

ESTUDIO DE LA VIABILIDAD DEL USO DE CARBÓN ACTIVADO DE RESIDUOS AGROINDUSTRIALES EN UN FILTRO ELECTRO-FENTON COMO ALTERNATIVA AL CARBÓN ACTIVADO COMERCIAL PARA EL TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL TEXTIL

Feasibility study of the use of activated carbon from agroindustrial waste in an electro-Fenton filter as an alternative to commercial activated carbon for the treatment of textile wastewater

Nancy F. VÁSQUEZ-GÓMEZ¹, Rodrigo J. MARTÍNEZ¹, Jorge A. BANDA-ALEMÁN¹,
Fabricio ESPEJEL-AYALA¹, Josué D. GARCÍA-ESPINOZA², Luis A. GODÍNEZ² e Irma ROBLES^{1*}

¹ Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Parque Tecnológico Querétaro s/n, Sanfandila, 76703 Pedro Escobedo, Querétaro, México.

² Centro de Investigación en Química para la Economía Circular (CIQEC), Facultad de Química, Universidad Autónoma de Querétaro, Centro Universitario, 76010 Querétaro, Querétaro, México.

*Autora para correspondencia: irobles@cideteq.mx

(Fabricio Espejel y Reyna García, Editores)

(Recibido: enero de 2022; aceptado: marzo de 2023)

Palabras clave: residuos orgánicos, material carbonáceo, regeneración electroquímica, lecho empacado, industria textil.

RESUMEN

El presente trabajo se enfocó a analizar la factibilidad de implementar carbones activados fabricados con residuos agroindustriales en un dispositivo electroquímico filtrante. El dispositivo consta de un reactor a escala de laboratorio de 90 mL empacado con carbón activado y se utilizó azul brillante FCF (AB) como contaminante modelo. Se evaluaron tres variables mediante un diseño factorial completo: precursor del carbón activado: cáscara de naranja o borra de café; modo de operación del reactor: continuo o por lotes; tipo de proceso electroquímico: electro-Fenton o electrooxidación. Las condiciones óptimas consistieron en utilizar carbón activado de cáscara de naranja y operar el proceso en continuo mediante electro-Fenton, las cuales redujeron la concentración de colorante en 40 % tras 180 min de operación. Se validaron estas condiciones en un dispositivo a escala prototipo de 425 mL tanto para el AB como en agua residual proveniente de una planta textil. Para esta última, la variable de respuesta evaluada fue la disminución de carbono orgánico total. Los resultados para el AB muestran más del 60 % de eficiencia al usar el colorante; sin embargo, la concentración de carbono orgánico total del agua residual se mantuvo constante, lo cual indica que el dispositivo aún requiere estudios complementarios para ser implementado utilizando carbones activados de origen agroindustrial.

Key words: organic waste, carbonaceous material, electrochemical regeneration, packed bedding, textile industry.

ABSTRACT

This work examined the feasibility of using activated carbon derived from agroindustrial waste in an electrochemical filtering device. The device consists of a 90 mL packed reactor. Dye brilliant blue (AB, in Spanish) for coloring food was used as a model contaminant. Three variables were evaluated using a full factorial design: activated carbon precursor: orange peel or spent-coffee ground; reactor operation mode: continuous or batch; and electrochemical process: electro-Fenton or electro-oxidation. The optimal conditions (orange peel, continuous, and electro-Fenton) reduced the dye concentration by 40% after 180 min. These conditions were scaled to a 425 mL reactor using AB and wastewater from a textile factory. The device reduced the AB concentration by up to 60%; nevertheless, the total organic carbon for the wastewater remained the same. These results suggest that the device needs further studying for real applications.

INTRODUCCIÓN

El carbón activado es un excelente captador de contaminantes por sus propiedades adsorbentes. Por ello este material es ampliamente utilizado en sistemas de filtración (Ahmad et al. 2014, Gwenzi et al. 2017, Rodríguez-Narváez et al. 2019, Du et al. 2020). De manera general poseen áreas superficiales grandes y capacidades de adsorción de colorantes de hasta 900 mg/g. El carbón activado posee una conductividad eléctrica baja ($< 0.25 \Omega/\text{cm}$) que puede aprovecharse en la fabricación de electrodos porosos utilizados en sistemas electroquímicos de degradación de contaminantes (Areir et al. 2017, Gu et al. 2017, Zárate-Guzmán et al. 2018). En este sentido, Robles et al. (2020a) desarrollaron un sistema electroquímico empacado con carbón activado de origen comercial, operado por lotes. Este consistió en dirigir el flujo en ambos sentidos del dispositivo, con periodos alternados de imposición de polaridad y recirculación del caudal. Este dispositivo promueve la producción de peróxido de hidrógeno in situ por la reducción de oxígeno en el cátodo. El peróxido, a su vez, reacciona con hierro suministrado mediante resinas de intercambio iónico para generar especies oxidantes capaces de degradar u oxidar especies contaminantes en la superficie del carbón activado (Robles et al. 2020a); esta es la conocida reacción de Fenton. Cuando hay ausencia de hierro en el sistema, el proceso se conoce como electrooxidación. En este caso, el sistema recibe la imposición de potencial y el efecto de decoloración se asocia únicamente con una oxidación electroquímica.

Aunque existe una amplia variedad de carbones activados disponibles, la gran mayoría son de origen mineral (Rafatullah et al. 2010), por lo que destaca la creciente oportunidad de elaborarlo a partir de

residuos agroindustriales. Esto, con el objetivo de promover el aprovechamiento de los residuos orgánicos y contribuir al cuidado del medio ambiente, particularmente para evitar la proliferación de plagas y la formación de lixiviados.

A nivel mundial, México es líder en el procesamiento agroindustrial del café y la naranja, de acuerdo con lo reportado por la Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural (SAGARPA) en 2015, en México se produjeron 4.5 millones de sacos de café y 4.6 millones de toneladas de naranja (Mejías-Brizuela et al. 2016). Sin embargo, estas agroindustrias se encuentran entre las que generan mayor cantidad de residuos debido a los bajos porcentajes de aprovechamiento de la materia prima (Mejías-Brizuela et al. 2016). En el caso del café sólo se aprovecha económicamente el grano, lo que corresponde a un 10 % del peso del fruto fresco. En cuanto a la naranja, la agroindustria juguera sólo aprovecha el 40 % del fruto. Esto indica que, del peso total del fruto, el 90 % en el caso del café y el 60 % en el caso de la naranja corresponden a residuos (Barragán-Huerta et al. 2008). Debido a esto, es conveniente buscar alternativas para el aprovechamiento y valorización de los residuos agroindustriales.

Por lo anterior, se utilizaron residuos agroindustriales de borra de café y cáscara de naranja como materia prima en la fabricación de carbones activados (Tovar et al. 2019, Robles et al. 2020b). Debido al contenido de biomasa lignocelulósica que contienen estos residuos, tienen como particularidad un alto contenido de compuestos orgánicos y bajo contenido de cenizas, características sumamente aprovechables para someter los residuos a mecanismos de activación física o química durante la síntesis (Vidal et al. 2018). Tal como fue reportado por Tovar et al. (2019) y Robles et al. (2020b), los carbones activados de borra de café y cáscara de

naranja poseen capacidades de adsorción de 29 y 2343 mg/g, respectivamente.

Los carbones activados obtenidos se emplearon de manera individual en un filtro de lecho empacado, con el objetivo de evaluar la factibilidad de implementarlos en un sistema electroquímico para el tratamiento de agua. En este sentido, se compararon dos sistemas de degradación y dos modos de operación. La eficiencia de los carbones de cáscara de naranja y de borra de café se estudió mediante la decoloración de azul brillante como colorante modelo. Esta comparación se completó con un análisis estadístico. Finalmente se validó el desempeño del sistema mediante el uso de agua residual proveniente de una industria textil.

MATERIALES Y MÉTODOS

Preparación de carbones activados

Se prepararon dos tipos de carbón activado, utilizando como precursores los residuos agroindustriales de cáscara de naranja y borra de café, en las condiciones reportadas por Tovar et al. (2019) y Robles et al. (2020b). Esos carbones activados fueron utilizados de manera individual para preparar un filtro de lecho empacado, el cual se usó para validar el funcionamiento de los procesos electro-Fenton (EF) y electrooxidación (EO).

Arreglo experimental y análisis estadístico

Con objeto de conocer las condiciones que permiten una mayor eficiencia de decoloración al utilizar el contaminante modelo, se utilizó un diseño factorial 2^3 , cuyos factores, niveles y matriz experimental se describen en el **cuadro I**. Como variables de respuesta se consideraron el porcentaje de decoloración, el pH y la conductividad eléctrica. Los experimentos se realizaron por duplicado y en orden aleatorio (Hinkelmann y Kempthorne 2012, Montgomery 2019).

El desarrollo experimental se llevó a cabo en un sistema como el mostrado en la **figura 1**. Se utilizaron

un reactor de 90 mL de acrílico y azul brillante FCF (*for coloring food*, expresión que se utiliza para diferenciar un colorante de grado alimenticio de otro de uso industrial) como contaminante modelo ($C_{37}H_{34}N_2Na_2O_2S_3$; P.M.: 792.8 g/mol; CAS 3844-45-9; pKa 5.83 y 6.58 en disolución acuosa). En adelante este compuesto se identificará como AB. Finalmente, se utilizó el programa Statgraphics VII para realizar un análisis estadístico y con ello identificar la influencia de los factores en el proceso, así como las mejores condiciones de operación (Tovar et al. 2019, Robles et al. 2020b).

El proceso por lotes consistió en dos pasos sucesivos, el primero de recirculación y el segundo de polarización en modo estático, para invertir posteriormente tanto el paso del flujo como la polarización, con lo que se aseguró la retención de iones de hierro y de protones dentro del sistema, como reportaron Fernández et al. (2018), García-Espinoza et al. (2019) y Robles et al. (2020c). Mientras tanto, el proceso en modo continuo consistió en aplicar de manera continua la polarización y recirculación del sistema. Se consideraron el porcentaje de decoloración, el pH y la conductividad, como variables de respuesta. Adicionalmente, se suministraron 12.15 g de resina cargada con iones de hierro y una diferencia de potencial de 4 V (Robles et al. 2020c), para tratar un volumen de 300 mL de AB a una concentración de 800 mg/L. El flujo se mantuvo constante a razón de 80 mL/min. Para calcular la eficiencia del sistema, se midió la decoloración mediante espectroscopia UV-Visible en espectrofotómetro Genesys 10S, Thermo Scientific, a una longitud de onda de 624 nm. Se monitoreó el porcentaje de decoloración cada 30 min hasta completar 180 min.

Se realizaron experimentos preliminares para determinar la capacidad de adsorción de AB de los carbones activados agroindustriales y de esta manera descartar que la disminución de color se asociara con procesos de adsorción. Para ello se pasó el AB por los carbones activados utilizando el mismo arreglo de la **figura 1**, omitiendo la adición de Fe y la aplicación del potencial.

Como material de referencia se utilizó carbón activado comercial de origen vegetal de la marca Clarimex (área superficial: 1091 m^2/g ; volumen de poro: 1.11 cm^3/g ; tamaño de poro: 4.07 nm, y tamaño de partícula promedio: 1.3 mm), el cual se ha utilizado previamente en estudios de degradación electroquímica (García-Espinoza et al. 2019, 2021, Robles et al. 2020c) y que ha presentado buen desempeño. Los experimentos se realizaron a temperatura ambiente y por duplicado.

CUADRO I. DESCRIPCIÓN DE LOS NIVELES DEL DISEÑO EXPERIMENTAL.

Factores independientes o factores de estudio	Nivel bajo (-)	Nivel alto (+)
Proceso	Continuo	Lotes
Hierro	Sin hierro (electrooxidación)	Con hierro (electro-Fenton)
Tipo de carbón activado	Cáscara de naranja	Borra de café

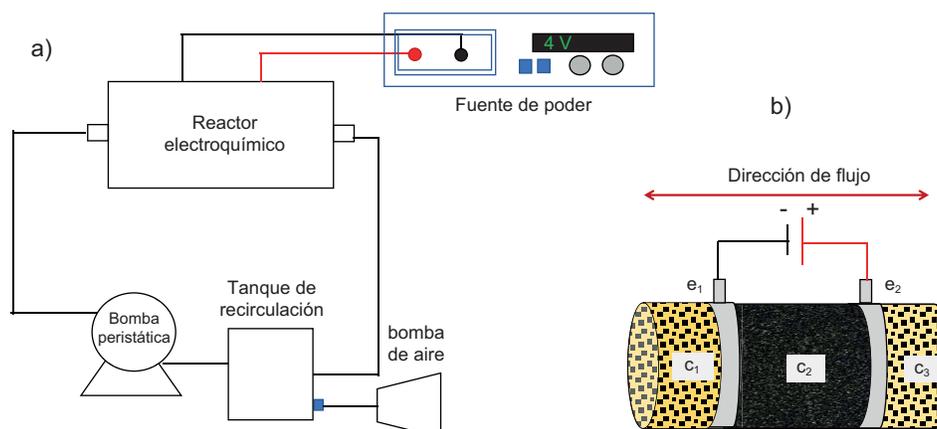


Fig. 1. (a) Arreglo experimental, (b) reactor electroquímico, donde C_1 y C_3 representan componentes para depósito de la resina de intercambio catiónico como fuente de hierro y C_2 empaque para carbón activado. Adaptado de Robles et al. (2020c).

Validación en un dispositivo prototipo

La validación consistió en implementar las condiciones favorables obtenidas a partir del diseño de experimentos. Para ello se utilizó un dispositivo a escala prototipo de 425 mL fabricado en Nylamid, para tratar un volumen de 500 mL de agua contaminada con la molécula modelo, con las condiciones de concentración de AB y flujo mencionadas en la sección anterior. Se validaron los resultados utilizando tanto el carbón activado preseleccionado en el diseño de experimentos como carbón activado vegetal comercial.

Finalmente, se utilizó una muestra compuesta de agua residual obtenida de una planta procesadora de textiles en condiciones de confidencialidad, con el objeto de validar los resultados y comprobar si el empaque de carbón activado de origen agroindustrial es una mejor alternativa comparado con el empaque de carbón activado comercial. En este caso, el pH, la conductividad eléctrica y el porcentaje de disminución de carbono orgánico total (COT) se evaluaron como variables de respuesta utilizando un equipo TOC-LCSN Shimadzu.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Como etapa preliminar, se analizó la capacidad de adsorción de los carbones activados agroindustriales. La captación de AB resultó despreciable, por lo que se descartó algún efecto adsorptivo por parte de estos materiales. De esta manera, la disminución de la concentración del colorante se asoció en adelante con los procesos EF y/o EO. La decoloración se asocia con la degradación del colorante vía

oxidación por efecto de reacciones químicas que ocurren dentro del filtro de lecho empacado, ya sea por ataque de radicales hidroxilos formados por el proceso EF o mediante oxidación directa debido a la diferencia de potencial aplicada (García-Espinoza et al. 2019).

Diseño de experimentos en reactor a escala de laboratorio

La **figura 2** muestra los resultados obtenidos en el proceso de degradación. Se comparan el tipo de proceso en modo por lotes (L) y continuo (C), en presencia de hierro (EF) y en ausencia de hierro (EO). Se observa que el proceso en modo continuo promovió una mayor decoloración del contaminante modelo en comparación con el proceso por lotes. Por otro lado, aunque el proceso EF resultó mejor en ambos casos, no se observó diferencia significativa entre los procesos EF y EO al utilizar cáscara de naranja (**Fig. 2a**), pero sí al usar carbón activado de borra de café (**Fig. 2b**).

Además de dar seguimiento al porcentaje de decoloración, se monitoreó el efecto del pH y de la conductividad eléctrica respecto del tiempo. El comportamiento se puede ver en la **figura 3**. En la **figura 3a** se observa que el pH sufre un cambio marcado respecto al proceso, al utilizar el empaque con cáscara de naranja, lo que se relaciona con lo observado en la **figura 2a**, donde se notó que el proceso en modo continuo propició un mayor efecto en la decoloración del AB.

Adicionalmente, se observó el efecto que se produce en el pH al comparar por tipo de proceso. El modo continuo, que obedece a la recirculación del sistema durante 180 min, resultó en una disminución significativa del pH a partir de los primeros 30 min,

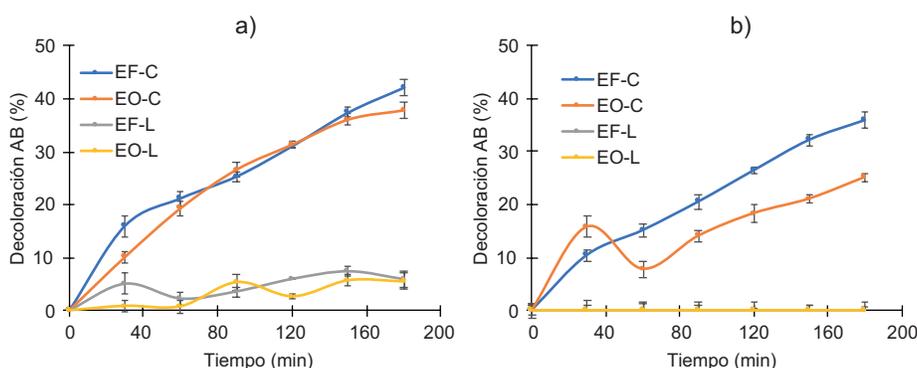


Fig. 2. Comparativo del porcentaje de decoloración durante los procesos electro-Fenton y electrooxidación en modo continuo (EF-C y EO-C), y por lotes (EF-L y EO-L), con empaque de carbón activado de (a) cáscara de naranja y (b) borra de café. En ambos casos, las barras de error se refieren a la desviación estándar entre las mediciones de los datos experimentales. (AB: azul brillante).

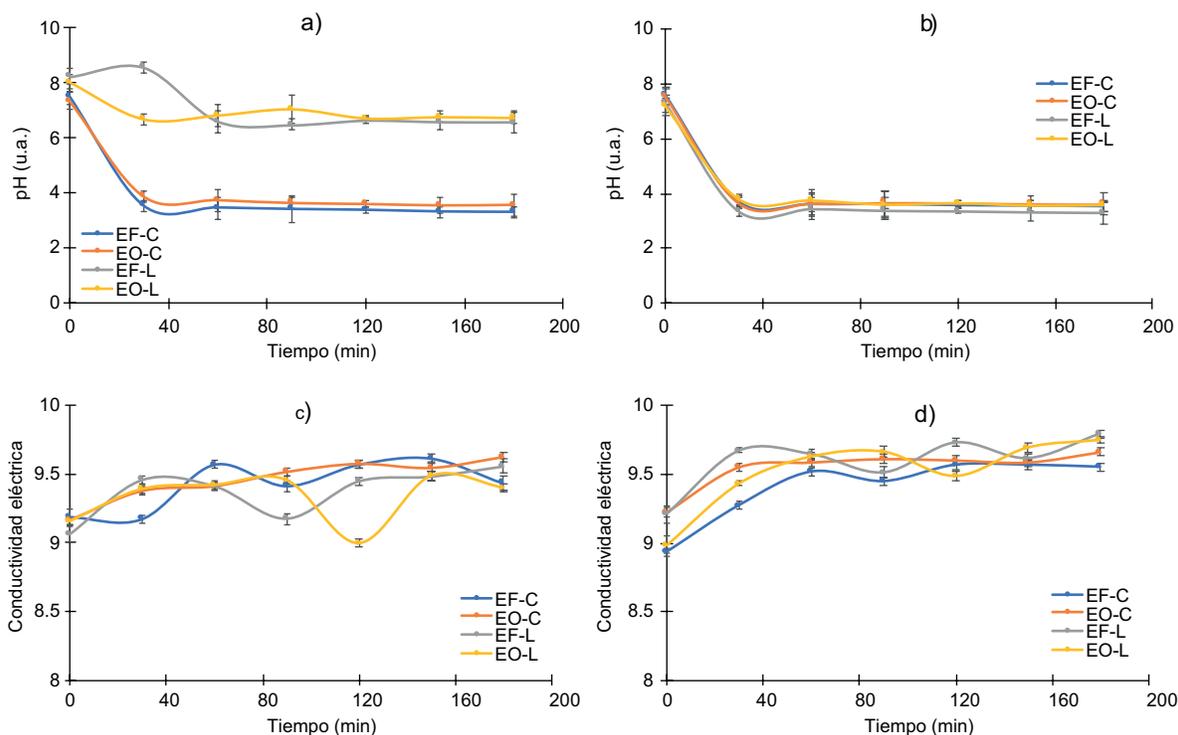


Fig. 3. Comparativo (a y b) del pH y (c y d) la conductividad eléctrica durante los procesos electro-Fenton y electrooxidación en modo continuo (EF-C y EO-C), y por lotes (EF-L y EO-L), con empaque de (a y c) carbón activado de cáscara de naranja y (b y d) borra de café. En todos los casos, las barras de error se refieren a la desviación estándar entre las mediciones de los datos experimentales.

lo cual se asocia con las reacciones electroquímicas que se favorecen por la dirección del flujo hacia el ánodo (Fig. 1). De esta manera, la reacción de oxidación en el ánodo se relaciona con la formación de un frente ácido, con lo cual disminuye el pH del medio; además de esto, el carbón activado puede liberar protones, puesto que fue activado con ácido

fosfórico durante el proceso de síntesis (Tovar et al. 2019, Robles et al. 2020b).

De acuerdo con la literatura, un pH cercano a 3 ofrece una mejor eficiencia del sistema electroquímico, ya que el pH ácido facilita la transferencia de iones (Ameta y Ameta 2018). El efecto descrito con anterioridad se observó al implementar carbón

activado de borra de café (**Fig. 3b**) en ambos tipos de proceso, ya sea en modo continuo o por lotes, lo que ocurre seguramente por una mayor facilidad del carbón activado para liberar protones al medio (García-Espinoza et al. 2021).

Por su parte, en el proceso por lotes (**Fig. 3a**) el pH se mantuvo constante en un valor cercano a 7 a partir de los 60 min, con lo que se corrobora lo reportado por García-Espinoza et al. (2019) y Robles et al. (2020c), quienes proponen que la inversión de flujo y polaridad ocasionan que los iones, tanto de hierro como los protones, se mantienen dentro del sistema. Sin embargo, el proceso en sí no mostró una eficiencia significativa (**Fig. 2a**), lo que puede atribuirse al tiempo de tratamiento, es decir, pueden evaluarse tiempos mayores con objeto de comprender qué sucede en este caso particular.

Respecto a la conductividad eléctrica (**Fig. 3c, d**), no se observó diferencia significativa respecto a los procesos evaluados (EF y EO). El ligero incremento

observado se asocia con las reacciones electroquímicas de la oxidación de los productos adsorbidos y la reducción de oxígeno a peróxido de hidrógeno, pues con ello se facilita la transferencia de electrones en el medio (Bañuelos et al. 2015a). Sin embargo, se aprecia una variación mayor respecto al tiempo en el carbón activado de cáscara de naranja (**Fig. 3c**) lo que sugiere una mayor actividad de los iones en el sistema, por lo que se detectó una mayor decoloración al implementar el empaque. El ligero incremento también puede asociarse con la liberación de iones por parte del carbón activado.

Posteriormente se realizó un análisis estadístico mediante el programa Statgraphics VII, con objeto de entender el efecto de los factores en el proceso. El **cuadro II** presenta el análisis de varianza, para el que se consideró un nivel de confianza del 95 %. Como se puede apreciar, únicamente el factor A (proceso) tiene influencia, lo que se corrobora en el diagrama de Pareto de la **figura 4a**, para un efecto estandarizado

CUADRO II. ANÁLISIS DE VARIANZA DEL PROCESO DE DECOLORACIÓN DE AZUL BRILLANTE, CON UN NIVEL DE CONFIANZA DE 95 %.

Fuente	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
A: Proceso	3789.63	1	3789.63	126.56	0.0000
B: Fe	119.684	1	119.684	4.00	0.0857
C: Tipo de carbón activado	143.88	1	143.88	4.81	0.0645
AB: interacción A × B	16.851	1	16.851	0.56	0.4776
AC: interacción A × C	48.0249	1	48.0249	1.60	0.2459
BC: interacción B × C	38.9376	1	38.9376	1.30	0.2917
ABC: interacción A × B × C	0.046225	1	0.046225	0.00	0.9698
Bloques	6.3001	1	6.3001	0.21	0.6604
Error total	209.604	7	29.9435		
Total (corregido)	4372.96	15			

R^2 : coeficiente de determinación = 95.2 %; error absoluto medio = 2.72.

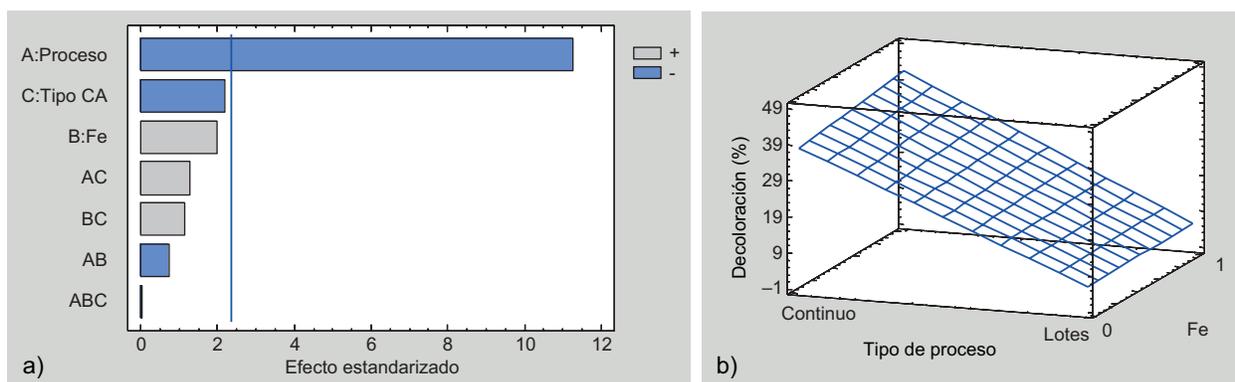


Fig. 4. Análisis estadístico del proceso de decoloración de azul brillante para el carbón activado de cáscara de naranja. (a) Diagrama de Pareto y (b) diagrama de superficie de respuesta. (CA: carbón activado).

de 2.2 calculado a partir del programa estadístico. Estas dos pruebas indicaron que el factor A influye en la eficiencia de decoloración, mientras que los factores B y C no influyen de manera independiente en la eficiencia del proceso, ya que no presentan un efecto significativo. Esta aseveración confirma lo mostrado en la **figura 2**.

Por otro lado, la **figura 4b** muestra el efecto de la decoloración en el diagrama de superficie de respuesta para el carbón activado de cáscara de naranja, debido a que presentó una pendiente más pronunciada en comparación con el carbón activado de borra de café. Este cambio en la pendiente permite identificar que en esta región hay un pico máximo de decoloración (**Fig. 4b**).

Los resultados obtenidos a partir del análisis estadístico confirmaron que el carbón activado de cáscara de naranja favorece el proceso EF en un modo de operación continuo, lo que corresponde a los niveles bajos de los factores A y C, y al nivel alto del factor B, según lo especificado en el **cuadro I**. Estas son las condiciones que favorecen al proceso.

Estudio en un reactor prototipo

A partir de las condiciones identificadas en el apartado Diseño de experimentos en reactor a escala de laboratorio, se procedió a validar el funcionamiento en un dispositivo de mayor volumen, como se detalló en la metodología para la validación en dispositivo prototipo. La **figura 5** muestra el seguimiento del porcentaje de decoloración de AB con relación al tiempo. Es posible apreciar que este proceso en un dispositivo de mayor escala permitió incluso mejorar el desempeño del sistema, alcanzando una decoloración del 74.3 % en 2 h, en comparación con el 43 % alcanzado en el reactor a escala de laboratorio, lo que puede asociarse con una mejor distribución de flujo y la corriente en el dispositivo de mayor volumen. Esto se atribuye al mayor tiempo de residencia en comparación con el sistema a escala de laboratorio, ya que el flujo se mantuvo constante.

El pH y la conductividad tuvieron un comportamiento similar al mostrado en la **figura 3a**, ya que el pH se modificó desde 8 hasta un valor cercano a

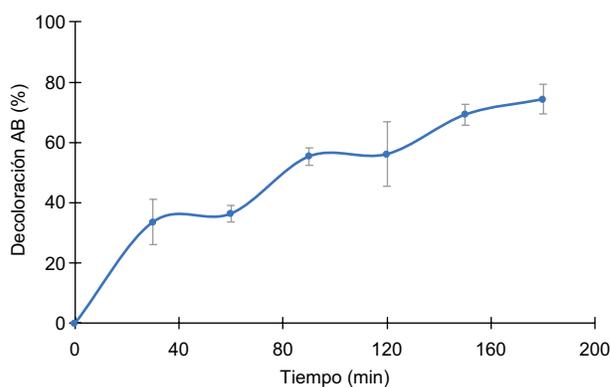


Fig. 5. Validación del proceso electro-Fenton mediante el sistema empacado con carbón activado de cáscara de naranja en modo de operación continuo. Las barras de error se refieren a la desviación estándar entre las mediciones de los datos experimentales. (AB: azul brillante).

4 derivado de los efectos analizados en la sección anterior. En este sentido, el dispositivo tuvo un resultado prometedor cuando se utilizó un empaque de carbón activado de cáscara de naranja para promover la degradación de AB como contaminante modelo.

Validación con agua residual textil

Al validar el sistema con agua residual de procedencia textil se observaron los resultados mostrados en el **cuadro III**. Este cuadro incorpora los datos de la comparación con un empaque con carbón activado comercial, para validar los resultados y de esta manera comprobar si el empaque de carbón activado de origen agroindustrial ofrece una mejor alternativa.

Por tratarse de agua de procedencia textil (la cual puede contener una mezcla de varias moléculas de colorantes) no es conveniente calcular una eficiencia de decoloración mediante mediciones espectrofotométricas, por lo que se cuantificó la degradación mediante COT.

Respecto de los resultados obtenidos, es posible mencionar que visualmente se detectó una disminución en la intensidad de la coloración; sin embargo, los resultados no fueron los esperados, como se

CUADRO III. DATOS DE VALIDACIÓN DE SISTEMA ELECTRO-FENTON EN MODO CONTINUO CON AGUA RESIDUAL DE PROCEDENCIA TEXTIL.

Filtro empacado con	pH inicial (u.a.)	pH final (u.a.)	Conductividad eléctrica inicial (mS/cm)	Conductividad eléctrica final (mS/cm)	Disminución de carbono orgánico total (%)
Carbón activado de cáscara de naranja	10.48 ± 0.05	5.98 ± 0.10	3.47 ± 0.04	3.60 ± 0.10	0 ± 1.00
Carbón activado comercial	10.48 ± 0.05	6.25 ± 0.05	3.47 ± 0.04	3.55 ± 0.06	83.75 ± 1.30

muestra en el **cuadro III**, ya que la degradación fue nula. Por ello es inviable sustituir el carbón de origen comercial por el obtenido a partir de cáscara de naranja. Entre las razones para este resultado destacan:

1. La conductividad eléctrica del agua residual limita el desempeño del proceso, pues la conductividad de la muestra real es de apenas 3.4 (**Cuadro III**) en comparación con 9.2 de la muestra sintética (véase el punto cero en la **Fig. 3c, d**). La conductividad eléctrica del agua residual textil es baja comparada con el agua sintética probada en los apartados Diseño de experimentos en reactor escala laboratorio y Estudio en un reactor prototipo. Esta baja conductividad eléctrica puede limitar el flujo de electrones en el medio y con ello limitar la formación de especies oxidantes (radicales hidroxilos [$\cdot\text{OH}$], radicales superóxido/perhidroxilo [$\text{O}_2^{\cdot-}/\text{HO}_2^{\cdot}$] y oxígeno singlete [O_2]) encargadas de degradar las moléculas orgánicas.
2. Es posible que tras el tratamiento las moléculas de las sustancias químicas se fraccionen en otras menores, sin ser necesariamente oxidadas hasta carbono inorgánico.

3. El incremento del tiempo podría mejorar el desempeño del sistema.

Aun así, el carbón activado de origen comercial mostró una degradación superior al 83 % (medida en términos de reducción de carbono orgánico total), por lo cual se considera que el sistema EF en modo continuo es una alternativa adecuada para afrontar el problema de la contaminación por aguas residuales de procedencia textil.

En la **figura 6** se muestra el efecto del proceso EF en la superficie del carbón activado. Puede observarse que ambos materiales se modificaron después del proceso EF, lo que corrobora una limpieza de la superficie por ataque de las especies oxidantes derivadas de las reacciones electroquímicas, como reportaron Bañuelos et al. (2013, 2015a), Fernández et al. (2018), García-Espinoza et al. (2019) y Robles et al. (2020a).

Al comparar el efecto postratamiento del carbón activado de naranja y el carbón activado comercial (**Fig. 6b, d**), se aprecia un mayor impacto del carbón activado comercial, lo que puede asociarse con la mayor sensibilidad de la superficie de este material a la regeneración por polarización catódica,

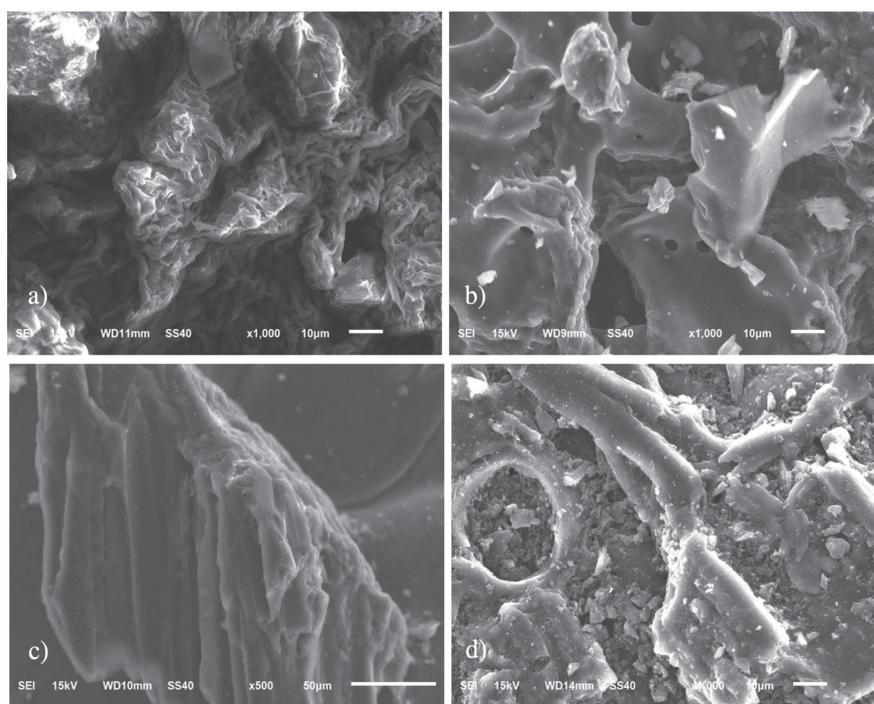


Fig. 6. Imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (Jeol, JSM-6510LV a 15 keV). Muestra de empaque antes de someterse al proceso electro-Fenton: (a) carbón activado de cáscara de naranja y (c) carbón activado comercial. Muestra de empaque después de someterse al proceso electro-Fenton para tratar agua residual textil: (b) carbón activado de cáscara de naranja y (d) carbón activado comercial.

principalmente debido a la composición química y grupos funcionales superficiales del mismo, entre los que destacan carbonilos y carboxilos (Robles et al. 2020c). Se ha reportado la capacidad de regeneración del carbón activado en los sistemas electroquímicos de este tipo (Anfruns et al. 2013, Bañuelos et al. 2013, 2015b, García-Rodríguez et al. 2020). Lo anterior explica que el mayor efecto en la degradación se favorezca al usar carbón activado de origen comercial.

Mayores estudios de la química superficial del material agroindustrial son necesarios para identificar el material adecuado para empaques EF autorregenerables.

CONCLUSIONES

En esta investigación se comparó el efecto de los procesos EF y EO en modo continuo y por lotes, para evaluar su efecto en un filtro empacado de carbón activado de cáscara de naranja o de borra de café. Los estudios experimentales se corroboraron mediante un diseño factorial 2³.

Se observó que el carbón de cáscara de naranja produjo una mejor decoloración en comparación con el de borra de café. Este comportamiento se asocia con una mayor transferencia de iones, derivado de una mayor conductividad electrónica de este material. El proceso EF (presencia de hierro) en modo continuo tuvo una eficiencia mayor en la decoloración del contaminante modelo AB. El análisis estadístico permitió distinguir de manera cuantitativa la diferencia entre procesos y modos de operación.

Sin embargo, la evaluación del sistema electroquímico con agua residual textil no arrojó los resultados esperados, ya que la concentración de carbono orgánico total permaneció constante a lo largo del tratamiento, lo que significa nula degradación. Se sugiere estudiar las propiedades químicas superficiales del carbón activado de cáscara de naranja para identificar otras áreas de oportunidad para ese material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAH-CyT, proyectos CB-2019-01-285309, y PENTA 2019-1-303758) por el financiamiento otorgado, y al Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica (CIDETE) por las facilidades para desarrollar la presente investigación. También agradecemos al CONAHCyT el apoyo mediante

becas de maestría a N.F. Vázquez y de posdoctorado a R.J. Martínez y J.A. Banda.

REFERENCIAS

- Ahmad M., Rajapaksha A.U., Lim J.E., Zhang M., Bolan N., Mohan D., Vithanage M., Lee S.S. y Ok Y.S. (2014). Biochar as a sorbent for contaminant management in soil and water: A review. *Chemosphere* 99, 19-33. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.10.071>
- Ameta S.C. y Ameta R. (2018). *Advanced oxidation processes for wastewater treatment: Emerging green chemical technology*. Academic Press, Rajasthan, India, 412 pp. <https://doi.org/10.1016/C2016-0-00384-4>
- Anfruns A., Montes-Morán M.A., González-Olmos R. y Martín M.J. (2013). H₂O₂-based oxidation processes for the regeneration of activated carbons saturated with volatile organic compounds of different polarity. *Chemosphere* 91 (1), 48-54. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2012.11.068>
- Areir M., Xu Y., Zhang R., Harrison D., Fyson J. y Pei E. (2017). A study of 3D printed active carbon electrode for the manufacture of electric double-layer capacitors. *Journal of Manufacturing Processes* 25, 351-356. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2016.12.020>
- Bañuelos J.A., Rodríguez F.J., Manríquez J., Bustos E., Rodríguez A., Cruz J.C., Arriaga L.G. y Godínez A.L. (2013). Novel electro-Fenton approach for regeneration of activated carbon. *Environmental Science & Technology* 47, 7927-7933. <https://doi.org/10.1021/es401320e>
- Bañuelos J.A., García-Rodríguez O., Rodríguez-Valadez F.J. y Godínez L.A. (2015a). Electrochemically prepared iron-modified activated carbon electrodes for their application in electro-Fenton and photo-electro-Fenton processes. *Journal of The Electrochemical Society* 162 (9), E154-E159. <https://doi.org/10.1149/2.0581509jes>
- Bañuelos J.A., García-Rodríguez O., Rodríguez-Valadez F.J., Manríquez J., Bustos E., Rodríguez A. y Godínez L.A. (2015b). Cathodic polarization effect on the electro-Fenton regeneration of activated carbon. *Journal of Applied Electrochemistry* 45 (5), 523-531. <https://doi.org/10.1007/s10800-015-0815-2>
- Barragán-Huerta B., Díaz A. y Laguna A. (2008). Utilización de residuos agroindustriales. *Revista Sistemas Ambientales* 2 (1), 44-50.
- Du J., Kim S.H., Hassan M.A., Irshad S. y Bao J. (2020). Application of biochar in advanced oxidation processes: supportive, adsorptive, and catalytic role. *Environmental Science and Pollution Research* 30, 37286-37312 <https://doi.org/10.1007/s11356-020-07612-y>

- Fernández D., Robles I., Rodríguez-Valadez F.J. y Godínez L.A. (2018). Novel arrangement for an electro-Fenton reactor that does not require addition of iron, acid and a final neutralization stage. Towards the development of a cost-effective technology for the treatment of wastewater. *Chemosphere* 199, 251-255. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2018.02.036>
- García-Espinoza J.D., Robles I., Gil V., Becerril-Bravo E., Barrios J.A. y Godínez L.A. (2019). Electrochemical degradation of triclosan in aqueous solution. A study of the performance of an electro-Fenton reactor. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 7 (4), 103228. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103228>
- García-Espinoza J.D., Robles I., Durán-Moreno A. y Godínez L.A. (2021). Study of simultaneous electro-Fenton and adsorption processes in a reactor containing porous carbon electrodes and particulate activated carbon. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 895 (15), 115476. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2021.115476>
- García-Rodríguez O., Villot A., Olvera-Vargas H., Gerente C., Andrés Y. y Lefebvre O. (2020). Impact of the saturation level on the electrochemical regeneration of activated carbon in a single sequential reactor. *Carbon* 163 (15), 265-275. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.02.041>
- Gu L., Li C., Wen H., Zhou P., Zhang D., Zhu N. y Tao H. (2017). Facile synthesis of magnetic sludge-based carbons by using Electro-Fenton activation and its performance in dye degradation. *Bioresource Technology* 241, 391-396. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.05.115>
- Gwenzi W., Chaukura N., Noubactep C. y Mukome F.N.D. (2017). Biochar-based water treatment systems as a potential low-cost and sustainable technology for clean water provision. *Journal of Environmental Management* 197 (15), 732-749. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.03.087>
- Hinkelmann K. y Kempthorne O. (2012). Design and analysis of experiments. Vol. 1. 1a ed. John Wiley and Sons, Nueva York, EUA, 566 pp.
- Mejías-Brizuela N., Orozco-Guillén E. y Hernández N.G. (2016). Aprovechamiento de los residuos agroindustriales y su contribución al desarrollo sostenible de México. *Revista Ciencias Ambientales y Recursos Naturales* 2 (6), 27-41.
- Montgomery D.C. (2019). Design and analysis of experiments. 10a ed. John Wiley and Sons, Nueva York, EUA, 688 pp.
- Rafatullah M., Sulaiman O., Hashim R. y Ahmad A. (2010). Adsorption of methylene blue on low-cost adsorbents: A review. *Journal of Hazardous Materials* 177 (1-3), 70-80. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.12.047>
- Robles I., Becerra E., Barrios J.A., Maya C., Jiménez B., Rodríguez-Valadez F.J., Rivera F., García-Espinoza J.D. y Godínez L.A. (2020a). Inactivation of helminth eggs in an electro-Fenton reactor: Towards full electrochemical disinfection of human waste using activated carbon. *Chemosphere* 250, 126260. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.126260>
- Robles I., Espejel-Ayala F., Velasco G., Cárdenas A. y Godínez L.A. (2020b). A statistical approach to study the valorization process of spent coffee ground. *Biomass Conversion and Biorefinery* 12, 2463-2475. <https://doi.org/10.1007/s13399-020-00854-3>
- Robles I., Moreno-Rubio G., García-Espinoza J.D., Martínez-Sánchez C., Rodríguez A. Meas-Vong Y., Rodríguez-Valadez F.J. y Godínez L.A. (2020c). Study of polarized activated carbon filters as simultaneous adsorbent and 3D-type electrode materials for electro-Fenton reactors. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 8 (5), 104414. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104414>
- Rodríguez-Narváez O.M., Peralta-Hernández J.M., Goonetilleke A. y Bandala E.R. (2019). Biochar-supported nanomaterials for environmental applications. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 78 (25), 21-33. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2019.06.008>
- Tovar A.K., Godínez L.A., Espejel F., Ramírez-Zamora R.M. y Robles I. (2019). Optimization of the integral valorization process for orange peel waste using a design of experiments approach: Production of high-quality pectin and activated carbon. *Waste Management* 85 (15), 202-213. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.12.029>
- Vidal M.V., Suárez A.R., Barrios K.M. y Pérez J.O. (2018). Potencial de residuos agroindustriales para la síntesis de carbón activado: una revisión. *Scientia et Technica* 23 (3), 411-419. <https://doi.org/10.22517/23447214.17031>
- Zárate-Guzmán A.I., Manríquez-Rocha J., Antaño-López R., Rodríguez-Valadez F.J. y Godínez L.A. (2018). Study of the electrical properties of a packed carbon bed for its potential application as a 3D-cathode in electrochemical processes. *Journal of the Electrochemical Society* 165 (10), E460-E465. <https://doi.org/10.1149/2.0731810jes>