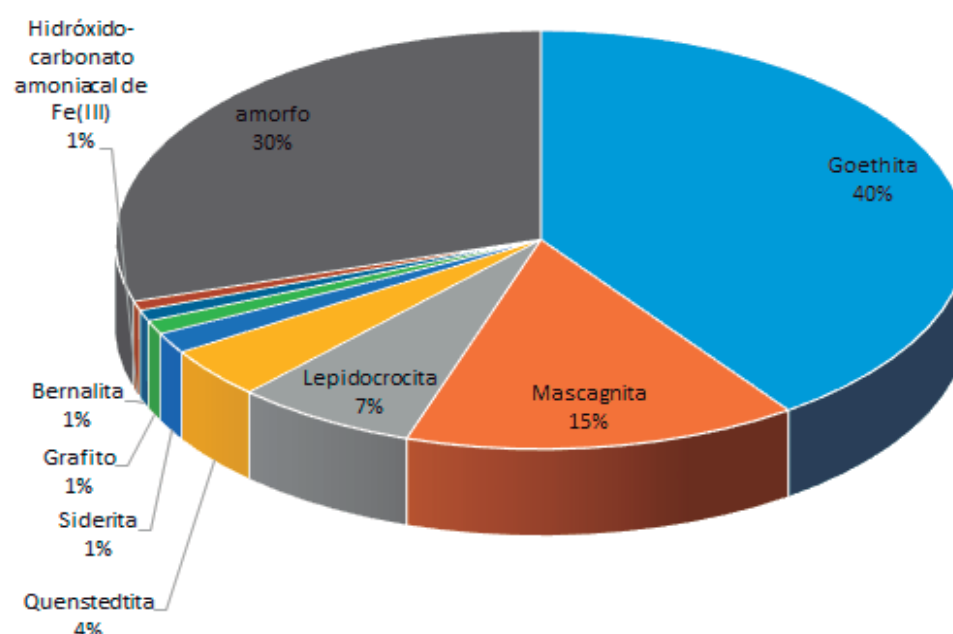


Figura 52. Representación gráfica de la composición porcentual del recubrimiento del fieltro de grafito.

En la tabla 30 y la figura 52 se observa que el 29,78 % del recubrimiento está bajo forma amorfa, y que la parte cristalina está constituida principalmente por fases sólidas a base de hierro, como la goethita, que es la que presenta el porcentaje en masa más alto de todos los componentes en el recubrimiento. El segundo componente más abundante es la mascagnita que es una estructura cristalina de sulfato de amonio. También están presentes otras fases sólidas de compuestos con hierro, pero en menor proporción.

VIII.13 Voltametría cíclica del fieltro de grafito recubierto con hierro

En esta sección se reportan y discuten los resultados correspondientes a la voltametría cíclica realizada al electrodo modificado, con el fin de obtener los picos de oxidación del recubrimiento del fieltro y los picos de reducción correspondientes al oxígeno. Estos resultados se muestran en las figuras 53 y 54.

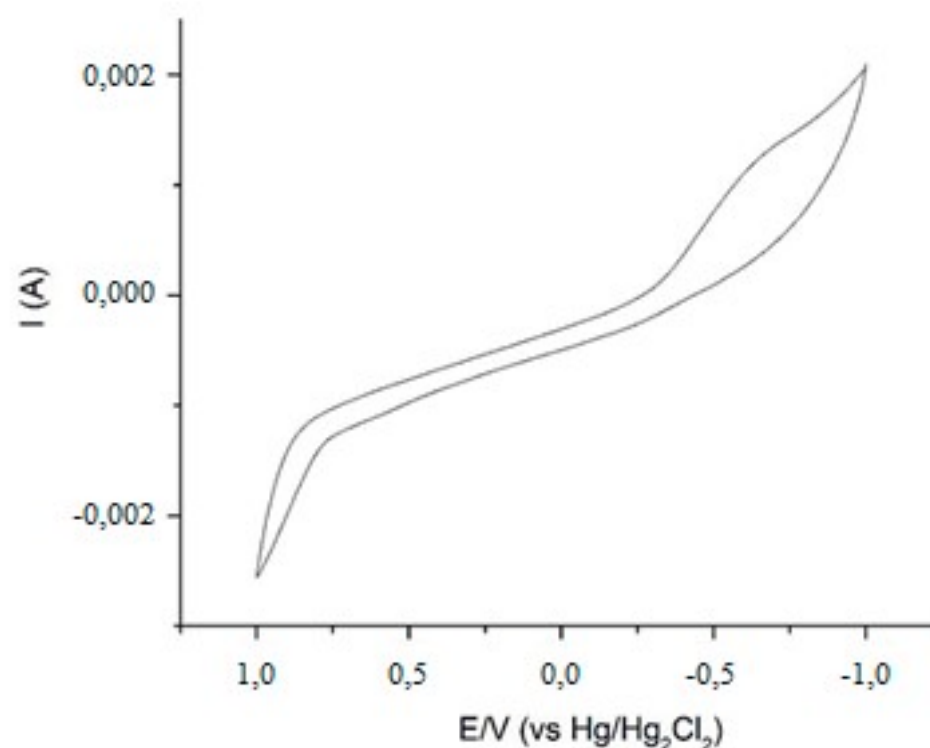


Figura 53. Voltamograma (I vs. E) del fieltro de grafito modificado con hierro. Se usó una ventana de -1 a 1 V y una velocidad de barrido de 10mV/s.

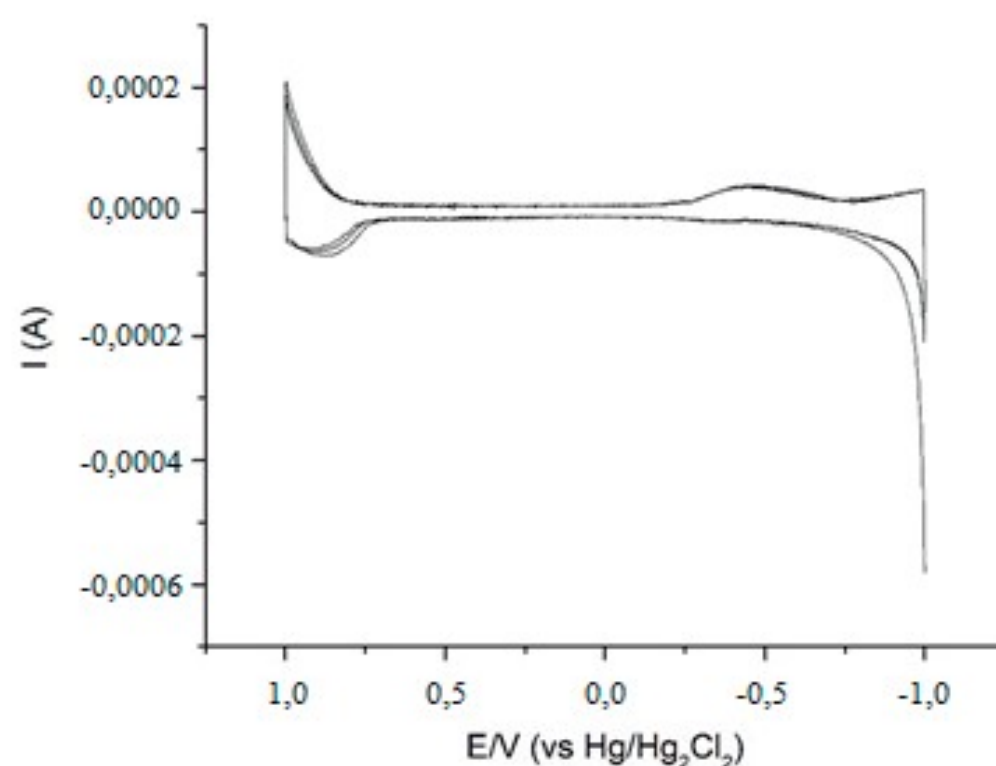


Figura 54. Voltamograma diferencial (dI/dE vs E) del fieltro de grafito modificado con hierro. Se usó una ventana de -1 a 1 V y una velocidad de barrido de 10 mV/s.

El voltamograma de los fieltros modificados (Figura 53) solo muestra un pico de reducción alrededor de -0,6 V respecto al electrodo de referencia de calomelanos saturado. Esta señal se atribuye a la reducción irreversible de oxígeno a peróxido de hidrógeno. El voltamograma no muestra otras señales a voltajes más negativos y el contenido de H_2O_2 fue determinado por permanganimetría. Por otro lado, el análisis de la primera derivada del voltamograma (Figura 54) muestra un pico a aproximadamente 0,87 V, lo cual indicaría la oxidación del Fe depositado a Fe^{2+} , considerando el electrodo de referencia empleado (calomelanos saturado), así como el sobrepotencial tanto en el electrodo de trabajo como en el contra-electrodo. Finalmente, aunque durante los procesos de degradación el electrodo solo está expuesto a voltajes reductores, para evaluar la estabilidad general de los electrodos modificados, debe tenerse en cuenta que las condiciones oxidantes del medio (contenido acuoso de O_2) afectarán al Fe depositado durante su permanencia dentro del medio a tratar.

IX. CONCLUSIONES

- La densidad de corriente eléctrica afecta la generación de peróxido de hidrógeno, aumentando su concentración conforme aumenta la densidad de corriente eléctrica aplicada. Este efecto solo se observa dentro de los primeros 90 minutos de electrólisis en la celda empleada.
- La densidad de corriente que genera los picos más altos de concentración de peróxido de hidrógeno no necesariamente logra la mejor disminución del ácido palmítico, lo que demuestra que el proceso de degradación no solo depende de la generación de peróxido de hidrógeno.
- La mejor condición para la degradación del ácido palmítico se logra con la densidad de corriente que logra generar la mayor cantidad posible de peróxido, y que mantenga la estabilidad de esta especie por el mayor tiempo posible en la celda.
- Entre otros resultados se determinó que, con las condiciones aplicadas en la celda, se puede tratar electroquímicamente el ácido palmítico, reduciendo su DQO desde 654,83 mg O₂/L hasta 28,87 mg O₂/L y, en el caso de la turbidez, desde 88 NTU hasta 1,93 NTU. Estos valores corresponden, respectivamente a la capacidad de la celda de degradar oxidativamente componentes orgánicos y de remover agregados coloidales de la fase acuosa.
- La degradación por parte del peróxido de hidrógeno deja de ser eficiente después de una hora de tratamiento, independientemente de la densidad de corriente eléctrica que se aplique.
- El comportamiento similar en las gráficas de DQO conduce a la conclusión que, al estudiar la degradación del ácido palmítico en una emulsión con el surfactante Triton X-100, se puede analizar el valor de DQO de toda la emulsión conjuntamente, y luego corregir este valor al estimar la DQO correspondiente únicamente al surfactante.
- Se propone el método anterior para estimar la DQO de otros ácidos grasos en medio acuoso, ante la dificultad de determinar por separado la DQO de ácidos grasos difíciles de dispersar en medio acuoso.
- La degradación del ácido palmítico mediante el electrodo modificado no solo ocurre mediante el proceso de electro-Fenton. En realidad, es una combinación del electro-Fenton y electro-coagulación, y ello se verifica también por la formación de un precipitado marrón en el fondo de los viales, que son producto de la sedimentación de hidróxidos de hierro con la materia orgánica.

- El análisis de la generación del peróxido de hidrógeno y de degradación de la materia orgánica coinciden en que, a la densidad de corriente de 10 mA/cm² ambos procesos ocurren de manera óptima en comparación a otras densidades de corriente eléctrica estudiadas, lo que demuestra la influencia del proceso electro-Fenton en la degradación.
- El uso de fieltro de grafito como ánodo disminuye la concentración de peróxido de hidrógeno en la celda por oxidación anódica de esta especie química.
- De las gráficas de las figuras 27, 28, 29 y 30 se concluye que, a mayor densidad de corriente eléctrica aplicada, mayor es la efectividad del peróxido de hidrógeno en contribuir a la degradación. Esta propiedad se atribuye a condiciones dadas para la generación del radical hidroxilo a partir del peróxido.
- La degradación mediante fieltro de grafito no logra eliminar completamente la materia orgánica, pero lo hace hasta niveles bajos en poco tiempo.
- En la caracterización microscópica por SEM-EDS, el fieltro grafito modificado muestra láminas correspondientes a películas de hierro depositadas electrolíticamente. En cuanto a su composición, aparte del hierro, también se aprecia azufre y nitrógeno provenientes de la sal de Mohr empleada.
- La voltametría cíclica muestra la capacidad del fieltro grafito recubierto con hierro de generar irreversiblemente peróxido de hidrógeno.
- El recubrimiento de hierro sobre el fieltro grafito es capaz de resistir condiciones de oxidación anódica en 64,58 %. El 35,42 % de hierro oxidado y disuelto al medio electrolítico puede actuar como coagulante y catalizador de la reacción electro-Fenton del proceso de peroxi-coagulación.

X. RECOMENDACIONES

- Utilizar una celda formada por dos compartimientos separados por una membrana catódica que no permita el paso del peróxido hacia el compartimiento del ánodo pero que permita pasar el ion Fe^{2+} hacia el cátodo para que pueda reaccionar con el peróxido en la generación del radical hidroxilo.
- No realizar degradaciones de materia orgánica con fieltros de grafito recubiertos con hierro en el ánodo por tiempos prolongados. Esta técnica solo se recomienda para materia orgánica que no necesite tiempos muy largos de degradación.
- El área de contacto entre el fieltro y la solución es un factor determinante en la generación del peróxido de hidrógeno. Por ello se puede mejorar la efectividad de la celda aumentando el área de los fieltros. Esto se puede lograr utilizando una celda en forma plana, ya sea circular o cuadrada, pero que toda la pared de la celda se encuentre recubierta por fieltro de grafito.
- Mejorar la distribución del oxígeno en la celda. Para ello la pared del cátodo se puede diseñar como una placa llena de poros por donde se hace pasar el oxígeno, para que sea distribuido uniformemente por todo el cátodo. Lo que confirmaría una vez más la ventaja de usar una celda de forma plana.
- Otro de los problemas encontrados en la investigación es la resistencia eléctrica del fieltro de grafito basado en rayón. Se podría cambiar el fieltro de grafito por uno basado en poliacrilovinilo que tiene menor resistencia eléctrica y permitiría la degradación del fieltro de grafito a voltajes más bajos, evitando de esta manera que ocurran otras reacciones que compitan con la generación del peróxido de hidrógeno.
- Un problema tanto en la generación del peróxido de hidrógeno y en la degradación del ácido palmítico es el aumento del pH durante la electrólisis. Es necesario contar con un sistema automatizado que mida el pH y en función a la medición dosificar el ácido para mantener siempre el pH constante. Cuando se hace de forma manual es complicado mantener el pH constante, lo que perjudica la óptima generación del peróxido de hidrógeno. También conviene explorar la posibilidad de emplear un sistema de pH buffer que resista los tratamientos electroquímicos.
- Utilizar fieltro de grafito recubiertos con nanopartículas de Fe. La ventaja de ello es que las nanopartículas permiten un mayor área de contacto, pero también habría que evaluar la estabilidad de estas nanopartículas mediante una voltametría cíclica, debido a que al ser las partículas más pequeñas se podrían oxidar más fácilmente.
- Dado que el mejor resultado de la degradación del ácido palmítico se dio para una densidad de corriente constante de 10 mA/cm^2 y un voltaje inicial de 3,1 V; se recomienda realizar la degradación a potencial constante de 3,1 V. Al usar potencial constante se evitará el problema de la aparición de otras reacciones que compitan con la generación del peróxido de hidrógeno.

XI. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Anglada, A., Urtiaga A., & Ortiz I., (2009) Contributions of electrochemical oxidation to waste-water treatment: Fundamentals and review of applications. In *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, vol. 84, n°. 12, pp. 1747–1755.
- [2] Zhang, G., Yang, F., Gao M., & Liu, L.(2008) Electrocatalytic behavior of the bare and the anthraquinonedisulfonate/ polypyrrole composite film modified graphite cathodes in the electro-fenton system. In *J. Phys. Chem. C*, vol. 112, n°. 24, pp. 8957–8962.
- [3] Cañizares, P., García-Gómez, J., Lobato, J., & Rodrigo, M. A.(2003) Electrochemical oxidation of aqueous carboxylic acid wastes using diamond thin-film electrodes. In *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 42, n°. 5, pp.956–962.
- [4] Sirés, I. *et al.* (2004) Paracetamol mineralization by advanced electrochemical oxidation processes for wastewater treatment. In *Environ. Chem.*, vol. 1, n°. 1, pp. 26–28.
- [5] Gilpavas, E., Dobrosz-Gómez I., & Gómez-García M.(2014) Degradación y mineralización de tartrazina mediante electrooxidación. Optimización de las condiciones de operación. In *Inf. Tecnol.*, vol. 25, n°. 4, pp.163–174.
- [6] Yi, F., & Chen, S.(2008) Electrochemical treatment of alizarin red S dye wastewater using an activated carbon fiber as anode material,” *J. Porous Mater.*, vol. 15, n°. 5, pp. 565–569.
- [7] Dimitrijević, S. B., Dimitrijević S. P., & Vuković, M. D.(2013) Modern Water Treatment By Electrochemical Oxidation, a Review. In *International Reaserch expert conference TMT*. September, pp. 10–11.
- [8] Priambodo, R., Shih Y. J., Y. J. Huang, and Y. H. Huang, “Treatment of real wastewater using semi batch (photo)-electro-Fenton method,” *Sustain. Environ. Res.*, vol. 21, n°. 6, pp. 389–393.
- [9] Kiril Mert, B., Yonar T., Yalili Kiliç M., & Kestioğlu K., (2010) Pre-treatment studies on olive oil mill effluent using physicochemical, Fenton and Fenton-like oxidations processes. In *J. Hazard. Mater.*, vol. 174, n°. 1–3, pp. 122–128.
- [10] Guzmán, A. B., Manuel, & Peralta, J.M.(2015) Tratamiento de efluentes acuosos mediante procesos electroquímicos de oxidacion avanzada, Jóvenes en la Ciencia, Revista de divulgación científica, n°. 1, pp. 316–319.
- [11] Panizza, M. & Cerisola, G. (2001) Removal of organic pollutants from industrial wastewater by electrogenerated Fenton’s reagent. In *Water Res.*, vol. 35, n°. 16, pp. 3987–3992.

- [12] Sklari S. D., Plakas K. V., Petsi P. N., *et al.* (2015) Toward the development of a novel electro-Fenton system for eliminating toxic organic substances from water. Part 2. Preparation, characterization, and evaluation of iron-impregnated carbon felts as cathodic electrodes. In *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 54, n° 7, pp. 2059–2073.
- [13] Linares-Hernández I., Martínez V. *et al.* (2011) Oxidation of Persistent Organic Matter in Industrial Wastewater By Electrochemical Treatment. *Avances en ciencia en ingeniería*, vol. 2, n° 1, pp. 21–36.
- [14] Martínez-Huilte, C., Hernández, F., Ferro, S. *et al.* (2006) Oxidación electroquímica: Una alternativa para el tratamiento de aguas con contaminantes orgánicos. *Afinidad Journal*. vol. 63, n° 521, pp. 393–395.
- [15] Wade L. G. (2004). *Química Orgánica*. Madrid, España: Pearson Education.
- [16] Badui-Dergal, S. (2006) *Química de los alimentos*. México: Pearson Education.
- [17] Angiolani, A. (1960) *Introducción a la química industrial, fundamentos químicos y tecnológicos*. Chile: Editorial Jurídica de Chile
- [18] Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo (2005) *Fichas Internacionales de Seguridad Química*. Vol 1, n° 1, p. 2.
- [19] Grupo Transmerquim (2009). *Hoja de datos de seguridad del Triton X-100*. Vol 1, n° 1, pp. 1–5.
- [20] Domenech, X. & Peral J. (2006) *Química ambiental*. México: Editorial Reverté.
- [21] Ramalho, R. S. (2003). *Tratamiento de Aguas Residuales*. Barcelona, España: Editorial Reverté.
- [22] Rigola, M. (2009) *Tratamiento de aguas industriales: agua de procesos y residuales*. Barcelona, España: Editorial Marcombo.
- [23] Bouabdalaoui, L., Le-Ouay B. *et al* (2015). Evaluation of Hydrophilized Graphite Felt for Electrochemical Heavy Metals Detection (Pb^{2+} , Hg^{2+}). In Hindawi Pub. Corp International Journal of electrochemistry vol. 1, n° 1 pag 7.
- [24] Inagaki, M., & Kang, F. (2014). *Fundamental Science of Carbon Materials*. In *Materials Science and Engineering of Carbon*. Elsevier Press, 2nd edition. Waltham (Massachusetts).
- [25] Sohim Innovativ Materials (2000). *Hoja técnica del Carbofon-B-22 GRAPHITE FELT « Carbofon-B-22 »*,” Belarus Gomel Region.
- [26] Zhong, S., Padeste, C., Kazacos, M., & Skyllas-Kazacos, M. (2003) Comparison of the physical, chemical and electrochemical properties of rayon- and

- polyacrylonitrile-based graphite felt electrodes. *J. Power Sources*, vol. 45, n° 1, pp. 29–41.
- [27] 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.,” *CT&F Ciencia, Tecnol. y Futur.*, vol. 3, pp.97–109.
- [28] Poyatos, J. M., Muñio, M. M., Almecija, M. C., *et al*, (2010) Advanced oxidation processes for wastewater treatment: State of the art. In *Water. Air. Soil Pollut.*, vol. 205, n° 1–4, pp. 187–204.
- [29] Brillas E., Sirés I., & Oturan M. A. (2009) Electro-fenton process and related electrochemical technologies based on fenton’s reaction chemistry. In *Chem. Rev.*, vol. 109, n° 12, pp. 6570–6631.
- [30] Plakas, K. V., Karabelas A. J. *et al*. (2013) Toward the development of a novel electro-fenton system for eliminating toxic organic substances from water. Part 1. in situ generation of hydrogen peroxide. In *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 52, n° 39, pp. 13948–13956, 2013.
- [31] Pimentel, M., Oturan, N., Dezotti M. *et al* (2008) Phenol degradation by advanced electrochemical oxidation process electro-Fenton using a carbon felt cathode. In *Appl. Catal. B Environ.*, vol. 83, n° 1–2, pp. 140–149.
- [32] Qiang Z. M., Chang J. H., and Huang C. P.(2002) Electrochemical generation of hydrogen peroxide from dissolved oxygen in acidic solutions. *Water Res.*, vol. 36, n° 1, pp. 85–94.
- [33] Qiang Z., Chang J. H., and Huang C. P. (2003) Electrochemical regeneration of Fe^{2+} .In Fenton oxidation processes. In *Water Res.*, vol. 37, n° 6, pp. 1308–1319
- [34] Vogel A.(1991) *Química analítica cuantitativa*. México: Prentice Hall Editores.
- [35] Ibanez, J. G., Takimoto, M. M., Vasquez C. *et al* (1995) Laboratory experiments on electrochemical remediation of the environment: electrocoagulation of oily wastewater. In *Journal of Chemical Education* vol. 72, n° 11, pp. 1050–1052.