



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO
TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA**

ESTUDIO DE LA INTERACCIÓN ENTRE EL FENÓMENO DE
CAVITACIÓN SÓNICA Y UN CAMPO ELÉCTRICO
OSCILANTE, EN UNA REACCIÓN ELECTRO-FENTON

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA CON ESPECIALIDAD
EN INGENIERÍA AMBIENTAL

PRESENTA

I.A LUIS ANGEL ESTEBAN BRAVO

DIRECCIÓN DEL TRABAJO

DR. FRANCISCO RODRÍGUEZ VALADEZ
DR. LUIS ARTURO GODÍNEZ MORA-TOVAR



QUERÉTARO, AGOSTO 2023

RESUMEN

Derivado del potencial tecnológico, científico y ambiental que representa la combinación de los procesos Electro-Fenton y cavitación sónica para el tratamiento de agua residual; en el presente trabajo, se identificó la naturaleza del fenómeno que caracteriza la interacción entre un campo eléctrico y el fenómeno de cavitación sónica a través de una reacción electro-Fenton.

Con este fin se realizaron experimentos de decoloración de azul de metileno empleando un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica en pruebas individuales y después en combinación. Los resultados obtenidos de la decoloración del tinte demostraron, como se esperaba, un fuerte efecto sinérgico al combinar el campo eléctrico con la cavitación sónica. Con el fin de comprender la naturaleza que origina este efecto, se realizaron experimentos de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), empleando un electrodo tridimensional poroso de fieltro de carbono.

El análisis de los datos ajustados obtenidos de los experimentos EIS revelaron, por un lado, que este efecto toma lugar principalmente en la interfaz electrodo-solución, y por el otro lado, que la naturaleza del efecto sinérgico observado en la decoloración de tinte podría tener su origen en la agitación localizada generada por los eventos de cavitación inducidos por el ultrasonido. Finalmente, también se analizó el efecto que genera la presencia de un surfactante en la decoloración del tinte azul de metileno al combinar el un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica.

ABSTRACT

In this work, the nature of the effect that characterizes the interaction between an electric field (E) and acoustic cavitation process (AC) was studied. To this purpose methylene blue (MB) discoloration experiments were carried out using the electric field alone and in combination with the acoustic cavitation process. The resulting discoloration kinetic data revealed a strong synergistic effect on dye discoloration when combining E with AC. In order to understand the nature of this effect, electrochemical impedance spectroscopy (EIS) experiments were performed. The fitted results of experimental data revealed, on the one hand, that the synergistic effect observed in MB discoloration could have its origin in the localized agitation caused by cavitation events, and on the other hand, that this effect occurs mainly in the electrode-solution interface.



Este trabajo fue realizado en el Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica (CIDETEQ), bajo la dirección de:

Dr. Francisco Javier Rodríguez Valadez

Dr. Luis Arturo Godínez Mora-Tovar



CIENCIA Y TECNOLOGÍA

Dr. Luis Antonio Ortiz Frade
Director de Posgrado
PICYT – CIDETEQ
Querétaro

Los abajo firmantes, miembros del Jurado de Examen del alumno LUIS ÁNGEL ESTEBAN BRAVO, una vez leída y revisada la Tesis **“ESTUDIO DE LA INTERACCIÓN ENTRE EL FENÓMENO DE CAVITACIÓN SÓNICA Y UN CAMPO ELÉCTRICO OSCILANTE, EN UNA REACCIÓN ELECTRO-FENTON”**, aceptamos que la referida tesis revisada y corregida sea presentada por el alumno para aspirar al grado de Maestro en Ciencia y Tecnología con especialidad en INGENIERIA AMBIENTAL durante el Examen de Grado correspondiente

Dr. Juan Manríquez Rocha
Presidente

Dr. Josué Daniel García Espinoza
Secretario

Dra. Carolina Martínez Sánchez
Vocal

AGRADECIMIENTOS

A Consejo Nacional de Humanidades Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT), por los recursos financieros brindados en pro de la ciencia.

Al Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en electroquímica (CIDETEQ), por las facilidades brindadas para la realización del Posgrado

A mis asesores de Tesis los Doctores Luis A. Godínez y Francisco Rodríguez Valadez, por la confianza depositada, y por transmitirme toda su experiencia y sabiduría.

A la Dra. Irma Robles y al Dr. Juan Manríquez, por permitirme participar en sus equipos de trabajo y por sus valiosas observaciones y aportaciones al presente proyecto.

A mi Madre Enriqueta y a mis Hermanas Sol, Irma y Norma, por ser el pilar principal de mi vida y de mi formación.

A Melissa, Leticia y Daniela, por los momentos inolvidables que compartimos y por su valiosa amistad.

A la Dra. Taylor Swift, por mantenerme vivo en las 1989 noches más difíciles de mi vida, y por enseñarme lo valioso que es la experiencia “You`re On Your Own Kid”

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE FIGURAS.....	10
ÍNDICE DE TABLAS.....	12
1.0 INTRODUCCIÓN.....	13
2.0 ANTECEDENTES.....	16
2.1.0 Contaminación del agua.....	16
2.2.0 Tratamiento del agua.....	16
2.3.0 Procesos avanzados de oxidación.....	17
2.3.1 Procesos Avanzados de Oxidación Electroquímica.....	17
2.3.2 Proceso Electro Fenton.....	18
2.4.0 Materiales porosos de carbono.....	19
2.5.0 La interface electroquímica electrodo/solución.....	19
2.6.0 Circuitos Eléctricos como modelos de la interfase electrodo/solución.....	20
2.7.0 Cavitación.....	21
2.7.1 Cavitación sónica.....	22
2.7.2. Efectos de la implosión de las burbujas de cavitación sónica.....	23
2.4.3 Factores que afectan a la cavitación sónica.....	24
2.5 Caracterización de la cavitación sónica.....	26
2.6.0 La interacción entre el proceso de cavitación sónica y los PAOE.....	28
2.6.1 El proceso SonoElectro-Fenton.....	30
3.0 JUSTIFICACIÓN.....	32
4.0 HIPÓTESIS Y OBJETIVOS.....	33
4.1 Hipótesis.....	33
4.2 Objetivos.....	33
5.0 METODOLOGÍA.....	34
5.1.0 Diseño y construcción de la celda electroquímica.....	34
5.2.0 Detección del fenómeno que caracteriza la interacción entre el proceso de cavitación sónica y un campo eléctrico en una reacción Electro Fenton.....	36
5.3.0 Detección de los efectos que genera un surfactante en la interacción del proceso de Cavitación Sónica con el proceso Electro Fenton.....	39

5.4.0 Identificación de los fenómenos interfaciales generados por la interacción entre el proceso de cavitación sónica y el proceso Electro-Fenton.	42
5.5.0 Identificación de los efectos que genera un surfactante en de los fenómenos interfaciales generados por la interacción entre los procesos CS y EF.....	44
5.5.1 Efecto del surfactante SDS en la interface electroquímica del proceso EF	44
5.5.2 Efecto del surfactante SDS en la interface electroquímica de la interacción entre los procesos CS y EF	44
5.6.0 Empleo de un modelo electroquímico para identificar los fenómenos interfaciales generados por la interacción de los procesos CS y EF	46
5.7.0 Desarrollo de un Símil Eléctrico	46
5.8.0 Técnicas de detección.....	47
6.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	49
6.1.0 Identificación del efecto que caracteriza la interacción E°/CS en la decoloración del tinte azul de metileno.	50
7.1.1 Efecto del campo eléctrico en la decoloración del tinte azul de metileno, condiciones en N_2	50
6.1.2 Efecto del campo eléctrico en la decoloración del tinte azul de metileno, condiciones en O_2	51
6.1.3 Efecto del proceso de cavitación sónica en la decoloración del tinte azul de metileno, condiciones en N_2	53
6.1.4 Efecto del Proceso de cavitación sónica en la decoloración del tinte azul de metileno, condiciones en O_2	54
6.1.5 Efecto de la interacción entre un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica en la decoloración del tinte azul de metileno, condiciones de N_2	55
6.1.6 Efecto de la interacción de un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica en la decoloración del tinte azul de metileno, condiciones en O_2	57
6.1.7 Identificación del efecto que caracteriza la combinación E°/CS en la decoloración del tinte AZM.....	58
6.2.0 Identificación de la naturaleza que origina el efecto observado en la decoloración del tinte, al combinar un campo eléctrico con el proceso de cavitación sónica.	63
6.2.1 Análisis de los resultados obtenidos del ajuste computacional de los experimentos EIS. Al emplear un campo eléctrico solo y en combinación con el proceso de cavitación sónica en la decoloración del tinte AZM	67

6.3.0 Efecto de la surfactante SDS en el efecto sinérgico observado en la decoloración del tinte AZM; al combinar un campo eléctrico con el proceso de cavitación sónica.	72
6.4.0 Efecto del surfactante SDS en la interfaz electrodo/solución. Aplicando un campo eléctrico, solo y en combinación con el proceso de cavitación sónica.....	77
6.4.1 Análisis de los resultados obtenidos del ajuste computacional de los experimentos EIS. Obtenidos de estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM al aplicar un campo eléctrico, solo y en combinación con el proceso de cavitación sónica.	80
7.0 CONCLUSIONES.....	85
Trabajos citados	86
Anexo A.....	93
Anexo B.....	95

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Elemento de Bisquert empleado para describir la impedancia electroquímica en materiales desordenados	20
Figura 2. Ciclo de rarefacción.....	23
Figura 3. Diagrama de la estrategia experimental	34
Figura 4.- Diseño de la celda electroquímica, empleada para la detección del fenómeno que generan los procesos CS y EF.....	35
Figura 5. Diagrama de la estrategia experimental seguido para la Etapa Dos.....	37
Figura 6. Diagrama de la estrategia experimental seguido para la Etapa Dos.....	39
Figura 7.- Símil eléctrico empleado para el ajuste de los datos experimentales.....	46
Figura 8.- VC de la solución electrolítica de AZM de pH3. Empleando un cátodo de fieltro de carbono.....	50
Figura 9. Efecto del campo eléctrico en la decoloración del tinte AZM, en condiciones de N ₂	51
Figura 10. Efecto del proceso EF en la cinética de decoloración del tinte AZM, condiciones en O ₂	52
Figura 11. Efecto del proceso CS en la cinética de decoloración del tinte AZM en condiciones de N ₂	53
Figura 12. Efecto del proceso CS en la cinética de decoloración del tinte AZM, condiciones en O ₂	54
Figura 13. Efecto de la interacción E°/CS en la decoloración del tinte AZM, condiciones en N ₂	56
Figura 14. Efecto de la interacción E°/CS en la decoloración del tinte AZM, condiciones en O ₂	57
Figura 15. Curvas de coloración del tinte AZM empleando un campo eléctrico (E°) y el proceso de cavitación sónica (CS), solos y en combinación (E°/CS).	59
Figura 16. Espectros experimentales EIS de la solución electrolítica de AZM de pH 3. Aplicando un campo eléctrico.	64
Figura 17. Espectros experimentales EIS de la solución electrolítica de AZM de pH 3. Aplicando un campo eléctrico (E°) en combinación con el proceso de cavitación sónica (CS).....	65

Figura 18.- Circuito equivalente empleado para el ajuste computacional de los espectros EIS.	66
Figura 19. Efecto del surfactante SDS en la decoloración del AZM. Al emplear un campo eléctrico (E°) y el proceso de cavitación sónica (CS), solos y en combinación (E°/CS).	73
Figura 20. Espectros experimentales EIS del efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM. Aplicando un campo eléctrico.....	78
Figura 21. Espectros experimentales EIS del efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM. Aplicando un campo eléctrico (E°) en combinación con el proceso de cavitación sónica.	79
Figura 22. Voltamperometria cíclica de la solución de AZM.	93
Figura 23. Voltamperometria cíclica de la solución de AZM con Fe(II).	94
Figura 24. Voltamperometria cíclica de la solución de AZM con SDS.	95

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Combinación del proceso de cavitación sónica con diferentes PAOE en la eliminación de diferentes contaminantes	29
Tabla 2. Constante aparente de la velocidad de decoloración de AZM (k). Aplicando un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica	60
Tabla 3. Grado de sinergia (%) de la combinación de un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica para la decoloración del tinte AZM.....	62
Tabla 4. Valores ajustados obtenidos de los experimentos EIS. Aplicando un campo eléctrico E°	68
Tabla 5.- Valores ajustados de los experimentos EIS. Aplicando un campo eléctrico en combinación con el proceso de cavitación sónica.	69
Tabla 6. Constante de velocidad aparente de la decoloración del AZM en presencia y ausencia de SDS. Empleando un campo eléctrico (E°) y el proceso de cavitación sónica (CS), solos y en combinación E°/CS	75
Tabla 7. Grado de sinergia (S) de la combinación de un campo eléctrico con el proceso de cavitación sónica en la decoloración del AZM, en presencia y ausencia de SDS.	76
Tabla 8. Valores ajustados de los experimentos EIS. Obtenidos de estudiar el efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del AZM. Aplicando un campo eléctrico.	81
Tabla 9. Valores ajustados de los experimentos EIS. Obtenidos de estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la decoloración del AZM. Aplicando un campo eléctrico en combinación con el proceso de cavitación sónica.....	83

1.0 INTRODUCCIÓN

La creciente contaminación del agua generada por los compuestos recalcitrantes liberados en las actividades humanas como la industrial, la urbana y la agricultura; ha generado una preocupación alarmante en todo el mundo. Ya que la contaminación de efluentes pone en riesgo la salud y supervivencia de incontables seres vivos, incluidos los seres humanos (Dharwal et al., 2020).

En este sentido, el tratamiento del agua resulta ser una pieza clave para tratar de evitar daños irremediables al ambiente. Sin embargo, los métodos tradicionales de tratamiento (coagulación, floculación, oxidación biológica, etc.) resultan ser poco eficientes para eliminar este tipo de contaminantes del medio líquido (Ameta, 2018).

Debido a esto, diversos grupos interdisciplinarios han concentrado esfuerzos para desarrollar nuevas tecnologías de tratamiento más eficientes que permitan eliminar por completo a los compuestos recalcitrantes del agua. En sentido, los Procesos Avanzados de Oxidación Electroquímica (PAOE) han ganado mucha atención en las últimas dos décadas.

Los PAOE se basan en la electro-generación in-situ del radical $\cdot\text{OH}$, una especie oxidante muy reactiva, la cual es capaz de reaccionar con la mayor parte de la materia orgánica presente en el medio de manera no selectiva, por lo que puede degradar sustancias muy recalcitrantes (Karim y Shrivastav, 2020).

Uno de los PAOE más prometedores para el tratamiento de agua es el proceso Electro Fenton (EF), el cual ofrece ciertas ventajas sobre otros PAOE como alta versatilidad y compatibilidad con el ambiente. En el proceso EF, el radical $\cdot\text{OH}$ se genera a partir la mezcla de Fenton, donde los iones de Fe(II) reaccionan con el H_2O_2 electro-generado en la superficie de un cátodo de carbono por la reducción del O_2 vía dos e^- . El radical $\cdot\text{OH}$ puede transformar contaminantes nocivos en sustancias intermediarias y llevarlos inclusive hasta la mineralización, en CO_2 y H_2O (Isarain-Chávez et al., 2014). Esta es una alternativa mucho mejor que la transformación de una sustancia tóxica a otra a través de los procesos tradicionales de tratamiento de agua.

Por otro lado, en los últimos años el uso del ultrasonido (US) ha ganado especial atención en el tratamiento de efluentes. Ya que la introducción del US puede generar cambios físicos y químicos en el medio líquido, lo que puede conducir a la degradación de diversos tipos de contaminantes.

Cuando se emplea US a una frecuencia de 20 KHz a 100 kHz, las ondas ultrasónicas generan una presión sinusoidal a través de un ciclo de compresión y expansión conocido como ciclo de rarefacción. En algún punto de la expansión, el ciclo se rompe dando lugar a la formación de micro burbujas, algunas crecen hasta alcanzar un tamaño crítico y eventualmente implotan violentamente alcanzando puntos de presión y temperatura de más de 1,000 atm y 4,000 K. La implosión continua de burbujas conduce a la generación de especies reactivas de oxígeno como el radical $\cdot\text{OH}$. Adicionalmente, la cavitación inducida por el US genera la pirólisis de contaminantes, y micro jets, que agitan la solución mejorando el fenómeno transporte de masa (Mason y Pétrier, 2004).

No obstante, como Proceso Avanzado de Oxidación, El US no es capaz de soportar la demanda total de energía que se requiere para la degradación de contaminantes, por lo que por sí solo, el US no es una opción adecuada para conducir a la mineralización de sustancias recalcitrantes. Sin embargo, los efectos físicos y químicos que genera la cavitación sónica pueden ser mejor aprovechados cuando estos son combinados con otros PAOE, como, por ejemplo, el proceso EF.

Diversos trabajos han reportado que la combinación del US con el proceso EF, también conocido como proceso Sonoelectro-Fenton conduce a una mayor eficiencia de degradación de contaminantes recalcitrantes en comparación con el proceso EF. Al mismo tiempo que se reduce el consumo de productos químicos, se reduce la demanda de energía y se superan las limitantes que cada proceso tiene por separado (Hassani, et al., 2022). La interacción positiva de estos dos procesos se ha explicado en términos del (1) aumento en la transferencia de masa de Fe(II) y del O_2 hacia el cátodo para la generación electroquímica del reactivo de Fenton que da lugar a una mayor tasa de producción del radicales $\cdot\text{OH}$, (2) la generación extra de radicales $\cdot\text{OH}$ generados por el US, y (3) la pirólisis de compuestos orgánicos cuando las burbujas implotan (Oturán et al., 2008).

Sin embargo y hasta donde sabemos poco se ha estudiado sobre la naturaleza del fenómeno que origina el incremento en las cinéticas de transferencia de carga, de degradación de contaminantes y del incremento en el transporte de masa en interfaces polarizadas eléctricamente, es decir en la zona electrodo/electrolito donde existe un campo eléctrico y donde ocurren los principales fenómenos de transferencia de carga. Por lo que el presente trabajo pretende generar una nueva aproximación que permita identificar la naturaleza del

fenómeno que caracteriza la interacción positiva entre el US y el Proceso EF en interfaces polarizadas eléctricamente de un electrodo poroso de carbono empleando espectroscopía de impedancia, un símil eléctrico y otros arreglos experimentales.

2.0 ANTECEDENTES

2.1.0 Contaminación del agua

Se define como contaminación del agua a cualquier cambio físico, químico o biológico, causado por un agente externo, que pudiera afectar su calidad. Las actividades antropogénicas generan este tipo de agentes externos que afectan la calidad del agua. Cuerpos acuáticos como ríos, lagos, mares, océanos y mantos freáticos; son contaminados por las descargas no reguladas, de aguas residuales de todo tipo, provenientes de las diferentes actividades humanas. Afectar la calidad del agua, podría causar daños a la salud de las personas, provocar la disfunción de los ecosistemas, y la pérdida de la biodiversidad; así como la contaminación de los recursos hídricos subterráneos (Dharwal et al., 2020)

Actualmente, la contaminación del agua es un problema a nivel mundial que requiere atención inmediata debido a que se estima que para el año 2025 cerca de 2,000,000,000 de personas carecerán del recurso, adicionalmente se prevé, que, para el mismo año, más de la mitad de la población vivirá en zonas con estrés hídrico (Ameta S. , 2018). Debido a esto, es necesario el tratamiento de las aguas residuales, para poder prevenir, mitigar y controlar los impactos negativos sobre la salud de las personas y el medio, así como para asegurar el recurso a las generaciones futuras.

2.2.0 Tratamiento del agua

Hoy en día se utilizan diferentes métodos para el tratamiento de las aguas residuales generadas en las diferentes actividades humanas. Algunos de estos métodos incluyen procesos físicos, químicos y biológicos. Entre los que se puede mencionar: la adsorción, la sedimentación, la coagulación-floculación, los lodos activados, etcétera. Sin embargo, en diversas ocasiones el agua residual contiene contaminantes con estructuras químicas complejas que los hacen difíciles de eliminar del medio, por lo que los métodos convencionales de tratamiento resultan poco eficientes (Ameta et al., 2013). Ejemplos de este tipo de contaminantes son: metales pesados, colorantes, dioxinas, microorganismos patógenos, micro plásticos, antibióticos, biocidas, pesticidas, y otros contaminantes orgánicos persistentes. Por otra parte, con el fin de eliminar este tipo de contaminantes se buscan métodos alternativos para tratar el agua. En las últimas dos décadas se ha reportado

que los procesos avanzados de oxidación podrían ser una opción viable para tratar a estos tipos de contaminantes.

2.3.0 Procesos avanzados de oxidación

Los procesos Avanzados de oxidación (PAO) resultan ser altamente eficientes en comparación con los métodos convencionales de tratamiento de agua, para remover contaminantes con estructuras químicas complejas, ya que involucran la generación y el uso de una especie oxidante fuerte, el radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$). Esta especie química oxida los contaminantes a compuestos menos complejos y en algunas ocasiones los lleva inclusive hasta la mineralización. Es decir, los componentes complejos de un contaminante, son transformados hasta convertirse en moléculas simples, relativamente inocuas e inorgánicas (Parsons y Williams, 2004). En este sentido, el radical $\cdot\text{OH}$ tiene la capacidad de oxidar una amplia gama de contaminantes; ya que posee un potencial de oxidación del orden de 2.8 V vs SHE (standard hydrogen electrode) (Suty, De Traversay, y Coste, 2003). El radical $\cdot\text{OH}$ puede ser producido de diferentes formas en medio acuoso, mediante procesos químicos, físicos, fisicoquímicos o fotoquímicos, en los que se emplean distintas formas de energía como por ejemplo campos eléctricos y ondas de ultrasonido, proceso también conocido como cavitación sónica. (Lim, Son, y Khim, 2011)

2.3.1 Procesos Avanzados de Oxidación Electroquímica

Como una opción altamente viable, entre los procesos PAO, para degradar contaminantes recalcitrantes del agua; son los Procesos Avanzados de Oxidación Electroquímica (PAOE) que han sido ampliamente estudiados y utilizados en los últimos años. Estos procesos poseen grandes ventajas, con respecto a otros tratamientos; como son alta eficiencia energética, compatibilidad ambiental y gran versatilidad (E. Brillas et al., 2007).

En los PAOE se generan, electroquímicamente, especies oxidantes de naturaleza muy reactiva, como el radical $\text{OH}\cdot$. Estas especies reaccionan con la mayoría de la materia orgánica presente en el medio, de una forma no selectiva, siendo capaces de degradar incluso sustancias altamente recalcitrantes (Bhat y Gogate, 2021).

Entre los PAOE más empleados para el tratamiento de agua, destacan el proceso de Oxidación Electroquímica (EO) y el proceso Electro-Fenton (EF). En el proceso EO, la

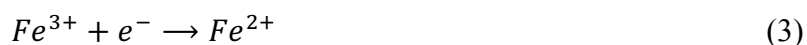
degradación de contaminantes se puede llevar a cabo de dos formas principales, oxidación directa y oxidación indirecta. En la oxidación directa, la degradación de contaminantes se lleva a cabo por transferencia directa de carga. Mientras que, en la oxidación indirecta, se produce, electroquímicamente, una especie oxidante. La cual conduce a la oxidación de contaminantes dentro del seno de la solución (Fajardo et al., 2017).

Por su parte, en el proceso EF, la oxidación de contaminantes se lleva a cabo por acción del radical $\bullet\text{OH}$, el cual es generado in situ por la reacción de Fenton, como se muestran en la ecuación 1-3 (Peralta-Hernandez et al., 2008).

2.3.2 Proceso Electro-Fenton

El proceso EF, puede degradar una amplia gama de contaminantes del agua residual, como colorantes, productos farmacéuticos, pesticidas, textiles, etc. Adicionalmente ofrece amplias ventajas sobre otros PAOE, como versatilidad y compatibilidad con el medio ambiente (Isarain-Chávez et al., 2014).

El proceso EF, generalmente, se lleva a cabo en una celda electrolítica donde se suministra una pequeña cantidad de Fe(II) para activar el peróxido de hidrogeno, el cual es electro generado por la reacción de reducción de oxígeno vía dos electrones, en la superficie de un electrodo de carbono, en medio ácido o neutro. La activación del H_2O_2 conduce a la generación del radical $\bullet\text{OH}$ y del ion Fe^{+3} . El último puede obtener electrones para reducirse a Fe^{+2} , lo que conduce a que la reacción de Fenton pueda llevarse a cabo cíclicamente (Isarain-Chávez et al., 2014; Brillas, et al., 2009). Como se muestra en la ecuación 1, 2 y 3.



Por lo tanto, la eficiencia del EF depende, en gran parte, de la producción y activación del peróxido de hidrogeno. Lo que, de igual forma, está relacionado estrechamente con la naturaleza de los materiales que constituyen al electrodo de trabajo (Song et al., 2022).

2.4.0 Materiales porosos de carbono

Para que un material pueda ser utilizado como un electrodo de trabajo, este debe de poseer una alta sobretensión para la reacción de evolución de hidrogeno, alta estabilidad y conductividad eléctrica, una alta selectividad a la reacción de reducción de oxígeno, y grandes áreas superficiales (Nidheesh y Gandhimathi, 2012).

En este sentido los materiales porosos de carbono (MPC) como el fieltro de carbono, fibras de carbón activado, nanotubos de carbono, grafeno, aereogeles de carbono y biochar; han sido ampliamente utilizados como cátodos para la electro generación in situ de peróxido de hidrogeno. Ya que los MPC ofrecen grandes ventajas sobre otro tipo materiales, como son grandes áreas de superficie específicas, buena conductividad eléctrica y alto rendimiento catalítico (Poza-Nogueiras et al., 2018; Nair et al., 2021).

Los electrodos como el fieltro de carbono proveen algunas ventajas adicionales. Ya que, al ser electrodos tridimensionales y altamente porosos, ofrecen mayores áreas electro activas superficiales, las cuales aumentan la tasa de transferencia de masa del O_2 , y por lo tanto la tasa de producción de H_2O_2 . Adicionalmente, los electrodos de fieltro de carbono resultan ser bastante adecuados para la reducción de Fe(III) a Fe(II), lo que los convierte en materiales altamente útiles en los PAOE como el EF (Trelu et al., 2018; Nair et al., 2021).

2.5.0 La interface electroquímica electrodo/solución

En los procesos electroquímicos, la producción de agentes oxidantes y la degradación de contaminantes, ocurren en tres principales pasos. El primer paso involucra el transporte de masa, que difunde al O_2 y a los contaminantes desde el seno de la solución hacia la superficie de los electrodos. El segundo paso está relacionado con el fenómeno de adsorción-desorción, donde las especies se adsorben en la superficie de los electrodos, seguido por la desorción, de compuestos secundarios, de la superficie del cátodo y del ánodo. El tercer paso implica la generación de agentes oxidantes por transferencia de carga, y la degradación de contaminantes ya sea por oxidación directa o indirecta (Sirés et al., 2014; Patidar y Srivastava, 2020).

Los tres pasos que involucran la generación y degradación de especies, ocurren debido a la polarización del electrodo, la cual aumenta al aplicar una diferencia de potencial. Al polarizar un electrodo, la superficie del mismo se carga eléctricamente ya sea positiva o negativamente,

atrayendo, en consecuencia, una carga eléctrica similar, pero de signo contrario hacia la superficie del electrodo. Dando lugar a la formación de la interface electroquímica electrodo/electrolito (Alonso-Vante, 2002).

La interface electroquímica, en consecuencia, está constituida por la superficie del electrodo y una doble capa eléctrica. La cual, se divide en una capa interna y una capa externa. En la capa interna se encuentran únicamente iones que participan en los procesos de electrodo como transferencia de carga, adsorción-desorción. etc. Mientras que en la capa externa se encuentran los iones que mantienen una capa de solvatación, y que en consecuencia no pueden penetrar más allá de la capa externa. (Kurzweil, 2015; Alonso-Vante, 2002)

2.6.0 Circuitos Eléctricos como modelos de la interfase Electrodo/solución

Derivado de la importancia que tiene la interface eléctrica electrodo/electrolito en los procesos de electrodo, es preciso analizar dicha interfase. La forma más habitual de analizar lo que sucede en la interfaz es a través de un símil eléctrico o circuito equivalente (Beaunier et al., 1976). Los circuitos equivalentes son capaces de describir la impedancia electroquímica en diversos tipos de materiales que se utilizan como electrodos de trabajo. Además, proporcionan información sobre el transporte de masa, y los procesos de transferencia de carga; que ocurren en el seno de la solución, la interface electrodo/electrolito, y en el interior del electrodo (Cedeño-Vente et al., 2021).

Por ejemplo, el circuito de Bisquert del tipo N2 (Figura 1), es capaz de describir el transporte de cargas anómalo en materiales tridimensionales desordenados, como son lo cátodos porosos de carbono.

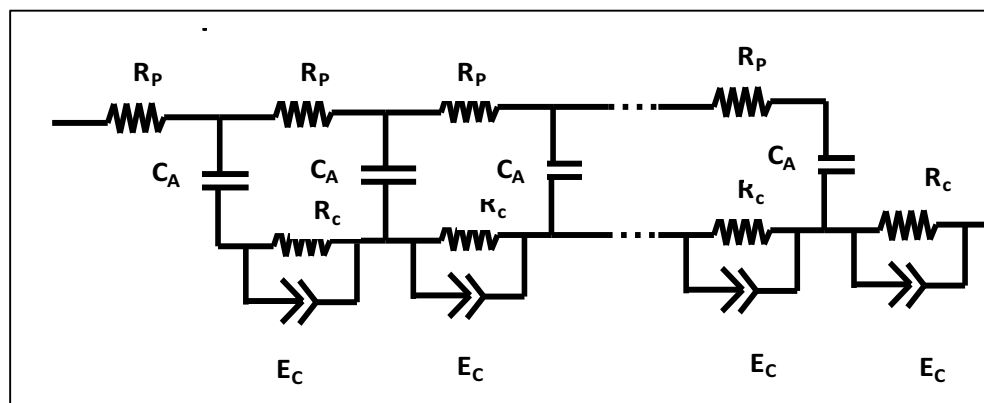


Figura 1. Elemento de Bisquert empleado para describir la impedancia electroquímica en materiales desordenados (Tomado de J. Bisquert, 1999)

Este circuito, describe la impedancia electroquímica través de una línea de transmisión, como se muestra en la Figura 1. El modelo considera que los electrodos están caracterizados por una línea de espesor (l) donde el elemento capacitivo C_A representa la carga acumulada en la región de doble capa eléctrica de la interface electrodo/electrolito, el cual está fuertemente relacionado con el proceso de transporte de electrones a través del material de carbono a través de la cinética de atrapamiento desatrapamiento de e^- . Por otro lado, los elementos R_P y R_C representan la resistencia a la difusión de diferentes especies iónicas que pasan a través de los poros de los electrodos de carbono, y la resistencia a la transferencia de electrones en la interfaz carbono/electrolito, respectivamente.

Es preciso mencionar, que el circuito de Bisquert del tipo N2 fue elaborado para describir, de manera muy general, el transporte de cargas anómalo para diversos tipos de materiales desordenados. Por lo tanto, se tendrían que hacer modificaciones a dicho circuito, para representar de una forma más precisa la impedancia electroquímica en cierto tipo de material desordenado.

2.7.0 Cavitación

Recientemente, el proceso de cavitación sónica ha ganado especial interés como método PAO para tratar agua; ya que los efectos físico y químicos que generan las implosiones de burbujas sónicas pueden provocar la degradación de contaminantes en el medio líquido. Adicionalmente, estos efectos pueden conducir a la generación in situ de especies oxidantes fuertes como el radical $\cdot\text{OH}$.

En la década de 1930 se descubrió que el fenómeno de cavitación induce a la degradación de diferentes polímeros. Este conocimiento, en el sector ambiental; ha sido aprovechado en las últimas décadas, para la destrucción de contaminantes biológicos o químicos en el agua, y el procesamiento de aguas residuales (Karim et al., 2021).

El fenómeno de cavitación, se define, en mecánica de fluidos, como la formación crecimiento y colapso de burbujas dentro de un líquido. Este fenómeno se da debido al cambio de fase de una sustancia desde su estado líquido al estado de vapor. Así mismo, la vaporización del líquido se ve inducida gracias a la disminución de la presión hidrodinámica (de dicha sustancia en estado líquido) hasta la presión de saturación de vapor, a una temperatura

constante. La implosión de burbujas de cavitación, en el medio, genera puntos localizados de liberación de energía, en donde se puede disociar diferentes tipos de moléculas, entre ellas las del agua. (Pollet y Ashokkumar, 2019)

Existen diferentes formas de generar cavitación, por ejemplo: Por Cavitación de partícula; este tipo de cavitación es producida por cualquier tipo de partícula elemental (por ejemplo, un protón) que provoca el rompimiento del líquido formando burbujas. Por Cavitación Óptica, la cual es producida por fotones de luz de alta intensidad que atraviesan a un líquido. Por Cavitación Hidrodinámica, que se produce por la disminución y posterior aumento de la presión de un líquido que fluye, lo cual se logra disminuyendo el área transversal del fluido y por, Cavitación sónica, que se produce cuando se introducen ondas de ultrasonido en un medio líquido (Iglesias, 2014).

2.7.1 Cavitación sónica

En el proceso de cavitación sónica, las cavidades o burbujas, son generadas cuando se introducen ondas de ultrasonido en un medio líquido, cuya frecuencia va de los 20 KHz a los 1,000 KHz.

Estas ondas de sonido se propagan en el medio líquido, cambiando localmente la presión del sistema a través de un ciclo de expansión (reducción de la presión) y compresión (aumento de presión); también conocido como ciclo de rarefacción, Figura 2, (Mason y Pétrier, 2004)

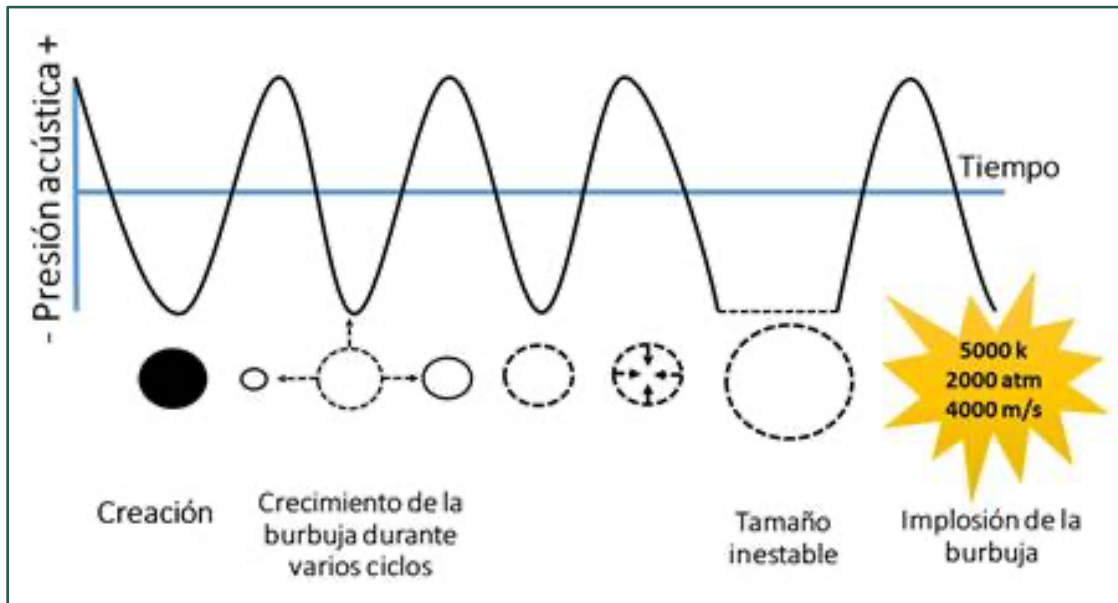


Figura 2. Ciclo de rarefacción (recuperado de Mason y Pétrier, 2004)

En algún punto durante la expansión de la onda, la presión del sistema llega a ser menor que la presión de saturación de líquido, por lo que líquido se evapora, dando lugar a la formación de cavidades o burbujas. Estas burbujas crecen, oscilan en el medio, se expanden y comprimen por un tiempo relativamente corto hasta alcanzar un tamaño crítico, y finalmente, por su inestabilidad termodinámica, implotan a más de 5000 K y 1000 atm de presión (Henglein, 1987).

2.7.2. Efectos de la implosión de las burbujas de cavitación sónica

La implosión de las burbujas sónicas, puede generar grandes efectos en el medio acuoso, tanto físicos como químicos. Por ejemplo, las moléculas de agua, gases y material suspendido; se rompen debido a las fuerzas de corte que se generan por los subsecuentes colapsos de cavidades. El incremento de la temperatura y la presión causa la volatilización de los contaminantes que quedan atrapados durante la formación de la burbuja. Adicionalmente, existen reacciones químicas causadas por los radicales generados durante la disociación de la molécula de agua. (Torres-Palma y Serna-Galvis, 2018)

Los efectos físicos y químicos generados por el colapso de cavidades ocurren en tres principales zonas del sistema sónico: el seno de la solución, (I) la interface de la burbuja (II)

y el interior de la burbuja (III), como se muestra en la Figura 2 (Makino, Mossoba, y Riesz, 1983).

I. Seno de la solución. Es la parte del sistema que corresponde al líquido que rodea la burbuja. En esta zona, existen partículas del tipo hidrófilo. Los cuales pueden ser fragmentadas debido a las fuerzas de corte generadas durante las implosiones de las burbujas.

Interface de la burbuja.

II. La interface se refiere a la parte del sistema que existe entre el seno de la solución y la superficie de la burbuja. En la interface, se almacenan componentes del tipo hidrofóbico. La eliminación de este tipo de componentes se lleva a cabo mediante el ataque del radical hidroxilo. El cual oxida estos compuestos en moléculas menos complejas llevándolas inclusive hasta la mineralización (CO_2 y H_2O)

III. Interior de la burbuja. se refiere al interior de la burbuja de cavitación. Durante la formación de la burbuja algunos compuestos volátiles quedan atrapados dentro de la misma. Estos compuestos experimentan condiciones extremas de presión y temperatura; lo cual provoca la volatilización de los mismos.

2.4.3 Factores que afectan a la cavitación sónica

La eficiencia de remoción de contaminantes del agua, por cavitación acústica, depende de ciertos parámetros de operación en el reactor, como: la frecuencia de ultrasonido, el poder de ultrasonido, el gas disuelto, la temperatura y la concentración inicial del contaminante, entre otros (Torres-Palma y Serna-Galvis, 2018).

Frecuencia de ultrasonido

La frecuencia de ultrasonido afecta al sistema de cavitación acústica modificando el tamaño y tiempo de colapso de las cavidades. Conforme aumenta la frecuencia de ultra sonido, el tamaño y tiempo de colapso de las burbujas se reduce; sin embargo, el número de cavidades aumenta por unidad de tiempo. Con respecto a la formación del radical $\cdot\text{OH}$, se ha reportado que la mayor formación de este radical ocurre entre las frecuencias de ultrasonido de 20 a 500 kHz. La selección de la frecuencia de ultrasonido para remover un contaminante del agua, dependerá de la naturaleza del mismo (Lim, Son, y Khim, 2011).

Potencia de ultrasonido

La potencia de ultrasonido es a la energía inyectada al sistema acuoso mediante una fuente de poder (transductor o sonotrodo) en forma de ondas. La potencia determina la velocidad de degradación de los contaminantes, así como la de la formación del radical $\cdot\text{OH}$. Conforme aumenta la potencia de ultrasonido también aumenta la formación y colapso de cavidades lo que a la vez incrementa la velocidad de degradación de los contaminantes, ya que existe una mayor formación de radicales $\cdot\text{OH}$. Sin embargo, después de cierto incremento en la potencia de ultrasonido, la velocidad de degradación no aumentará más, si no que se mantendrá constante. La potencia de ultrasonido empleada para el tratamiento de agua por cavitación acústica se encuentra en el rango de 18 a 150 W (Lifka, Ondruschka, y Hofmann, 2003).

Gas disuelto

El gas disuelto en el agua es otro parámetro que afecta el fenómeno de cavitación. Las propiedades de los gases como, su solubilidad en el agua, el calor específico y la conductividad térmica influencia la actividad sonoquímica del medio. El calor específico de los gases está relacionado con la temperatura máxima de la implosión de la burbuja, mientras que la conductividad térmica se relaciona con la tasa de transferencia de calor al seno de la solución. Para el tratamiento de agua, se busca que el gas disuelto en el medio contenga valores altos de calor específico y valores bajos de conductividad térmica, ya que esto favorece una alta temperatura durante la implosión de la burbuja. (Merouani et al., 2015)

El aire, el oxígeno, y los gases nobles son gases ampliamente empleados en cavitación sónica. Sin embargo, el O_2 y el aire, poseen la ventaja de producir radicales $\cdot\text{OH}$ extras, ya que el O_2 puede interactuar con el $\text{H}\cdot$ producido durante la disociación de la molécula de agua, como se muestra en la ecuación 4 a 7 (Hua y Hoffmann, 1997).



Temperatura del seno de la solución

La temperatura del seno de la solución, es otro factor que puede afectar a la cavitación acústica. Se ha reportado que cuando la temperatura del medio líquido aumenta, la tensión superficial y la viscosidad del líquido disminuyen, esto provoca un aumento en la presión de vapor del líquido. Por lo tanto, durante la formación y crecimiento de la burbuja esta tiende a llenarse más de vapor de agua que del gas disuelto en el medio. Lo cual genera un amortiguamiento en la implosión de la burbuja y favorece a la desgasificación del medio.

Para fines de tratamiento de aguas, por cavitación acústica, se recomienda operar el medio a temperatura de entre 20 a 30 °C (Thompson y Doraiswamy, 1999).

Si bien es cierto que operar el sistema acústico, con los parámetros y rangos adecuados; mejora el rendimiento de la remoción de contaminantes en el tratamiento de agua. Todavía es necesario mejorar a el sistema, para conseguir mayores rendimientos.

En este sentido el primer paso es entender cuanto y donde ocurre la cavitación acústica a fin de conocer como es la distribución de las burbujas en el sistema. Conociendo la distribución de las cavidades, entonces se podrá entender donde ocurre la mayor degradación de contaminantes y donde la menor.

2.5 Caracterización de la cavitación sónica

La distribución de las cavidades o burbujas acústicas se puede estimar experimentalmente a partir de ciertos cambios en el sistema como la emisión de luz, el cambio de presión, el cambio de temperatura etc. La caracterización de la cavitación sónica se puede realizar por las siguientes mediciones.

Sonoluminiscencia

Las implosiones de las burbujas sónicas suelen estar acompañadas de emisiones de luz; a este fenómeno se le conoce como sonoluminiscencia. Se conoce que la sonoluminiscencia se produce cuando los gases del medio líquido, atrapados durante la formación de la burbuja, experimentan un cambio brusco de presión. Este cambio de presión adiabático provoca roces entre la interface de la burbuja y el medio circundante, a una velocidad de 3 a 4 veces la del sonido; lo que a la vez provoca que la temperatura de los gases aumente hasta alcanzar más

de 5,000 °C. Este proceso se repite con la propagación de la onda acústica por varios ciclos hasta la implosión (Muthupandian, 2011).

Considerando lo anterior, la emisión de luz nos podría indicar en que parte del reactor está ocurriendo la implosión de las cavidades, y por ende, donde ocurre la mayor actividad sonoquímica. La sonoluminiscencia puede ser medida, entonces, mediante el conteo de los fotones de luz producidos durante el colapso de las cavidades

Presión

Durante el ciclo de rarefacción, las burbujas sónicas experimentan cambios adiabáticos de presión. Estos cambios de presión en las burbujas oscilantes, pueden actuar como emisores secundarios de ondas acústicas (espectral acústico). El espectral acústico puede ser monitoreado por diferentes artefactos, por ejemplo, un hidrófono; el cual mide la frecuencia a la que oscilan las ondas acústicas emitidas por las cavidades (Son et al., 2012). De esta forma, el estudio del espectral acústico nos puede dar información sobre el sitio del reactor donde ocurre la cavitación sónica, así como donde ocurre la mayor y menor actividad sonoquímica.

Temperatura dentro de las burbujas acústicas.

Así como existen cambios de presión en el sistema acústico, también existen cambios bruscos de temperatura dentro de las cavidades. La temperatura máxima dentro de las burbujas de cavitación, asumiendo que existe una compresión adiabática, depende de ciertos factores como: la temperatura y presión de la solución, la presión de vapor del líquido, el calor específico del gas, y la presión de la burbuja en su tamaño máximo. Mediante estimaciones teóricas se ha determinado que a condiciones normales (298 K y 1 atm de presión), usando agua como medio líquido, y oxígeno como gas disuelto en el medio; la temperatura máxima dentro de las burbujas de cavitación puede alcanzar entre los 750 K a 6,000 K (Torres-Palma y Serna-Galvis, 2018). En ese sentido, es posible estimar la posición de las cavidades en el reactor, mediante el monitoreo de la temperatura.

Cabe mencionar que hoy en día la cavitación sónica no es capaz de soportar la demanda total de energía que se requiere para la degradación de contaminantes, por lo que por sí sola, no

es una opción adecuada para conducir a la mineralización de sustancias recalcitrantes. Sin embargo, los efectos físicos y químicos que genera la cavitación sónica pueden ser mejor aprovechados cuando estos son combinados con otros procesos como los PAOE (Karim y Shrivastav, 2021)

2.6.0 La interacción entre el proceso de cavitación sónica y los PAOE

Publicaciones recientes, han demostrado que la combinación entre el proceso de cavitación sónica (CS) con otros procesos avanzados de oxidación como los PAOE; podría aumentar significativamente la tasa de degradación de diversos tipos de contaminantes recalcitrantes como pesticidas, medicamentos, tintes, fenoles entre otros. Así como mejoramiento y un aumento en la velocidad en las cinéticas de reacción.

Por ejemplo, en el año 2020, Chennah y sus colaboradores realizaron la electro oxidación del tinte azul de metileno, empleando un nano electrodo basado en fosfato de zinc ($Zn_3(PO_4)_2$) como ánodo; en presencia y ausencia de cavitación sónica. Los resultados obtenidos demostraron que al emplear el proceso EO la degradación máxima del tinte fue igual a 41%. Mientras que, al combinar el proceso EO con el proceso de cavitación sónica, se alcanzó una degradación del tinte de hasta el 90%. A una frecuencia y potencia de ultrasonido de 40 KHz y 180 W, respectivamente (Chennah et al., 2020).

En otro trabajo, dirigido por F. Ghanbari y sus colaboradores en el año 2021 se estudió la degradación del paracetamol empleando el proceso EF y el proceso de cavitación sónica por separado y en combinación. En donde se utilizó fieltro de carbono como cátodo, y nano partículas de Fe_2O_3 como agente catalizador. Los experimentos se llevaron a cabo aplicando una corriente de 230 mA y una frecuencia y poder de ultrasonido de 20 KHz y 100 W, respectivamente. Los resultados obtenidos demostraron que la mayor degradación de paracetamol fue igual a 98%, la cual se alcanzó al emplear el proceso EF en combinación con el proceso de cavitación sónica. Por otro lado, la menor degradación de paracetamol fue igual a 10%, y esta alcanzó al emplear el ultrasonido solo. Por su parte el proceso EF obtuvo una degradación del paracetamol igual a 77%. Finalmente, los resultados también mostraron que la combinación entre los procesos EF y cavitación sónica, conducía a un incremento en la producción de especies oxidantes fuertes, entre las que destaco el radical $\cdot OH$ (Ghanbari et al., 2021).

Otros ejemplos del efecto positivo que tiene la combinación de la cavitación sónica con los procesos PAOE para la eliminación de contaminantes se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Combinación de la CS con diferentes PAOE en la eliminación de diferentes contaminantes. Recuperado de A. Hassani et al., (2022)

Contaminante	Electrodo	Proceso empleado	Condiciones experimentales	Resultados destacados	Referencia
Rodamina B Concentración inicial 5-50 mg/L	Fibra de carbón activado	Sono electro-químico	Electrolito 0.24 M Na ₂ SO ₄ , frecuencia y poder US 22 KHz y 100-800 W, pH 2.78 – 10.8, voltaje aplicado 1.2 -8.0 V	90 % de remoción del color dentro de los 12 min del experimento. Aplicando: 400 W de poder US, pH 6.5, voltaje de 5V	Ai et al, (2010)
Acid Black 172 y Disperse blue 56. Concentración inicial 125 mg/L	Electrodo de hierro	EF, Sono EF, Foto EF, y SonoFoto EF	Electrolito 0.5 M Na ₂ SO ₄ , frecuencia US 28-34 KHz, densidad de corriente 20 mA/cm ²	Eficiencia de remoción de DQO (%) EF = 82-88 Sono EF = 89.5-91 Foto EF= 91.5-92.3 Sonofoto EF= 95.5-97.4	Mahmoudi et al., (2021)
Naranja ácido 7. Concentración inicial 50 mg/L	Cátodo de grafito, ánodo hoja de Pt	Sono Electro-peroxone	Electrolito 10 mM Na ₂ SO ₄ , frecuencia 20 KHz, densidad de corriente 300 mA, concentración de ozono 33 mg/L	Se obtuvo el 98 % de remoción del color y un 88% de mineralización	Ghanbari et al., (2020)
Oflaxacina. Concentración inicial 20mg/L	Ánodo Ti/RuO ₂ , Cátodo, acero inoxidable	Oxidación sono electro-química	Electrolito 0.1 M Na ₂ SO ₄ , frecuencia US 33.3 KHz, densidad de corriente 213 mA/cm ²	Eficiencia de remoción (%) por proceso Sono electroquímico = 95, Electro Oxidación = 60.6, US = 7.2	Patidar and Sivastrava,
Cefalosporina. Concentración inicial 60 mg/L	Ánodo Ti/IrO ₂ RuO ₂ Cátodo	Oxidación sono electro-	Electrolito 50 mM Na ₂ SO ₄ , frecuencia US 45 KHz,	Se obtuvo 94 % de remoción de la DQO para un pH igual 6.3 en	Yang et al., (2016)

Acero inoxidable	química	densidad corriente mA/cm ²	de un tiempo de reacción 8.0 de 30 min
---------------------	---------	---	---

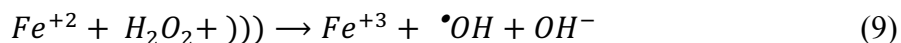
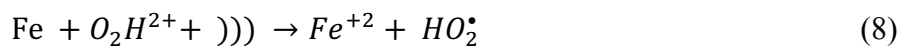
2.6.1 El proceso SonoElectro-Fenton

Diversos trabajos han reportado que la combinación de la cavitación sónica con el proceso EF, también conocido como proceso Sonoelectro-Fenton conduce a una mayor eficiencia de degradación de contaminantes recalcitrantes en comparación con el proceso EF. En este sentido, la adición del ultrasonido conduce a una mayor producción de radicales $\cdot\text{OH}$, y por la tanto a una mayor eficiencia degradación de compuestos orgánicos.

La interacción positiva de estos dos procesos se ha explicado en términos del (1) aumento en la transferencia de masa de Fe(II) y del O_2 hacia el cátodo para la generación electroquímica del reactivo de Fenton que da lugar a una mayor tasa de producción del radicales $\cdot\text{OH}$, (2) la generación extra de radicales $\cdot\text{OH}$ generados por el US, y (3) la pirólisis de compuestos orgánicos cuando las microburbujas implotan.

Adicionalmente Li et al., 2010 descubrió que la adición del ultrasonido al proceso EF también conduce a una mayor producción de H_2O_2 . Ya que reportó que la cantidad de H_2O_2 producido en un proceso US/EF excede la cantidad total de H_2O_2 generado en los procesos sono-Fenton y EF.

Finalmente se ha reportado que la adición del US al proceso electroquímico, puede regenerar rápidamente al ion Fe(II) a partir de compuestos intermediarios creados durante el proceso EF. Entonces el Fe(II) puede reaccionar con el H_2O_2 para generar radicales $\cdot\text{OH}$ lo que conduce a reacciones más eficientes dentro de las celdas electroquímicas, como se observa en las ecuaciones 8 y 9.



Otros beneficios que se han reportado de implementar la cavitación sónica con el proceso EF son efecto de lavado y efecto de mezclado, los cuales se describen más adelante.

Efecto de regeneración de la superficie de electrodos

El uso del ultrasonido, en el proceso EF, puede ayudar a prevenir la pasivación de electrodos, la cual es causada por la acumulación de especies en la superficie de los mismos. La acumulación de especies en la superficie del electrodo puede, reducir en el tiempo, el rendimiento del mismo (Radi et al., 2019). Al exponer a los electrodos a una irradiación ultrasónica continua en un medio líquido, las ondas violentas de choque y los micro chorros de líquido provocan la erosión de la capa pasiva limpiando la superficie del electrodo. En consecuencia, el efecto de lavado provocado por la cavitación sónica, expone más sitios activos en la superficie del electrodo, permitiendo mejorar el rendimiento del electrodo, y aumentar la longevidad del mismo (Hassani et al., 2022).

Efecto de mezclado

La implementación del ultrasonido con los procesos EF puede generar un efecto de mezclado efectivo en el seno de la solución, que podría dar lugar a un incremento en el transporte de masa. Ya que, la continua implosión de burbujas podría estar facilitando la difusión de iones, como el O_2 , hacia la superficie del electrodo (Radi et al., 2019; Hassani et al., 2022). Un aumento en el transporte de masa podría generar un incremento tanto en la producción especies oxidantes como en la degradación de contaminantes por oxidación directa, debido a que un número mayor de especies estaría en contacto con la superficie del electrodo (Ai et al., 2010). Adicionalmente, el efecto de mezclado podría facilitar la interacción entre los agentes oxidantes y los contaminantes tanto en el seno de la solución como en la interface electroquímica. Permitiendo también, un incremento en la eliminación de contaminantes por oxidación indirecta (Huang et al., 2017).

Finalmente, la combinación de los procesos mencionados anteriormente, puede ayudar a reducir la energía requerida para la degradación de contaminantes; y a mantener una densidad de corriente estable en el sistema. Lo cual resulta bastante conveniente ya que la corriente es un factor importante que gobierna la velocidad de las reacciones electroquímicas en la superficie de los electrodos, y por lo tanto el transporte de masa (Xie et al., 2016; Hassani et al., 2022).

3.0 JUSTIFICACIÓN

En el marco tecnológico del tratamiento del agua, la combinación entre los procesos Electro-Fenton (EF) y Cavitación Sónica (CS); ha demostrado tener un efecto sinérgico en la degradación de diversos tipos de contaminantes, incluso en aquellos que poseen estructuras químicas muy complejas. Ya que se basa en la electro-generación in-situ del radical $\cdot\text{OH}$, una especie altamente oxidante, la cual puede reaccionar con la mayoría de la materia orgánica, presente en el medio acuoso, de manera no selectiva. Adicionalmente, se ha reportado que la combinación híbrida de los procesos EF/CS, permite incrementar la velocidad de las reacciones, al mismo tiempo que disminuye el consumo de productos químicos, la demanda de energía, y permite superar las limitaciones que cada proceso tiene por separado. Sin embargo, y hasta donde sabemos poco se ha estudiado sobre la naturaleza del fenómeno que caracteriza la interacción entre los procesos EF/CS, en interfaces polarizadas eléctricamente, es decir en la zona electrodo/solución donde existe la presencia de un campo eléctrico y donde ocurren los procesos principales de transferencia de carga. En este sentido, y derivado del potencial científico, tecnológico y ambiental que representa la interacción de los procesos EF/CS en el tratamiento de agua, se justifica explorar su interacción en interfaces polarizadas eléctricamente de electrodos porosos de carbón; a fin de desarrollar una nueva aproximación que permita entender, identificar y dimensionar los fenómenos responsables del incremento en las cinéticas de transferencia de carga, de degradación de contaminantes, y del incremento en el transporte de masa. Para lo cual se utilizarán espectroscopía de impedancia electroquímica, un símil eléctrico y otros arreglos experimentales.

4.0 HIPÓTESIS Y OBJETIVOS

4.1 Hipótesis

Es posible identificar la naturaleza que caracteriza el carácter sinérgico de la interacción entre estímulos eléctricos con estímulos acústicos de ultrasonido en una reacción electro-Fenton

4.2 Objetivos

4.2.1 Objetivo general

Identificar la naturaleza del fenómeno que caracteriza la interacción entre el proceso de cavitación sónica y un campo eléctrico en una reacción Electro-Fenton

4.2.2 Objetivos específicos

5.1.1 Diseñar una celda electroquímica que permita detectar la naturaleza que caracteriza la interacción entre el proceso de Cavitación Sónica y el proceso Electro-Fenton

5.1.2 Estudiar y analizar la interface electroquímica a través de un símil eléctrico; para identificar la naturaleza del fenómeno que caracteriza el efecto entre el proceso de cavitación sónica y el proceso Electro-Fenton. Empleando la técnica electroquímica de espectroscopia de impedancia y aplicando diferentes condiciones experimentales.

5.1.3 Identificar el efecto que genera la interacción entre el proceso de cavitación sónica y un campo eléctrico en una reacción Electro-Fenton; a través de la degradación de un colorante modelo, empleando diferentes condiciones experimentales.

5.1.4 Evaluar el efecto que provoca un surfactante en la interacción de los procesos mencionados anteriormente; a través de la decoloración de un colorante modelo y la técnica electroquímica de espectroscopia de impedancia.

5.0 METODOLOGÍA

La Figura 3, muestra el arreglo experimental seguido para el presente trabajo; el cual estuvo conformado por 4 etapas. La primera etapa constó en el diseño y la construcción de una celda electroquímica. La segunda etapa en la identificación del fenómeno que caracteriza la interacción entre el proceso Electro-Fenton (EF) y el proceso de cavitación sónica (CS). Para la tercera etapa se estudió el efecto que genera un surfactante en la interacción de los procesos mencionados anteriormente. Para la etapa cuatro, se estudiaron y analizaron los fenómenos interfaciales generados por los procesos mencionados anteriormente, en combinación y por separado; empleando un modelo de circuito eléctrico equivalente.

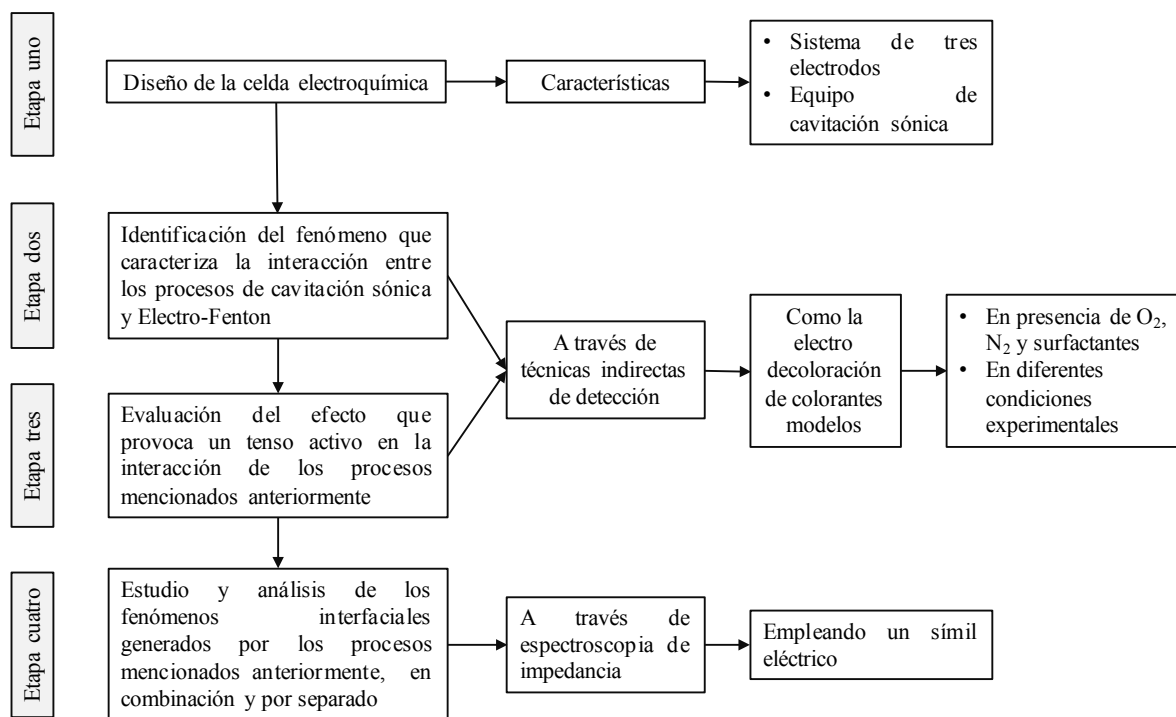


Figura 3. Diagrama de la estrategia experimental

5.1.0 Diseño y construcción de la celda electroquímica

La primera etapa del trabajo, consistió en el diseño y la construcción de una celda electroquímica. La cual se utilizó para detectar la naturaleza que caracteriza la interacción entre el proceso de CS y un campo eléctrico (E°) en una reacción EF. La celda electroquímica estuvo constituida por una capsula cilíndrica de vidrio marca Kimax de 200 mL. Un dispositivo para generar cavitación sónica marca Hielscher UP200Ht (26 KHz, 200 W),

acoplado a un sonotrodo s26d2 (titanio $\varnothing 2$ mm). Un sistema de tres electrodos, un electrodo de trabajo de fieltro de carbono (apartado 5.1.2). Un electrodo de referencia de Ag|AgCl (3M). Y un contra electrodo con forma de cesta, de malla de acero inoxidable con 4.5 cm diámetro.

5.1.1 Configuración de la celda Electroquímica

La Figura 5 describe el diseño y configuración de la celda electroquímica empleada para este trabajo, así como la distribución de la sonda ultrasónica, los electrodos y las distancias que se mantuvieron entre ellos.

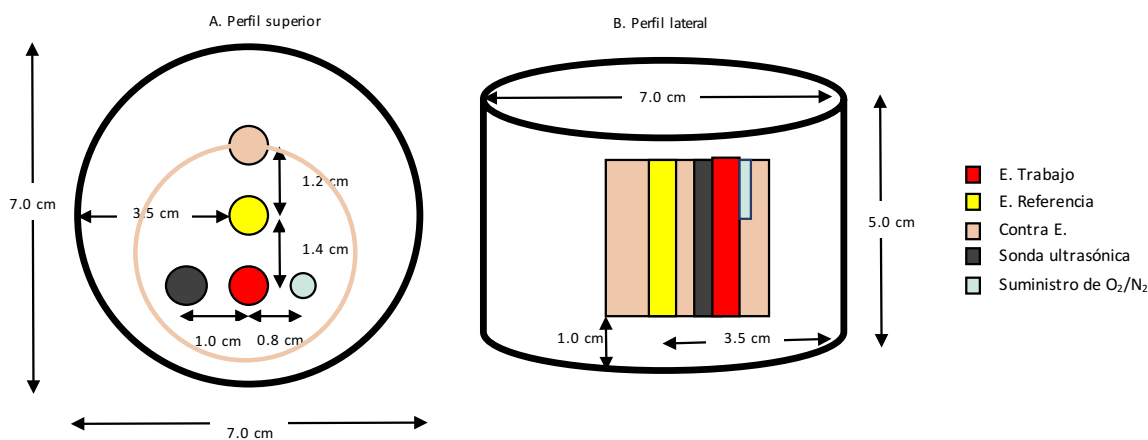


Figura 4.- Diseño de la celda electroquímica, empleada para la detección del fenómeno que generan los procesos CS y EF, solos y en combinación

La configuración de la celda electroquímica empleada para este trabajo consistió en sumergir al sistema de electrodos junto con la sonda ultrasónica dentro del reactor (Figura 4B). El contra electrodo, a la vez, rodeó a la sonda ultrasónica y a los electrodos de trabajo y de referencia (Figura 4A). La sonda ultrasónica fue colocada junto al electrodo de trabajo con el objetivo de evitar la pasivación del electrodo y de mantenerlo activo. Adicionalmente, se colocó un suministro de O₂/N₂, junto al electrodo de trabajo, para mantener constante la concentración de gas en el sistema.

5.1.2 Selección del electrodo de trabajo

Se seleccionó al fieltro de carbono como electrodo de trabajo, debido a que se ha reportado que este material posee una conductividad eléctrica razonable, buena estabilidad estructural en condiciones ácidas, ofrece altas superficies electro activas; y posee selectividad a la reacción de reducción de O_2 vía dos electrones (Trelu et al., 2018; Nair et al., 2021).

El fieltro de carbono comercial, se obtuvo de ROE Group, México (6mm WDF, 99% contenido de carbono, $0.7 \text{ in}^2/\text{g}$ área superficial). Para la preparación de la superficie de los electrodos, se cortaron piezas de 1.5cm x 2.5cm. cada pieza fue lavada y tratada con HNO_3 (10%) por 24h como lo describió previamente Salazar-López (2023).

La solución que se utilizó para el lavado y preparación de la superficie de los electrodos; se preparó con agua desionizada con una resistividad igual a $18 \text{ M}\Omega \text{ cm}$ y HNO_3 (37%), el cual fue obtenido de Baker.

5.1.3 Solución de azul de metileno (AZM)

Se preparó una solución electrolítica de pH 3, que contenía 0.1 M de K_2SO_4 como electrolito soporte y $20 \mu\text{M}$ de azul de metileno. Dependiendo del experimento esta solución también pudo contener $FeSO_4$ (0.3mM) como fuente de iones $Fe(II)$, para las soluciones de AZM descritas en el trabajo como soluciones de AZM con Fe.

La solución electrolítica de AZM fue preparada con H_2SO_4 (99%) y K_2SO_4 (99%) obtenidas de Baker. Se utilizó azul de metileno de grado analítico $C_{16}H_{18}N_3C_1I S_1$ (99%) y $FeSO_4$ (99%) los cuales se adquirieron de Hycel y Aldrich, respectivamente.

5.2.0 Detección del fenómeno que caracteriza la interacción entre el proceso de cavitación sónica y un campo eléctrico en una reacción Electro Fenton

La figura 5 muestra el diagrama experimental seguido para la etapa dos. La cual consistió en identificar el efecto que genera la interacción entre el proceso de cavitación sónica (CS) y un campo eléctrico (E°) en una reacción Electro-Fenton (EF) a través de la cinética de decoloración del tinte azul de metileno (AZM). Para ello fue necesario identificar el efecto que genera cada proceso por separado y en combinación.

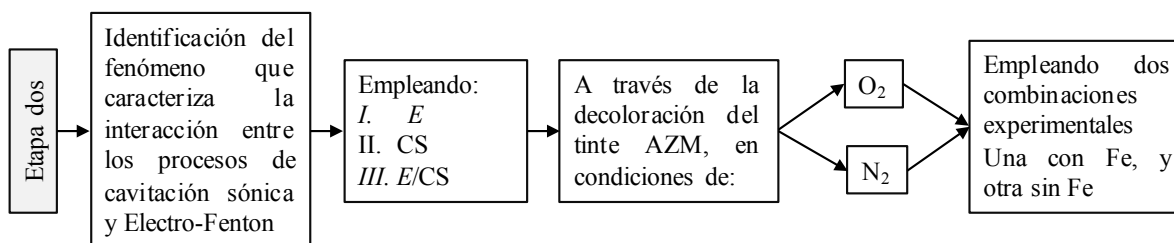


Figura 5. Diagrama de la estrategia experimental seguido para la Etapa Dos. Donde campo eléctrico (E), cavitación sónica (CS), combinación del campo eléctrico y la cavitación sónica (E/CS)

5.2.1 Efecto del campo eléctrico

Para detectar el efecto que genera el proceso EF en la decoloración del tinte AZM; se realizaron 4 experimentos de decoloración de AZM. El primer y segundo experimento de decoloración de AZM se llevaron a cabo en condiciones de O_2 . El primer experimento de decoloración contuvo una solución de AZM con Fe. Esto con el objetivo de observar el efecto que tiene el proceso EF en la decoloración del tinte. Mientras que, el segundo experimento contuvo una solución de AZM sin Fe, con el objetivo de observar el efecto que tiene el proceso de electro oxidación (EO) en la decoloración del tinte AZM, y así poder diferenciar el efecto del proceso EO del efecto del proceso EF, en la decoloración del tinte.

El tercer experimento contuvo una solución de AZM con Fe mientras que el cuarto experimento contuvo una solución de AZM sin Fe. Ambos experimentos se llevaron a cabo en condiciones de N_2 , con el objetivo de observar el efecto que tiene el campo E° en la decoloración del tinte AZM en presencia y ausencia de iones $Fe(II)$ en la solución.

Los experimentos de decoloración de AZM descritos en este apartado se llevaron a cabo en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, donde se agregaron 100 ml de solución de AZM con Fe o sin Fe (apartado 5.1.3), según correspondiera. Antes de cada experimento se burbujeo N_2 u O_2 , durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Se recolectaron muestras periódicamente durante 25 min para observar la decoloración del tinte, como se describe en el apartado 5.8.2.1. Todos los experimentos se realizaron por triplicado. El campo E° se estableció aplicando un potencial igual a $-0.8V$ vs $Ag|AgCl$.

5.2.3 Efecto del Proceso de cavitación Sónica

Para detectar el efecto que genera el proceso de Cavitación Sónica en la decoloración del tinte AZM; se realizaron 4 experimentos de decoloración de AZM.

El experimento uno y dos se llevaron a cabo en condiciones de O₂. El primer experimento contuvo una solución de AZM con Fe, con el objetivo de observar el efecto del proceso Sono-Fenton en la decoloración del AZM. Mientras que el experimento dos contuvo una solución de AZM sin Fe, con el objetivo de observar los efectos químicos y físicos de la cavitación sónica en la decoloración del tinte.

El tercer experimento contuvo una solución de AZM con Fe mientras que el cuarto experimento contuvo una solución de AZM sin Fe. Ambos experimentos se llevaron a cabo en condiciones de N₂ con el objetivo de observar los efectos físicos de la cavitación sónica en presencia y ausencia de iones Fe(II) en la solución.

Los experimentos de decoloración de AZM descritos en este apartado se llevaron a cabo en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, donde se agregaron 100 ml de solución de AZM con Fe o sin Fe (apartado 5.1.3), según correspondiera. Antes de cada experimento se burbujeo N₂ u O₂, durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Se recolectaron muestras periódicamente durante 25 min. Cada experimento se realizó por triplicado. Los experimentos se realizaron aplicando un poder y frecuencia de ultrasonido de 26 KHz y 200 W, respectivamente. Según se describe en el apartado 5.8.2.2.

5.2.4 Efecto de la interacción entre el proceso de cavitación sónica y el proceso Electro-Fenton

Para identificar el efecto que genera la interacción entre el proceso de cavitación sónica y el proceso Electro Fenton en la decoloración del tinte AZM, se realizaron cuatro experimentos de decoloración de AZM en donde se aplicó un E° igual a -0.8 V vs Ag|AgCl y una frecuencia y poder de ultrasonido de 26 KHz y 200 W, respectivamente.

El experimento uno y dos se realizaron en condiciones de O₂. El experimento uno contuvo una solución de AZM con Fe, con el objetivo de identificar el efecto de la combinación de los procesos EF/CS en la decoloración del tinte empleado. El experimento dos contuvo una solución de AZM sin Fe, con el objetivo de observar el efecto que tiene la combinación

EO/CS en la decoloración del tinte AZM y así poder diferenciar el efecto EO/CS del efecto EF/CS.

El experimento tres contuvo una solución de AZM con Fe mientras que el experimento cuatro contuvo una solución de AZM sin Fe. Ambos experimentos se realizaron en condiciones de N_2 , con el objetivo de observar el efecto de la combinación E°/CS en la decoloración del tinte AZM, en presencia y ausencia de iones $Fe(II)$ en la solución.

Los experimentos de decoloración de AZM descritos en este apartado se llevaron a cabo en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, donde se agregaron 100 ml de solución de AZM con Fe o sin Fe, según correspondiera (apartado 5.1.3). Antes de cada experimento se burbujeo N_2 u O_2 , durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Se recolectaron muestras periódicamente durante 25 min. Cada experimento se realizó por triplicado. Según se describe en el apartado 5.8.2.0.

5.3.0 Detección de los efectos que genera un surfactante en la interacción del proceso de Cavitación Sónica con el proceso Electro Fenton.

La figura 6 muestra el diagrama experimental seguido para la etapa tres, la cual consistió en identificar el efecto que genera el surfactante dodecil-sulfato de sodio (SDS) en la interacción de los procesos de cavitación sónica y Electro-Fenton, a través de la cinética de decoloración del tinte AZM. Para lo cual se utilizó la solución de AZM descrita en el apartado 5.1.3, a la cual se le agrego el surfactante $NaC_{12}H_{25}SO_4$ 2.0mM (SDS).

Similar a la etapa dos, se estudió el efecto del SDS en los procesos mencionados anteriormente, por separado y en combinación.

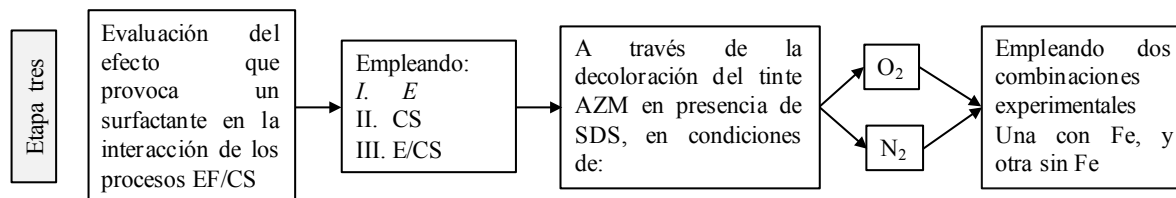


Figura 6. Diagrama de la estrategia experimental seguido para la Etapa Tres. Donde campo eléctrico (E), cavitación sónica (CS), combinación del campo eléctrico y la cavitación sónica (E/CS)

5.3.1 Efecto del surfactante SDS en el proceso Electro-Fenton

Para estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en el proceso EF durante la decoloración del tinte AZM, se realizaron cuatro experimentos de decoloración.

El experimento uno contuvo una solución de AZM con SDS y Fe, mientras que el experimento dos contuvo una solución de AZM y SDS. Ambos experimentos fueron llevados a cabo en condiciones de O₂, con el objetivo de observar el efecto que tiene el surfactante SDS en los Procesos EF y EO, respectivamente; en la decoloración del tinte AZM

Por su parte los experimentos tres y cuatro contuvieron una solución de AZM con SDS. La solución usada en el experimento tres, adicionalmente contuvo Fe. Ambos experimentos se llevaron a cabo en condiciones de N₂ con el objetivo de observar el efecto que el SDS genera en el campo eléctrico, en presencia y ausencia de iones Fe(II), durante la decoloración del tinte AZM.

Los experimentos de decoloración de AZM descritos en este apartado fueron llevados a cabo en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, a la cual se le agregaron 100 ml de solución de AZM con o sin Fe según correspondiera (apartado 5.1.3), más 2.0 mM de NaC₁₂H₂₅SO₄ (SDS). Antes de cada experimento se burbujeo N₂ u O₂, durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Se recolectaron muestras periódicamente durante 25 min como se describe en el apartado 5.8.2.1. Todos los experimentos se realizaron por triplicado. El campo eléctrico se estableció aplicando un potencial igual a -0.8V vs Ag|AgCl.

5.3.2 Efecto del surfactante SDS en el proceso de cavitación sónica

Para estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en el proceso CS durante la decoloración del tinte AZM; se realizaron cuatro experimentos de decoloración de AZM.

Los experimentos uno y dos se llevaron a cabo en condiciones de O₂. El experimento uno contuvo una solución de AZM, SDS y Fe, con el objetivo de observar el efecto del surfactante SDS en el proceso sono-Fenton. Por su parte el experimento dos contuvo una solución de AZM y SDS, con el objetivo de observar el efecto del SDS en la CS.

El experimento tres y cuatro contuvieron una solución de AZM con SDS. La solución usada en el experimento tres, adicionalmente, contuvo Fe. Ambos experimentos se corrieron en

condiciones de N_2 , con el propósito de observar el efecto que genera el SDS en los efectos físicos de la cavitación sónica, en presencia y ausencia de Fe(II).

Los experimentos de decoloración de AZM descritos en este apartado fueron llevados a cabo en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, a la cual se le agregaron 100 ml de solución de AZM con o sin Fe según correspondiera (apartado 5.1.3), más 2.0mM de $NaC_{12}H_{25}SO_4$ (SDS). Antes de cada experimento se burbujeo N_2 u O_2 , durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Durante el experimento se recolectaron muestras periódicamente durante 25 min. Cada experimento se realizó por triplicado. Los experimentos se realizaron aplicando un poder y frecuencia de ultrasonido de 26 KHz y 200 W, respectivamente. Según se describe en el apartado 5.8.2.2.

5.3.3 Efecto del surfactante SDS en la interacción del proceso De Cavitación Sónica y el Proceso Electro Fenton

Para estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la interacción de los procesos EF/CS en la decoloración del tinte AZM; se llevaron a cabo cuatro experimentos de decoloración de AZM donde se aplicó un potencial de -0.8V vs Ag|AgCl y una frecuencia y poder de ultrasonido de 26 kHz y 200 W, respectivamente.

El experimento uno y dos se llevaron a cabo en condiciones de O_2 . El experimento uno contuvo una solución de AZM, SDS y Fe, con el propósito de observar el efecto que tiene el SDS en la combinación EF/CS. Por su parte, el experimento dos contuvo una solución de AZM y SDS, con el objetivo de observar el efecto que tiene el surfactante en la interacción EO/CS.

Los experimentos tres y cuatro contuvieron una solución de AZM y SDS. La solución empleada en el experimento tres, adicionalmente contuvo Fe. Ambos experimentos se llevaron a cabo en condiciones de N_2 , con el objetivo de observar el efecto que tiene el surfactante SDS en la interacción E^o /CS. En presencia y ausencia de iones Fe(II).

Los experimentos de decoloración de AZM descritos en este apartado fueron llevados a cabo en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, a la cual se le agregaron 100 ml de solución de AZM con o sin Fe según correspondiera (apartado 5.1.3), más 2.0 mM de $NaC_{12}H_{25}SO_4$ (SDS). Antes de cada experimento se burbujeo N_2 u O_2 , durante 20 min.

Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Se recolectaron muestras periódicamente durante 25 min. Cada experimento se realizó por triplicado. Los experimentos se realizaron aplicando un poder y frecuencia de ultrasonido de 26 KHz y 200 W, respectivamente. Según se describe en el apartado 5.8.2.0

5.4.0 Identificación de los fenómenos interfaciales generados por la interacción entre el proceso de cavitación sónica y el proceso Electro-Fenton.

La etapa cuatro consistió en estudiar e identificar los fenómenos interfaciales generados por la combinación de los procesos CS/EF en la decoloración del tinte AZM. Para lo cual fue necesario estudiar la interfaz electroquímica del proceso EF y de la combinación EF/CS en la decoloración del tinte AZM, empleando espectroscopia de impedancia (EIS)

5.4.1 Fenómenos interfaciales generados por el Proceso EF

Para estudiar los fenómenos que ocurren en la interfaz electrodo/electrolito generados por el proceso EF en la decoloración del tinte AZM, se realizaron cuatro experimentos EIS.

Los experimentos EIS uno y dos se realizaron en condiciones de O_2 . El experimento uno contuvo una solución de AZM y Fe, con el objetivo de estudiar los fenómenos que ocurren en la interfaz electroquímica electrodo/solución, cuando se emplea el proceso EF en la decoloración del AZM. El experimento EIS numero dos contuvo una solución únicamente de AZM, con el objetivo de estudiar los fenómenos que ocurren en la interfaz electrodo/electrolito, cuando se empleó el proceso EO en la decoloración del tinte AZM.

Los experimentos EIS tres y cuatro contuvieron una solución de AZM. La solución de AZM empelada en el experimento tres, adicionalmente contuvo Fe. Ambos experimentos EIS se realizaron en condiciones de N_2 , con el objetivo de estudiar los fenómenos que ocurren en la interfaz electrodo/solución en presencia y ausencia de Fe(II), cuando se emplea un campo eléctrico en la decoloración del AZM.

Los experimentos EIS se realizaron en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, a la cual se le agregaron 100 ml de solución de AZM con o sin Fe según correspondiera (apartado 5.1.3). Antes de cada experimento se burbujeo N_2 u O_2 , durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Los parámetros de operación empleados para los experimentos EIS como amplitud, señal de excitación y

potencial aplicado se describen en el apartado 5.8.1. La interpretación de los espectros EIS se realizó empleando el símil eléctrico descrito en la sección 6.6.0

5.4.2 Fenómenos interfaciales generados por la interacción entre el proceso CS y el proceso EF

Los fenómenos que ocurren en la interfaz electrodo/solución al aplicar la combinación de los procesos EF/CS en la decoloración del tinte AZM; se estudiaron a partir de cuatro experimentos EIS, donde se aplicó un campo eléctrico a un potencial de $-0.8V$ vs Ag|AgCl, y una frecuencia y poder de ultrasonido de 26 KHz y 200 W.

Los experimentos EIS uno y dos se realizaron en condiciones de O_2 . El experimento uno contuvo una solución de AZM y Fe, con el objetivo de estudiar los fenómenos que ocurren en la interfaz electrodo/solución al aplicar la combinación de los procesos EF/CS en la decoloración del tinte AZM. Por su parte, el experimento dos contuvo una solución de únicamente de AZM, con el objetivo de estudiar los fenómenos que se generan en la interfaz electrodo/solución al aplicar la combinación EO/CS en la decoloración del tinte AZM.

Los experimentos tres y cuatro contuvieron una solución de AZM. La solución de AZM empleada en el experimento tres, adicionalmente contuvo Fe. Ambos experimentos se realizaron en condiciones de N_2 , con el objetivo de estudiar los fenómenos que ocurren en la interfaz electrodo/solución al aplicar la interacción E° /CS en la decoloración del tinte AZM

Los experimentos EIS se realizaron en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, a la cual se le agregaron 100 ml de solución de AZM con o sin Fe según correspondiera (apartado 5.1.3). Antes de cada experimento se burbujeo N_2 u O_2 , durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Los parámetros de operación empleados para los experimentos EIS como amplitud, señal de excitación y potencial aplicado se describen en el apartado 5.8.1. La interpretación de los espectros EIS se realizó empleando el símil eléctrico descrito en la sección 6.6.0

5.5.0 Identificación de los efectos que genera un surfactante en de los fenómenos interfaciales generados por la interacción entre los procesos CS y EF

El presente trabajo también contempló estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la interfaz electrodo/solución cuando se empleó el proceso EF solo y en combinación con el proceso CS, en la decoloración del tinte AZM.

5.5.1 Efecto del surfactante SDS en la interface electroquímica del proceso EF

Para estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la interfaz electrodo/solución del proceso EF en la decoloración del tinte AZM, se realizaron cuatro experimentos EIS.

Los experimentos uno y dos se realizaron en condiciones de O₂. El experimento uno contuvo una solución de AZM, SDS y Fe, mientras que el experimento dos contuvo una solución de AZM y SDS. Esto con el objetivo de identificar el efecto que genera la presencia del SDS en la interfaz electrodo/solución cuando se emplean los proceso EF y EO en la decoloración del tinte AZM, respectivamente.

Por otro lado, los experimentos Tres y Cuatro contuvieron una solución de AZM y SDS. Adicionalmente, la solución AZM del experimento tres contuvo Fe. Ambos experimentos se llevaron a cabo en condiciones de N₂. Los anterior con el objetivo de identificar el efecto del SDS en la interfaz electrodo/solución, en presencia y ausencia de Fe, cuando se emplea un campo eléctrico en la decoloración del tinte AZM.

Los experimentos EIS se realizaron en la celda electroquímica diseñada en la etapa uno, a la cual se le agregaron 100 ml de solución de AZM con o sin Fe según correspondiera (apartado 5.1.3), más 2.0 mM de NaC₁₂H₂₅SO₄ (SDS). Antes de cada experimento se burbujeo N₂ u O₂, durante 20 min. Durante el experimento se continuó suministrando gas en la superficie de la solución. Los parámetros de operación empleados para los experimentos EIS como amplitud, señal de excitación y potencial aplicado se describen en el apartado 5.8.1. La interpretación de los espectros EIS se realizó empleando el símil eléctrico descrito en la sección 6.6.0

5.5.2 Efecto del surfactante SDS en la interface electroquímica de la interacción entre los procesos CS y EF

Se realizaron cuatro experimentos EIS para estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la interfaz electrodo/solución cuando se empleó la combinación de los procesos EF/CS en

Estas páginas fueron eliminadas debido a que su contenido es información clasificada como confidencial de acuerdo con el Artículo 113 fracción II de la Ley Federal de Transparencia y Acceso a la Información Pública 2021, y con el Artículo 116 de la Ley General de Transparencia y Acceso a la Información Pública 2021.

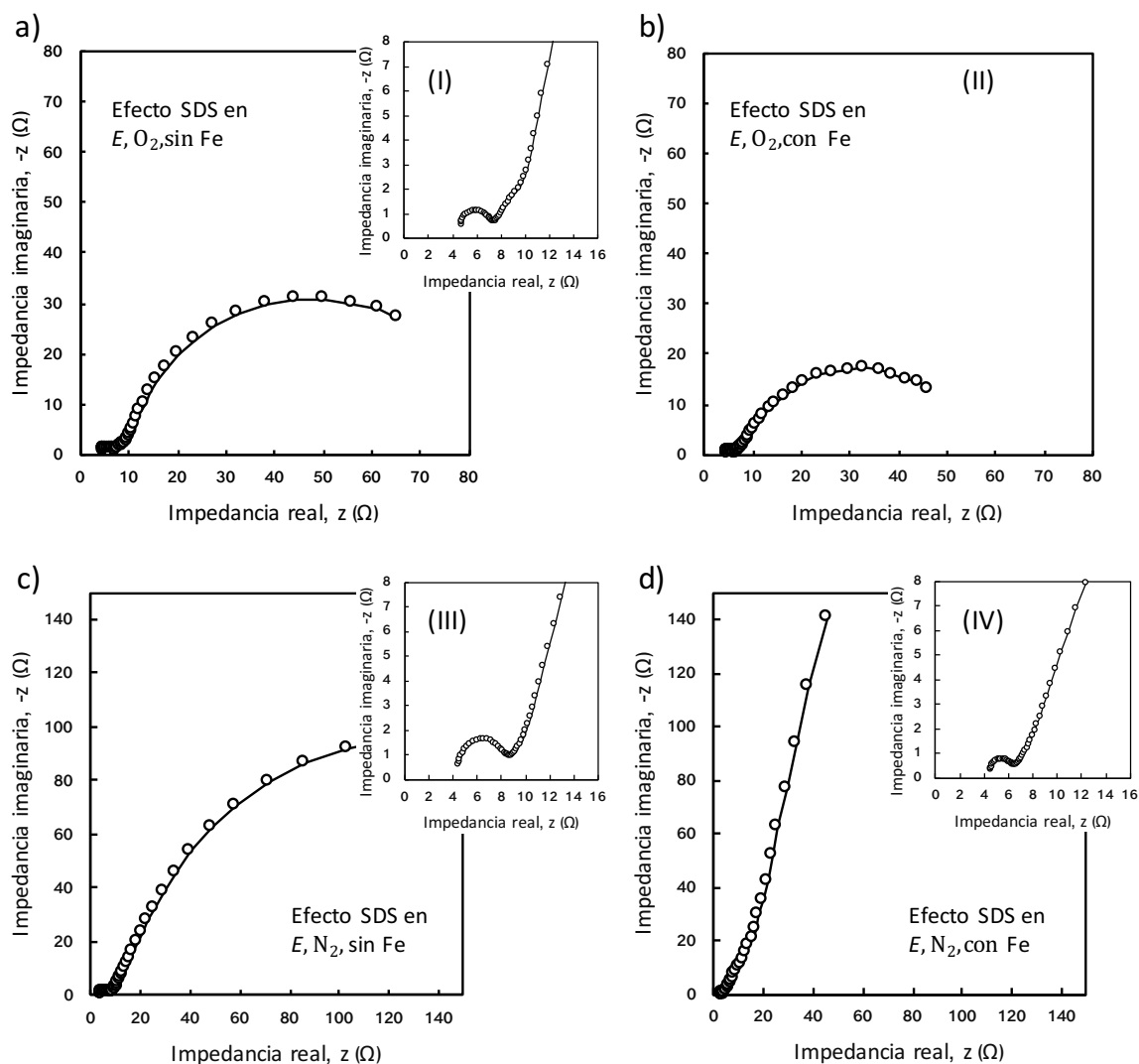


Figura 20. Espectros experimentales EIS del efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM. Aplicando un campo eléctrico (E) a $-0.8V$ vs $Ag|AgCl$. En condiciones de O_2 y N_2 . En presencia y ausencia de iones $Fe(II)$. Los recuadros I, II, III, y IV muestran un acercamiento de los datos que corresponden a las ventanas de frecuencias altas y medias de cada espectro experimental.

Por otra parte, la Figura 21 muestra el efecto del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM, cuando se combinó un campo eléctrico con el proceso de cavitación sónica. En presencia y ausencia de iones $Fe(II)$. En condiciones de O_2 y N_2 .

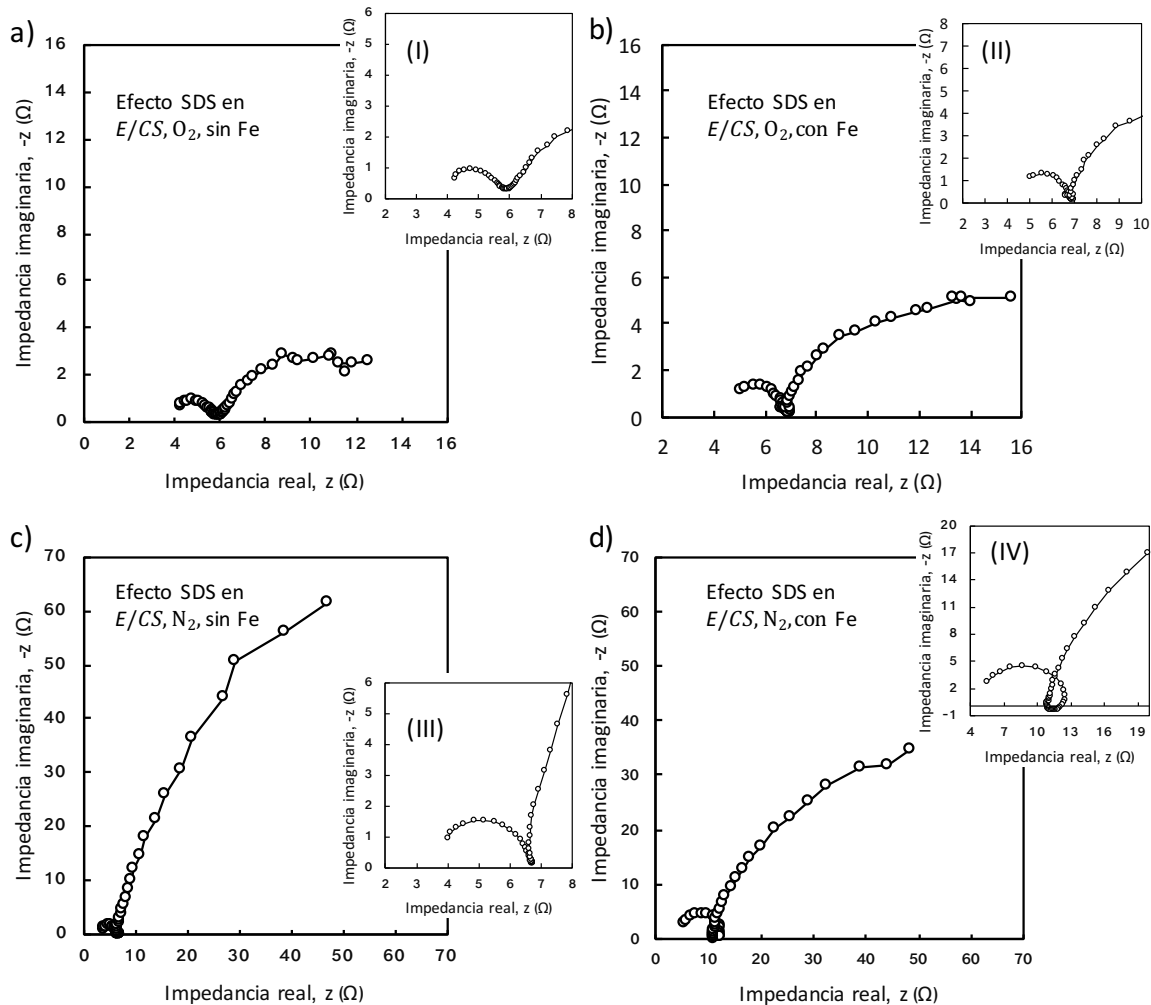


Figura 21. Espectros experimentales EIS del efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM. Aplicando un campo eléctrico (E) en combinación con el proceso de cavitación sónica (CS). Aplicando un potencial de $-0.8V$ vs $Ag|AgCl$, y una frecuencia y poder de ultrasonido de 26 KHz y 200 W, respectivamente. En condiciones de O_2 y N_2 . En presencia y ausencia de iones $Fe(II)$. Los recuadros I, II, III, y IV muestran un acercamiento de los datos que corresponden a las ventanas de frecuencias altas y medias de cada espectro experimental.

La Figura 21b muestra el espectro EIS obtenido para el efecto que genera el SDS sobre la combinación E/CS en O_2 , también conocido como proceso sono electro-Fenton. Mientras que la Figura 21a muestra el diagrama de Nyquist obtenido para el efecto del surfactante SDS sobre el proceso también conocido como oxidación sono-electroquímica. Por su parte, la Figura 21 c y d, muestran los espectros EIS obtenidos para el efecto que genera el SDS sobre

la combinación E/CS , en sistemas que evolucionan en ausencia de O_2 , en presencia y ausencia de iones $Fe(II)$. Los resultados obtenidos demostraron que la cavitación sónica en presencia del surfactante SDS, cambia dramáticamente la respuesta de impedancia de la interfaz. Es preciso notar, la formación de un bucle en la región de altas frecuencias para la mayoría de los experimentos EIS asistidos por cavitación. Mismo que está ausente cuando no se aplica ultrasonido (Figura 20b). El cual podría tener lugar debido al ambiente altamente oxidante generado por la interacción E/CS , y por los efectos de la cavitación sónica. Sin embargo, los resultados obtenidos también revelaron la formación de un semicírculo en la región de bajas frecuencias para la mayoría de los experimentos EIS que contuvieron SDS, el cual también está ausente cuando no hay surfactante disuelto en la solución (Figura 17). Esta observación sugiere, que a pesar de haber un ambiente altamente oxidante generado para la interacción E/CS , la presencia del surfactante SDS podría estar dificultando la difusión de iones a través de la interfaz.

Sin embargo, con el fin de comprender mejor el efecto que genera el SDS durante la decoloración del tinte AZM al aplicar un campo eléctrico solo y en combinación con el proceso de cavitación sónica; Se realizó el ajuste computacional de los espectros EIS mostrados en las Figuras 20 y 21, empleando el circuito eléctrico equivalente mostrado en la Figura 18.

6.4.1 Análisis de los resultados obtenidos del ajuste computacional de los experimentos EIS. Obtenidos de estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM al aplicar un campo eléctrico, solo y en combinación con el proceso de cavitación sónica.

Las Tablas 8 y 9 muestran los valores ajustados de los experimentos EIS, mostrados en las Figuras 20 y 21. Cuando se evaluó el efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM. Al aplicar un campo eléctrico, solo, y en combinación con el proceso CS.

El análisis de los resultados, obtenidos de polarizar el electrodo de fieltro de carbono a un potencial de reducción de O_2 vía $2e^-$, en un entorno libre de cavitación (Tabla 8); reveló que el elemento eléctrico R_1 se caracterizó por presentar valores en el mismo orden de magnitud para todas las combinaciones experimentales empleadas. Esta observación sugiere que la presencia del surfactante SDS, los iones $Fe(II)$ y las moléculas de O_2 no afecta significativamente a la resistencia que describe el transporte de masa en el seno de la solución.

Tabla 8. Valores ajustados de los experimentos EIS. Obtenidos de estudiar el efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del AZM. Aplicando un campo eléctrico (E). En presencia y ausencia de iones $Fe(II)$.

Elemento eléctrico	SDS en E (O_2 , sin Fe)	SDS en E (O_2 , con Fe)	SDS en E (N_2 , sin Fe)	SDS en E (N_2 , con Fe)
R_1 (Ω)	4.37±0.02	4.41±0.01	3.85±0.01	3.16±0.14
R_p (Ω)	3.57±0.05	1.83±0.01	11.28±0.29	33.42±0.80
R_C (Ω)	149.4±2.18	56.87±3.8E-4	212.60±5.75	483.80±2.89
C_A (F)	0.01±2.63E-4	0.01±9.0E-5	0.02±3.4E-4	0.02±2.9E-4
E_C	0.93±4.87E-3	1.25±0.08	0.62±0.01	1.24±0.01
R_2 (Ω)	21.88±1.52	17.10±0.25	96.66±1.72	51.14±2.33
C_1 (F)	0.01±1.6E-4	0.02±2.5E-4	0.01±2.2E-4	3.8E-4±8.7E-6
X^2	0.01	1.0E-4	0.4E-4	0.36E-3

Por otro lado, los resultados obtenidos también revelaron cambios significativos en los valores de la resistencia R_C , que describe la transferencia de carga en la interfaz electrodo/solución. Se puede notar que en ausencia de O_2 , la presencia del SDS en la solución aumenta sustancialmente los valores de la resistencia R_C , en comparación con los valores de R_C mostradas en la Tabla 4 (mismas condiciones sin SDS). Es preciso notar que en ausencia de eventos de RRO, en una solución que contuvo $Fe(II)$, el valor de la resistencia R_C es igual a 90Ω (Tabla 4), Sin embargo, al agregar surfactante a la solución bajo las mismas condiciones experimentales (Tabla 8), el valor de la resistencia R_C incrementa 5.37 veces.

Alcanzado un valor de 483.80Ω . Estos resultados, por un lado, respaldan la formación de un complejo entre las moléculas del tinte, el SDS y el Fe (II); lo que se ve reflejado en un aumento en los valores de la resistencia R_C . Por el otro lado, sugieren que el efecto del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM al emplear un campo eléctrico, sucede principalmente en la interfaz electrodo/solución.

En presencia de O_2 , la polarización del electrodo utilizando una solución de AZM con SDS, resultó en una resistencia R_C igual a 149.4Ω , la cual disminuyó 2.66 veces al agregar iones Fe(II) a la solución, alcanzando un valor igual a 56.87Ω (Tabla 8). Esta observación sugiere que, a pesar de que la presencia del surfactante SDS tiende a formar un complejo con el Fe(II). El ion Fe(II) puede seguir reaccionando con las especies reactivas del oxígeno electro generadas durante la RRO vía $2e^-$. Sin embargo, al comparar los resultados de los valores de R_C mostrados en Tabla 8 con los de la Tabla 4 (mismas condiciones sin SDS), podemos notar que la presencia del SDS disuelto en la solución, aumenta de manera general el valor del elemento R_C , que describe la resistencia a la transferencia de carga en la interfaz electrodo/solución. Lo cual sugiere la formación de una capa pasiva en la superficie del electrodo, reduciendo de esta forma el rendimiento del electrodo. Esta observación es consistente con los resultados de decoloración de AZM mostrados en la Figura 19a, donde la presencia del SDS redujo hasta 15 % el rendimiento de decoloración del tinte al emplear el proceso EF.

Por otro lado, la Tabla 9 muestra los resultados obtenidos del ajuste computacional de los experimentos EIS, mostrados en la Figura 21. Cuando se evaluó el efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del AZM al emplear un campo eléctrico en combinación con el proceso de cavitación sónica. Donde los resultados obtenidos revelaron que los valores de los elementos eléctricos R_1 , y R_p se caracterizaron por estar en el mismo orden de magnitud. Lo que sugiere que la presencia del SDS y la cavitación sónica no afectan significativamente a la resistencia que describe el transporte de masa en el seno de la solución, ni a la resistencia que describe a la difusión de iones en la solución electrolítica y que después penetra en los poros del electrodo de fieltro de carbono.

Por otro lado, la polarización de electrodo en un entorno de cavitación resultó, para todas las combinaciones empleadas, en un decremento dramático en los valores de los elementos eléctricos R_C y C_A (Tabla 9), con respecto a los resultados mostrados en la Tala 8 (mismas condiciones sin cavitación). Lo que sugiere que los efectos de la cavitación sónica en presencia de SDS, suceden principalmente en la interfaz electrodo/solución.

Tabla 9. Valores ajustados de los experimentos EIS. Obtenidos de estudiar el efecto que genera el surfactante SDS en la decoloración del AZM. Aplicando un campo eléctrico (E) en combinación con el proceso de cavitación sónica (CS). En condiciones de O_2 y N_2 . En presencia y ausencia de iones Fe(II)

Elemento eléctrico	SDS en E/CS (O_2 , sin Fe)	SDS en E/CS (O_2 , con Fe)	SDS en E/CS (N_2 , sin Fe)	SDS en E/CS (N_2 , con Fe)
R_1 (Ω)	3.64±0.10	4.36±0.19	3.74±0.14	4.63±0.23
R_p (Ω)	2.05±0.19	7.01±0.19	3.57±0.18	14.55±0.47
R_C (Ω)	35.37±3.77	33.71±3.02	11.70±0.98	62.70±3.61
C_A (F)	1.6E-3±0.01	4.0E-3±1.5E-3	0.001±9.2E-4	0.002±
E_C	0.67±0.04	1.04±0.04	1.50±0.02	1.28±0.07
R_2 (Ω)	3.79±0.41	13.87±0.84	247.7±11.33	35.17±2.26
C_1 (F)	0.01±5.4E-4	4.1E-3±2.8E-4	0.01±1.03E-6	6.6E-3±5.7E-4
X^2	2.7E-3	9.9E-3	0.09	0.02

En ausencia de O_2 , por otra parte, la combinación del campo eléctrico con la CS en una solución que contuvo SDS, resultó en un valor de R_C igual a 11.70 Ω . Posteriormente, al agregar Fe(II) a la solución, el valor de R_C aumentó hasta un valor de 62.70 Ω . Lo que indica que los iones Fe(II) no reaccionaron debido a la ausencia de eventos de reducción de O_2 .

Por otra parte, en condiciones de O_2 , la polarización del electrodo en un entorno de cavitación que contuvo una solución con SDS, resultó un valor de R_C igual a 35.77 Ω . Al agregar iones Fe(II) a la solución, la resistencia R_C resultó en un valor similar que el anterior, el cual fue igual a 33.71 Ω . Lo cual resulta interesante debido a que en ausencia de SDS (Tabla 5), el valor de R_C resulta en un decremento substancial al agregar Fe(II) a la solución. Esta

observación, respalda la formación de un complejo entre el SDS y el Fe(II), lo cual podría estar dificultando la activación de catalizador. Estos resultados son consistentes con los resultados de decoloración mostrados en la figura 19e, donde la combinación del campo eléctrico con la CS aplicados a una solución de AZM que contuvo SDS saturada en O₂; resultó en dos pendientes de decoloración bastante similares, a pesar de haber Fe(II) disuelto en la solución.

7.0 CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos de los experimentos de decoloración de azul de metileno donde se empleó un campo eléctrico y el proceso de cavitación sónica, en pruebas individuales (Figura 15 a, b, c y d) y después en combinación (Figura 15 e y f); revelaron que al combinar el *E* con la CS para el tratamiento de AZM, no solo se alcanzó el 100% de la decoloración del tinte en un tiempo razonable, sino que adicionalmente, la velocidad de la decoloración ($8.22 \times 10^{-1} \text{ min}^{-1}$) fue substancialmente más alta que las registradas en las pruebas individuales (Tabla 2).

Los resultados obtenidos de analizar el grado de sinergia (Tabla 3) de la combinación *E/CS* en condiciones de O_2 y N_2 , en presencia y ausencia de iones Fe(II) ; demostraron que el efecto que caracteriza la interacción *E/CS*, es un efecto de carácter sinérgico, para todas las combinaciones empleadas.

Los resultados obtenidos de los experimentos EIS, por otro lado, revelaron que el efecto sinérgico observado en la decoloración del tinte, al combinar el campo eléctrico con la cavitación sónica; tiene su origen en la agitación localizada generada por los puntos de implosión de las micro burbujas de cavitación inducidas por el ultrasonido. Y que, como era de esperarse, este efecto se produce principalmente en la interfaz electrodo/solución.

Finalmente, los resultados de los experimentos EIS, obtenidos de estudiar el efecto que genera la presencia del surfactante SDS en la decoloración del tinte AZM, al aplicar un campo eléctrico y cavitación sónica en pruebas individuales y en combinación, revelaron que la presencia del surfactante SDS tiende a aumentar substancialmente la resistencia a la transferencia de carga asociada a la interfaz electrodo/solución. Lo que en consecuencia genera, por una parte, una disminución substancial en la constante de la velocidad de la decoloración del tinte (Tabla 6), para todas las combinaciones empleadas, y por la otra, una disminución de hasta el 8.6% en el efecto sinérgico observado en la decoloración del AZM, (Tabla 7).

8.0 Referencias

- Alonso-Vante, N. (2002). *Electroquímica y electrocatálisis. Materiales: aspectos fundamentales y aplicaciones* (Vol. 1).
- Ai, Z., Li, J., Zhang, L., y Lee, S. (2010). Rapid decolorization of azo dyes in aqueous solution by an ultrasound-assisted electrocatalytic oxidation process. *Ultrasonics Sonochemistry*, 17, 370-375.
- Ameta, R., Kumar, A., Punjabi, P., y Ameta, S. (2013). *Advanced Oxidation Processes: Basics and Applications in Waste Water Treatment: Advanced Processes and Technologies*. Londres: IWA & CRC Press.
- Ameta, S. (2018). Introduction. *Advanced Oxidation Processes for Waste Water Treatment*.
- Banda-Aleman, J. (2015). *Detección amperométrica altamente selectiva de ácido úrico en suero sanguíneo mediante electrodos de carbón vítreo modificados con nanopartículas de oro recubiertas con cisteamina y dendrímeros de poli(amidoamina) generación 4.5*. Tesis Doctoral, Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica.
- Beunier, L., Epelboin, I., Lestrade, J., y Takenouti, H. (1976). Etude electrochimique, et par microscopie electronique a balayage, du fer recouvert de peinture. *Surface Technology*, May, Pages, 3, 237-254.
- Bhat, A. P., y Gogate, P. R. (2021). Degradation of nitrogen-containing hazardous compounds using advanced oxidation processes: A review on aliphatic and aromatic amines, dyes, and pesticides. *Journal of Hazardous Materials*, 403(123657).
- Bisquert, J., Garcia-Belmonte, G., Fabregat-Santiago, F., y Compte, A. (1999). Anomalous transport effects in the impedance of porous film electrodes. *Electrochemistry Communications*, 1, 429-435.
- Brillas, E., Baños, M., Skoumal, M., Cabot, P., Garrido, J., y Rodríguez, R. (2007). Degradation of the herbicide 2,4-DP by anodic oxidation, electro-Fenton and photoelectro-Fenton using platinum and boron-doped diamond anodes. *Chemosphere*, 68, 199-209.
- Brillas, E., Ignasi, S., y Oturan, M. A. (2009). Electro-Fenton Process and Related Electrochemical Technologies Based on Fenton's Reaction Chemistry. *Chemical Reviews*, 109, 6570-6631.

- Cedeño-Vente, M., Manríquez, J., Mondragon-Rodríguez, G., Camacho, N., Gómez-Ovalle, A., Gonzalez-Carmona, J., Espinosa-Arbelaez, D. (2021). Application of a transmission line model to evaluate the influence of structural defects on the corrosion behavior of arc-PVD CrN coatings. *Ceramics International* , 47, 20885–20899.
- Chen, W., y Huang, C. (2014). Decomposition of nitrotoluenes in wastewater by sonoelectrochemical and sonoelectro-Fenton oxidation. *Ultrasonics Sonochemistry Volume* , 21, 840-845.
- Chennah, A., Anfar, Z., Amaterz, E., Taoufyq, A., Bakiz, B., Bazzi, L., Benlhachemi, A. (2020). Ultrasound-assisted electro-oxidation of Methylene blue dye using new Zn₃(PO₄)₂ based electrode prepared by electro-deposition. *Materials Today: Proceedings*, 22, 32–34.
- Choi, H., Jeong, S.-W., y Chung, Y.-J. (2006). Enhanced anaerobic gas production of waste activated sludge pretreated by pulse power technique. *Bioresource Technology*, 97, 198-203.
- Dharwal, M., Parashar, D., Shehu-Shuaibu, M., Garba-Abdullahi, S., Abubakar, S., y Baba-Bala, B. (Noviembre de 2020). Water pollution: Effects on health and environment of Dala LGA, Nigeria. *Materials Today: Proceedings*, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.10.496>.
- Fajardo, A. S., Seca, H. F., Martins, R. C., Corceiro, V. N., Freitas, I. F., Quinta-Ferreira, M. E., y Quinta-Ferreira, R. M. (2017). Electrochemical oxidation of phenolic wastewaters using a batch-stirred reactor with NaCl electrolyte and Ti/RuO₂ anodes. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 180-189.
- Ghanbari, F., Hassani, A., Waclawek, S., Wang, Z., Matyszczyk, G., Lin, K.-Y., y Dolatabadi, M. (2021). Insights into paracetamol degradation in aqueous solutions by ultrasound-assisted heterogeneous electro-Fenton process: Key operating parameters, mineralization and toxicity assessment. *Separation and Purification Technology*, 266(118533).
- Ghanbari, F., Zirrahi, F., Lin, K., Kakavandi, B., y Hassani, A. (2020). Enhanced electro-peroxone using ultrasound irradiation for the degradation of organic compounds: A comparative study. *Journal of Environmental Chemical Engineering* , 8, 104167.

- González-García, J., Banks, C., Šljukić, B., y Compton, R. (2007). Electrosynthesis of hydrogen peroxide via the reduction of oxygen assisted by power ultrasound. *Ultrasonics Sonochemistry*, *14*, 405–412.
- Hassani, A., Malhotra, M., Karim, A., Krishnan, S., y Nidheesh, P. (2022). Recent progress on ultrasound-assisted electrochemical processes: A review on mechanism, reactor strategies, and applications for wastewater treatment. *Environmental Research*, *205*(2022), 112463.
- Henglein, A. (1987). Sonochemistry – historical developments and modern aspects. *Ultrasonics*(25), 6-16.
- Hua, I., y Hoffmann, M. (1997). Optimization of ultrasonic irradiation as an advanced oxidation technology . *Environ. Sci. Technol.* , *31*.
- Huang, Y., Zhou, T., Wu, X., y Mao, J. (2017). Efficient sonoelectrochemical decomposition of sulfamethoxazole adopting common Pt/graphite electrodes: The mechanism and favorable pathways. *Ultrasonics Sonochemistry*, *38*, 735–743.
- Iglesias, P. (2014). *Diseño, montaje y caracterización de baños ultrasónicos*. Tesis, UNIVERSIDAD POLITECNICA DE VALENCIA, ESCUELA POLITECNICA SUPERIOR DE GANDIA, Valencia.
- Isarain-Chávez, E., Rosa, C. d., Luis A. Godinez., Brillas, E., y Peralta-Hernández, J. M. (2014). Comparative study of electrochemical water treatment processes for a tannery wastewater effluent. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, *713* , 62–69.
- Jung, K.-W., Hwang, M.-J., Cha, M.-J., y Ahn, K.-H. ((2015)). Application and optimization of electric field-assisted ultrasonication for disintegration of waste activated sludge using response surface methodology with a box behnken design. *Ultrasonics Sonochemistry*, *437–445*, 437–445.
- Karim, A., y Shriwastav, A. (2020). Degradation of ciprofloxacin using photo, sono, and sonophotocatalytic oxidation with visible light and low-frequency ultrasound: Degradation kinetics and pathways. *Chemical Engineering Journal*, *15*(124853).
- Karim, A., y Shriwastav, A. (September de 2021). Degradation of amoxicillin with sono, photo, and sonophotocatalytic oxidation under low-frequency ultrasound and visible light Author links open overlay panel. *Environmental Research*, *200*(111515).

- Keswani, M., Raghavan, S., y Deymier, P. (2013). Effect of non-ionic surfactants on transient cavitation in a megasonic field. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20, 603–609.
- Kurzweil, P. (2015). Electrochemical Double-layer Capacitors. En P. Kurzweil, *Electrochemical Energy Storage for Renewable Sources and Grid Balancing* (págs. 345-407). Germany.
- Lifka, J., Ondruschka, B., y Hofmann, J. (2003). Review - the use of ultrasound for the degradation of pollutants. *Eng. Life Sci.*, 3.
- Lim, M., Son, Y., y Khim, J. (2011). Frequency effects on the sonochemical degradation of chlorinated compounds. *Ultrasonics Sonochemistry*(18), 460-465.
- Lim, M., Son, Y., y Khim, J. (2011). Frequency effects on the sonochemical degradation of chlorinated compounds. *Ultrasonics Sonochem*, 18.
- Lin, J., Hu, C., y Lo, S. (2016). Effect of surfactants on the degradation of perfluorooctanoic acid (PFOA) by ultrasonic (US) treatment. *Ultrasonics Sonochemistry* , 28, 130–135.
- Mahmoudi, N., Farhadian, M., Solaimany-Nazar, A. R., Eskandari, P., y Esfahani, K. N. (2021). Investigation and optimization of the performance of sono-photo-electro-Fenton process for removal of Acid Black 172 and Disperse Blue 56 from polluted water: comparison of the degradation activity with electro-Fenton-based processes. *International Journal of Environmental Science and Technology*(19), 1671–1682.
- Makino, K., Mossoba, M., y Riesz, P. (1983). Chemical effects of ultrasound on aqueous solutions formation of hydroxyl radicals and hydrogen atoms. *J. Phys. Chem*, 87, 1369–1377.
- Mason, T., y Pétrier, C. (2004). Ultrasound processes: Advanced Oxidation Processes for Water and Wastewater Treatment.
- Merouani, S., Ferkous, H., Hamdaoui, O., Rezgui, Y., y Guemini, M. (2015). New interpretation of the effects of argon-saturating gas toward sonochemical reactions. . *Ultrasonics Sonochem.*, ., 23.
- Moradi, S. (2014). Microwave assisted preparation of sodium dodecyl sulphate (SDS) modified ordered nanoporous carbon and its adsorption for MB dye. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* , 20, 208–215.
- Muthupandian, A. (2011). The characterization of acoustic cavitation bubbles – An overview. *Ultrasonics Sonochemistry*, 18, 864–872.

- Nair, K., Kumaravel, V., y Pillai, S. C. (2021). Carbonaceous cathode materials for electro-Fenton technology: Mechanism, kinetics, recent advances, opportunities and challenges. *Chemosphere*, 269(129325).
- Nidheesh, P., y Gandhimathi, R. (2012). Trends in electro-Fenton process for water and wastewater treatment: An overview. *Desalination*, 299, 1–15.
- Oturan, M., Sirés, I., Oturan, N., Pérocheau, S., Laborde, J., y Trévin, S. (2008). Sonoelectro-Fenton process: A novel hybrid technique for the destruction of organic pollutants in water. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 624, 329-332.
- Parsons, S., y Williams, M. (2004). *Advanced Oxidation Processes for Water and Wastewater Treatment*.
- Patidar, R., y Srivastava, V. C. (2020). Mechanistic insight into ultrasound-induced enhancement of electrochemical oxidation of ofloxacin: Multi-response optimization and cost analysis. *Chemosphere*, 257(127121).
- Peralta-Hernandez, J., Meas-Vong, Y., Rodriguez, F. J., Chapman, T. W., Maldonado, M. I., y Godínez, Luis A. (2008). Comparison of hydrogen peroxide-based processes for treating dye-containing wastewater: Decolorization and destruction of Orange II azo dye in dilute solution. *Dyes and Pigments*, 76, 656-662.
- Pollet, B., y Ashokkumar, M. (2019). *Introduction to Ultrasound, Sonochemistry and Sonoelectrochemistry*. Springer.
- Poza-Nogueiras, V., Rosales, E., Pazos, M., y Sanromán, M. (June de 2018). Current advances and trends in electro-Fenton process using heterogeneous catalysts – A review. *Chemosphere*, 201, 399-416.
- Radi, M., Nasirizadeh, N., Mirjalili, M., y Moghadam, M. (2019). Ultrasound-assisted electrochemical decolorization of anthraquinone dye C.I Reactive Blue 49, its optimization and synergic effect: a comparative study. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 16, 2455–2464.
- Salazar-López, M., Robles, I., Martínez, R., Banda-Alemán, J., Manríquez, J., García-Espinoza, J., y Godínez, Luis A. (2023). Surface oxidation pre-treatment on activated carbon: Effect on its cathode performance in electro-Fenton processes. *Materials Today Communications*, 34, 105290.

- Shestakova, M., Vinatoru, M., Mason, T., y Sillanpää, M. (2015). Sonoelectrocatalytic decomposition of methylene blue using Ti/Ta₂O₅-SnO₂ electrodes. *Ultrasonics Sonochemistry*, *23*, 135–141.
- Sirés, I., Brillas, E., Oturan, M., Rodrigo, M., y Panizza, M. (2014). Electrochemical advanced oxidation processes: today and tomorrow. A review. *Environmental Science and Pollution Research*, *21*, 8336-8367.
- Son, Y., Lim, M., Khim, J., y Ashokkumar, M. (2012). Acoustic emission spectra and sonochemical activity in a 36 kHz sonoreactor. *Ultrasonics Sonochemistry*, *19*, 16–21.
- Song, G., Du, X., Zheng, Y., Su, P., Tang, Y., y Zhou, M. (2022). A novel electro-Fenton process coupled with sulfite: Enhanced Fe³⁺ reduction and TOC removal. *Journal of Hazardous Materials*, *422*, 126888.
- Suty, H., De Traversay, C., y Coste, M. (2003). Applications of advanced oxidation processes: present and future. *Proceedings of the 3rd Conference on Oxidation Technologies for Water and Wastewater Treatment*, (págs. 18-22).
- Thompson, L., y Doraiswamy, L. (1999). Sonochemistry: science and engineering. *Ind. Eng. Chem. Res.*(38).
- Torres-Palma, R., & Serna-Galvis, E. (2018). Advanced Oxidation Processes for Waste Water Treatment: Sonolysis.
- Torres-Palma, R., Gibson, J., Droppo, I., Seto, P., y Farnood, R. (2017). Surfactant-Assisted Sono-breakage of Wastewater Particles for Improved UV Disinfection. *Water Air Soil Pollu*, DOI 10.1007/s11270-017-3283-y.
- Tran, N., Drogui, P., Brar, S., y De-Coninck, A. (2017). Synergistic effects of ultrasounds in the sonoelectrochemical oxidation of pharmaceutical carbamazepine pollutant. *Ultrasonics Sonochemistry*, *34*, 380–388.
- Trellu, C., Oturan, N., Keita, F., Fourdrin, C., Péchaud, Y., y Oturan, M. (2018). Regeneration of Activated Carbon Fiber by Electro-Fenton Process . *Environmental Science and Technology*, *52*, 7450-7457.
- Xie, F., Xu, Y., Xia, K., Jia, C., y Zhang, P. (2016). Alternate pulses of ultrasound and electricity enhanced electrochemical process for p-nitrophenol degradation. *Ultrasonics Sonochemistry*, *28*, 199-206.

- Yang, B., Zuo, J., Li, P., Wang, K., Yu, X., y Zhang, M. (2016). Effective ultrasound electrochemical degradation of biological toxicity and refractory cephalosporin pharmaceutical wastewater. *Chemical Engineering Journal* , 287, 30–37.
- Yang, B., Zuo, J., Tang, X., Liu, F., Yu, X., Tang, X., Gan, L. (2014). Effective ultrasound electrochemical degradation of methylene blue wastewater using a nanocoated electrode. *Ultrasonics Sonochemistry*, 21, 1310-1317.

Anexo A

Voltamperometría cíclica de la solución AZM.

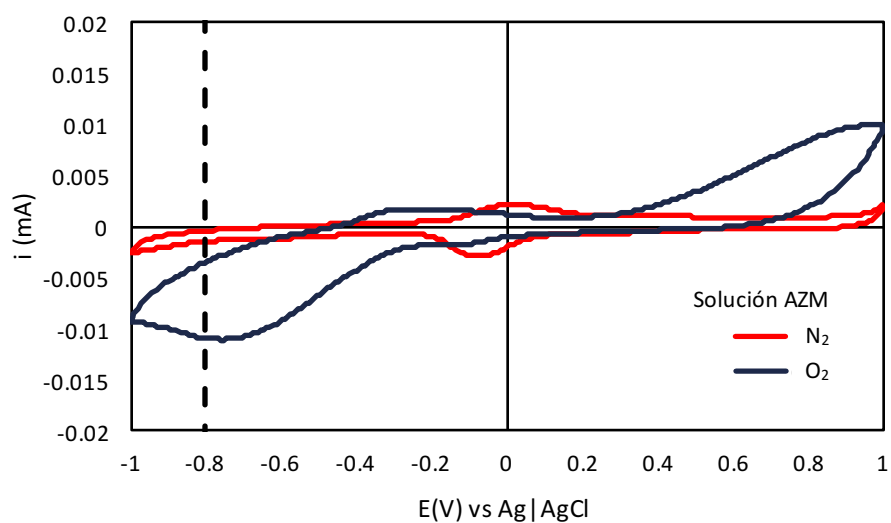


Figura 22. VC de la solución electrolítica de AZM de pH3 que contiene 0.1 M de K_2SO_4 y 20 μM de azul de metileno. La cual fue saturada en O_2 (—) o N_2 (—) durante 20 min. Ventana de exploración $1.0V S^{-1}$. Empleando un cátodo de fieltro de carbono.

Voltamperometría cíclica de la solución AZM con Fe(II)

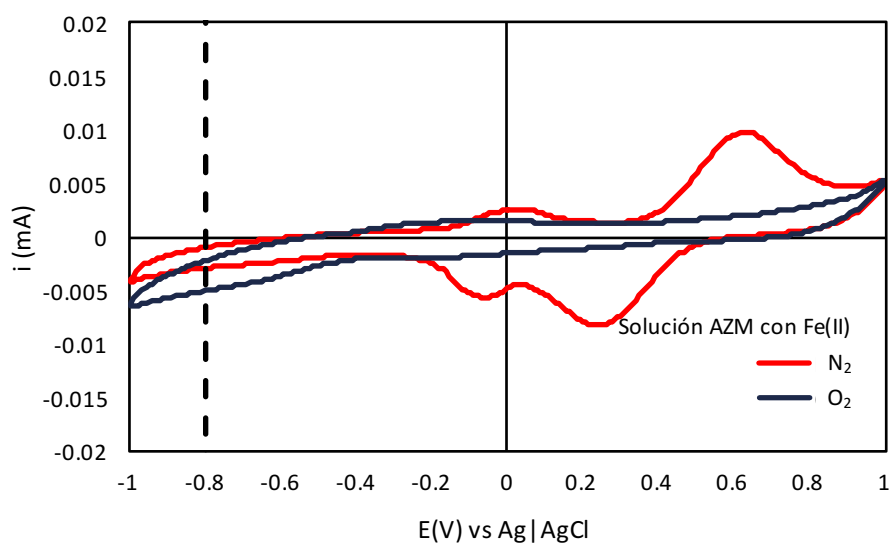


Figura 23. VC de la solución electrolítica de AZM de pH3 que contiene 0.1 M de K_2SO_4 , 0.3mM de $FeSO_4$ y 20 μ M de azul de metileno. La cual fue saturada en O_2 (—) o N_2 (—) durante 20 min. Ventana de exploración $1.0V S^{-1}$. Empleando un cátodo de fieltro de carbono.

Anexo B

Voltamperometría cíclica de la solución AZM con SDS

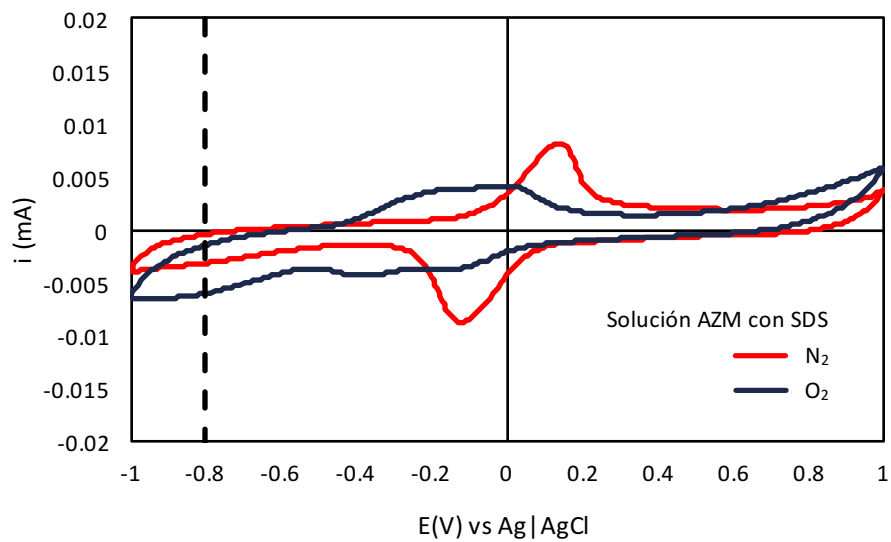


Figura 24. VC de la solución electrolítica de AZM de pH3 que contiene 0.1 M de K_2SO_4 , 2.0mM de $NaC_{12}H_{25}SO_4$ y 20 μ M de azul de metileno. La cual fue saturada en O_2 (—) o N_2 (—) durante 20 min. Ventana de exploración $1.0V S^{-1}$. Empleando un cátodo de fieltro de carbono.