



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS



**Facultad de
Ciencias Químicas
BUAP**

Efecto de los parámetros experimentales en la desulfuración electroquímica de combustóleo

Para obtener el título de

LICENCIADO EN QUÍMICO FARMACOBIOLOGO

Presenta:

JESÚS MANUEL PELÁEZ PÉREZ

Director de tesis:

Dra. Erika Méndez Albores

Codirector de tesis:

Dr. Miguel Ángel González Fuentes

Puebla de Zaragoza, Pue.

Noviembre 2025



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**



OFICIO C.Q./CT 059 RPCR/2025

OFICIO DE REGISTRO Y NOMBRAMIENTO DE COMISION REVISORA

Nombre del(la) estudiante: **Jesús Manuel Peláez Pérez**

Matrícula: **201826498**

Nombre del director: **D.C. Erika Méndez Albores**

Nombre del codirector o asesor: **D.C. Miguel Ángel González Fuentes**

Título de la Tesis:

"Efecto de los parámetros experimentales en la desulfuración electroquímica de combustóleo"

Comisión Revisora:

Presidente: D.C. Mario González Perea

Firma: 

Secretario: D.C. Alia Méndez Albores

Firma: 


Vocal: D.C. Fabiola Gabriela Nieto

Firma: 

Atentamente

"Pensar bien, para vivir mejor"

H. Puebla de Z., 17 de septiembre de 2025


Dr. Henoc Flores Segura

Director Facultad de Ciencias Químicas

c.c.p. Archivo



Facultad de Ciencias Químicas
Av. San Claudio No. 1 Edificio FCQ 9
Ciudad Universitaria Col. San
Manuel (222)2295500 ext. 7390



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



OFICIO C.Q./CT 051 A/2025

Dr. Henoc Flores Segura
Director Facultad de Ciencias Químicas
Presente.

OFICIO DE REVISIÓN, LIBERACIÓN E IMPRESIÓN DE TESIS

Título de la Tesis:

"Efecto de los parámetros experimentales en la desulfuración electroquímica de combustóleo"

Comisión Revisora:

Presidente: D.C. Mario González Perea

Firma: 

Secretario: D.C. Alia Méndez Albores

Firma: 

Vocal: D.C. Fabiola Gabriela Nieto

Firma: 

Los integrantes de la Comisión Revisora comunicamos que hemos leído y revisado el manuscrito de la tesis de licenciatura de **Químico Farmacobiólogo** que presenta el estudiante **Jesús Manuel Peláez Pérez**, bajo la dirección del **D.C. Erika Méndez Albores** y codirección de **D.C. Miguel Ángel González Fuentes** por lo que estamos de acuerdo en que se proceda con la impresión definitiva de la tesis y que el estudiante presente su defensa y examen, con número de matrícula **201826498**.

Atentamente

Comisión revisora

"Pensar bien, para vivir mejor"

H. Puebla de Z., 16 de octubre de 2025



c.c.p. Archivo

Facultad de Ciencias Químicas
Av. San Claudio No. 1 Edificio FCQ 9
Ciudad Universitaria Col. San
Manuel (222)2295500 ext. 7390

Agradecimientos

Quiero dedicar mi tesis a mis padres, **Miguel Nicolas Peláez Vivanco** y **Margarita Arleth Pérez Durand**, gracias a ellos he podido concluir mis estudios universitarios, gracias por siempre respaldarme, poner su fe en mí, por su tiempo, amor y paciencia. Ustedes son la base de lo que soy, quiero agradecerles sus consejos y regaños pues sé que el único objetivo es hacerme una mejor persona. Esto es el resultado de todo su esfuerzo y sacrificio.

Así mismo quiero agradecer a todos **mis profesores** en general por compartir su conocimiento y tiempo, por preparar sus clases, resolver dudas, sus regaños, sé que todo ha sido con el fin de hacernos profesionistas preparados para salir y contribuir lo mejor de nosotros al mundo.

A mis amigos de generación los cuales me acompañaron en este camino y que fueron un gran apoyo, gracias por su compañía y apoyo, por aconsejarme y escucharme, por su empatía.

A mi directora de tesis **Erika Méndez Albores** y a mi codirector **Miguel Angel González Fuentes** fueron mi guía durante toda esta etapa, quiero agradecer su paciencia y que me compartieran sus conocimientos para mi desarrollo profesional. A todos mis compañeros de laboratorio, y hacer mención especial a mi compañero **Tristán Gamaliel Julián Hernández** quien fue pieza clave durante esta investigación, gracias por tu ayuda y asistencia durante todo este tiempo.

Quiero hacer énfasis en agradecerles a todos por su tiempo, porque tiempo es lo que no sabemos cuánto tenemos, escasea y sin embargo para todo se ocupa, por eso les agradezco de cualquier forma directa o indirectamente me hayan brindado un poco de su tiempo.

Por último, pero no menos importante, quiero agradecerme **a mí** por no desistir, por concluir esta investigación y esta etapa, la satisfacción es más grande cuando las cosas cuestan. Con esto concluyo por completo mi formación profesional, dejo atrás una etapa y me llevo lo mejor de cada persona que me ha acompañado en el camino.

Cursos y seminarios



BUAP

Registro:
DGECE-BUAP-Fac. Cs. Quím.-H / CT-065/25
Folio:15, Foja671
Del libro de Registros 01/25

La Benemérita Universidad Autónoma de Puebla
A través de la Facultad de Ciencias Químicas
otorga la presente

CONSTANCIA

A: **Jesus Manuel Pelaez Perez**

Por haber concluido de manera satisfactoria el Curso-Taller
**Impresión 3D como herramienta didáctica y experimental
en Ciencias Químicas**

Realizado del 16 del agosto al 06 de septiembre de 2025

Con una duración de 40 horas

"Pensar bien, para vivir mejor"
H. Puebla de Z., a 24 de septiembre de 2025


Dr. Carlos Contreras Cruz
Director General de Educación Continua





Los Capítulos Estudiantiles de la ECS-BUAP y UdeG-ECS otorgan la presente

CONSTANCIA

A: *Jesus Manuel Pelaez Perez*

Por haber asistido de forma virtual al **1er. Congreso Intercapítulos ECS México: BUAP-UdeG**, llevado a cabo los días 01 y 02 de septiembre de 2025, transmitido desde la Facultad de Ciencias Químicas de la BUAP, con una duración total de 8 horas.

Dra. Citlalli Gaona Tiburcio
Presidenta del Comité Ejecutivo
SMEQ 2023 - 2025

Mtra. Ana M. Montiel Del Cueto
Presidenta del Capítulo Estudiantil
ECS-BUAP

Dra. Erika Méndez Albores
Asesor Académico del Capítulo
Estudiantil ECS-BUAP



Sociedad Mexicana de Electroquímica

Sociedad Mexicana de Electroquímica

Taller de Educación Electroquímica 2024

“Diagramas de Pourbaix, Fundamentos y Aplicaciones en Química Ambiental, Corrosión y Electrocatálisis”



CONAHCYT
Proyecto: 317614

Se otorga la presente constancia a:

Jesús Manuel Peláez Pérez

Por haber asistido al taller “Diagramas de Pourbaix, Fundamentos y Aplicaciones en Química Ambiental, Corrosión y Electrocatálisis” durante el desarrollo del Taller de Educación Electroquímica 2024, celebrado los días 24 de junio y 1 de julio, con una duración total de 10 horas.





Dra. Citlalli Gaona Tiburcio
Presidente del Comité Ejecutivo
SMEQ, 2023-2025





Dra. Patricia Balderas Hernández
Líder Titular
División Educación Electroquímica



BUAP

Registro:
DGEC - BUAP - Fac. Cs. Quím. - M/CT - 099/24
Folio: 29, Foja 063
Del libro de Registros 01/25

La Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

A través de la Facultad de Ciencias Químicas
otorga la presente

CONSTANCIA

A: **Jesús Manuel Peláez Pérez**

Por haber impartido el Tema: Desulfuración de gasóleo empleando técnicas electroquímicas
En el marco del Curso-Taller **CA-180 - Otoño 2024**
Realizado del 19 de septiembre al 22 de noviembre de 2024
Duración del Tema: 2 horas

“Pensar bien, para vivir mejor”
H. Puebla de Z., a 22 de enero de 2025



Dr. Carlos Contreras Cruz
Director General de Educación Continua



Resumen

En este trabajo se evaluó la desulfuración de combustóleo pesado mediante un proceso combinado de electrólisis en medio alcalino y extracción con acetonitrilo, utilizando voltamperometría cíclica para monitorear la remoción de compuestos azufrados. El estudio se desarrolló en dos etapas: optimización de la extracción y determinación de parámetros electroquímicos.

En la primera etapa, se probaron tiempos de extracción de 10, 20 y 30 minutos, determinándose que 20 minutos fue el tiempo óptimo al obtenerse la mayor señal de corriente asociada a compuestos azufrados extraídos. Se observó que las primeras extracciones removían la mayor cantidad de especies y que el solvente parcialmente cargado podía reutilizarse sin pérdida significativa de eficiencia.

En la segunda etapa, se establecieron las condiciones adecuadas de electrólisis: 30 minutos a 8 V y temperaturas entre 35 y 45 °C, las cuales favorecieron la transferencia de masa sin generar procesos secundarios indeseables. También se evaluaron distintos materiales de electrodos, encontrándose que las combinaciones Titanio (+) / Titanio (-) y Titanio (+) / Acero (-) ofrecieron las mejores respuestas electroquímicas. Otras combinaciones, como Cobre (+) / Acero (-), fueron descartadas por formación de depósitos.

La voltamperometría cíclica permitió reconocer picos correspondientes a la oxidación sucesiva de compuestos azufrados y sus derivados oxigenados (sulfóxidos y sulfonas), evidenciando la influencia directa de las condiciones electroquímicas en la eficiencia de desulfuración. En conjunto, este estudio demuestra que la desulfuración de combustóleo mediante electrólisis en medio alcalino, combinada con extracción con acetonitrilo, es un proceso efectivo y controlable. La optimización de los parámetros electroquímicos y de extracción permitió maximizar la remoción de compuestos azufrados, asegurando eficiencia energética y estabilidad de los electrodos. Los resultados obtenidos proporcionan una base sólida para el diseño de procesos industriales de desulfuración de combustibles pesados mediante métodos electroquímicos.

Abstract

In this work, the desulfurization of heavy fuel oil was evaluated through a combined process of electrolysis in an alkaline medium and extraction with acetonitrile, using cyclic voltammetry to monitor the removal of sulfur-containing compounds. The study was carried out in two stages: optimization of the extraction process and determination of electrochemical parameters.

In the first stage, extraction times of 10, 20, and 30 minutes were tested, with 20 minutes identified as the optimal time due to the highest current signal associated with the extracted sulfur compounds. It was observed that the initial extractions removed the greatest amount of species, and that the partially loaded solvent could be reused without significant loss of efficiency.

In the second stage, the appropriate electrolysis conditions were established: 30 minutes at 8 V and temperatures between 35 and 45 °C, which promoted mass transfer without generating undesirable secondary processes. Different electrode materials were also evaluated, and the Titanium (+) / Titanium (-) and Titanium (+) / Steel (-) combinations provided the best electrochemical responses. Other combinations, such as Copper (+) / Steel (-), were discarded due to the formation of deposits.

Cyclic voltammetry allowed the identification of peaks corresponding to the successive oxidation of sulfur compounds and their oxygenated derivatives (sulfoxides and sulfones), demonstrating the direct influence of electrochemical conditions on desulfurization efficiency. Overall, this study shows that desulfurization of heavy fuel oil through electrolysis in an alkaline medium, combined with extraction using acetonitrile, is an effective and controllable process. The optimization of electrochemical and extraction parameters maximized the removal of sulfur compounds, ensuring energy efficiency and electrode stability. The results obtained provide a solid basis for the design of industrial processes for the desulfurization of heavy fuels using electrochemical methods.

Contenido

1. Introducción.....	1
2. Planteamiento del problema	3
3. Justificación	4
4. Antecedentes.....	4
5. Objetivos.....	7
5.1 Objetivo general	7
5.2 Objetivos particulares.....	7
6. Hipótesis	7
7. Marco teórico.....	8
7.1 El azufre y la problemática ambiental con las partículas en la atmósfera.....	8
7.2 Normas mexicanas de regulación relacionado a los hidrocarburos.....	9
7.3 Dióxido de azufre (SO ₂).....	10
7.4 El transporte y su aporte a la problemática con el SO ₂	11
7.5 Hidrocarburos empleados en la industria	12
7.5.1 Diesel.....	12
7.5.2 Gasolina	13
7.5.3 Combustóleo	13
7.6 Métodos existentes para desulfurar combustibles	14
7.6.1 Hidrodesulfuración	15
7.6.2 Biodesulfuración.....	16
7.6.3 Destilación reactiva	16
7.6.4 Adsorción	17
7.6.5 Extracción liquido-liquido con disolventes	18
7.6.6 Oxidación fotoquímica	18
7.6.7 Electrodesulfuración	19
8. Metodología.....	21
9. Discusión de resultados	38
9.1 Extracción de compuestos azufrados empleando acetonitrilo.....	38
9.2 Determinación del tiempo de electrólisis	44
9.3 Determinación del potencial de celda aplicado.....	52
9.4 Determinación de la temperatura de electrólisis	54

9.5 Elección del material del electrodo	58
9.6 Desulfuración de combustóleo en un proceso global.....	65
10. Conclusiones	74
11. Perspectivas.....	75
12. Anexos	77
12.1 Anexo 1. Conocimientos básicos de una celda electroquímica.....	77
12.2 Anexo 2. Acetonitrilo	78
12.3 Anexo 3. Hexafluorofosfato de tetrabutilamonio	78
12.4 Anexo 4. Voltamperometria cíclica	79
13 Referencias.....	80

Índice de figuras

	Página
Figura 1. Contaminación por partículas finas PM 10 y PM 2.5 (Lluis-Ferrer, 2022)...	8
Figura 2. Refinación del petróleo (Secretaría de Energía. s/f.).....	14
Figura 4. Experimento donde se aprecia la agitación manual de 50 mL de combustóleo con 325 mL de acetonitrilo. Nota: La muestra de combustóleo pesado que queda en el fondo del vaso de precipitados se resguarda para ocuparse en la metodología de la etapa 2.....	23
Figura 5. Montaje del sistema electroquímico donde se llevan a cabo las voltamperometrías cíclicas para monitorear la extracción de compuestos azufrados....	24
Figura 6. Sistema electroquímico empleado para la electrodesulfuración, con los electrodos sumergidos en una disolución de NaOH 0.7 M en contacto con el combustóleo. El montaje se encuentra colocado sobre una parrilla de calentamiento con agitación incorporada, operando en el rango de 60–80 °C para favorecer la homogenización y el proceso electroquímico. Electrodos empleados en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).....	27
Figura 7. Electrodos de acero inoxidable (cátodo, izquierda) y cobre (ánodo, derecha) después de llevar a cabo la electrólisis y durante el proceso de lijado.	28
Figura 8. Extracción líquido–líquido realizado entre la disolución de NaOH electrolizada y acetonitrilo puro, después de aplicar el procedimiento en tres ocasiones. En la región intermedia se observa un anillo característico correspondiente a la fase de NaOH que se forma por la diferencia de densidades y polaridades entre ambos solventes. La fase superior está constituida por acetonitrilo (CH ₃ CN).....	29
Figura 9. Montaje inicial del sistema de electrólisis empleado para la electrodesulfuración del combustóleo, que incluye la fuente de poder GWINSTEK, modelo SPS-606, utilizada para aplicar y controlar el potencial de celda durante los experimentos. El arreglo muestra la conexión de los electrodos y la configuración general del equipo antes de iniciar el proceso electroquímico.....	31
Figura 10. Activación electroquímica del electrodo DSA (ánodo) en una disolución de H ₂ SO ₄ 0.5 M, aplicada mediante una corriente constante de 0.1 A durante 20 min. El cátodo es un electrodo de acero inoxidable.....	34
Figura 11. Esquema general que representa cada una de las etapas del proceso de desulfuración del combustóleo pesado, incluyendo la extracción líquido–líquido con acetonitrilo (fase 1), la electrodesulfuración en medio alcalino (fase 2) y el análisis posterior mediante voltamperometría cíclica (fase 3).....	36
Figura 12. Esquema del procedimiento de extracción secuencial de compuestos azufrados a partir de una muestra de 50 mL de combustóleo (M1), utilizando acetonitrilo como disolvente.....	38
Figura 13. Voltamperogramas cíclicos obtenidos del acetonitrilo utilizado en las tres extracciones consecutivas de compuestos azufrados, realizadas siguiendo el procedimiento mostrado en la Figura 12 y empleando un tiempo de agitación de 10	

minutos por extracción. Las mediciones se realizaron utilizando un electrodo de trabajo de carbón vítreo (3 mm de diámetro), con n-Bu ₄ PF ₆ 0.1 M como electrolito soporte y una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹	40
Figura 14. Esquema del uso secuencial del disolvente CH ₃ CN en tres distintas muestras de combustóleo (M1, M2 y M3), mostrando su aprovechamiento progresivo durante las etapas de extracción realizadas en este trabajo de tesis.....	41
Figura 15. Voltamperogramas cíclicos del acetonitrilo empleado para la extracción de compuestos azufrados en tres etapas consecutivas, siguiendo el procedimiento descrito en la Figura 12 y utilizando un tiempo de agitación de 20 minutos. Estos análisis se realizaron previo al proceso de electrólisis. El electrodo de trabajo fue de carbón vítreo de 3 mm de diámetro, empleándose n-Bu ₄ PF ₆ 0.1 M como electrolito soporte y una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹	42
Figura 16. Voltamperogramas cíclicos del acetonitrilo usado para la extracción de compuestos azufrados a partir de tres muestras diferentes de combustóleo, empleando tiempos de agitación de 10, 20 y 30 minutos, previos al proceso de electrólisis. El electrodo de trabajo utilizado fue de carbón vítreo (3 mm de diámetro), con n-Bu ₄ PF ₆ 0.1 M como electrolito soporte y una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹	43
Figura 17. Voltamperogramas cíclicos correspondientes a la disolución de NaOH electrolizado (curva negra) y a una disolución fresca de NaOH 0.7 M (curva roja). Las mediciones se realizaron empleando un electrodo de trabajo de carbón vítreo de 3 mm de diámetro y una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ . Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).....	46
Figura 18. Voltamperogramas cíclicos del sistema n-Bu ₄ PF ₆ 0.1 M + CH ₃ CN obtenido después de la extracción líquido-líquido realizada entre la disolución de NaOH electrolizado y CH ₃ CN limpio. El electrodo de trabajo fue de carbón vítreo (3 mm de diámetro) y la velocidad de barrido empleada fue de 100 mV s ⁻¹ . La curva señalada como <i>Blanco</i> corresponde al sistema electroquímico ensamblado sin haber aplicado corriente a la disolución de NaOH, mientras que la curva <i>Control</i> representa exclusivamente la disolución CH ₃ CN + n-Bu ₄ PF ₆ 0.1 M. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).....	47
Figura 19. Estructura del dibenzotiofeno y de sus productos de oxidación correspondientes: dibenzotiofeno sulfóxido y dibenzotiofeno sulfona.....	48
Figura 20. Voltamperogramas cíclicos de la disolución del CH ₃ CN + dibenzotiofeno 6 mM + 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ (curva negra) y CH ₃ CN + 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ (curva verde) registrado sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹	50
Figura 21. Voltamperogramas cíclicos del sistema 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ + CH ₃ CN obtenido después de la extracción líquido-líquido realizada a cada disolución de NaOH previamente electrolizada a diversos valores de potencial de celda durante el tratamiento electroquímico del combustóleo. Se empleó carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ . Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).....	53
Figura 22. Voltamperogramas cíclicos de 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ + CH ₃ CN extraído de la fase orgánica después de realizar la separación líquido-líquido con disoluciones de NaOH electrolizadas con combustóleo a distintas temperaturas: temperatura ambiente, 35-45 °C y 60-80 °C. Se empleó carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ . Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-)....	55

Figura 23. Evolución de la corriente de celda durante 30 minutos de electrólisis de combustóleo en disolución de NaOH a tres rangos de temperatura: temperatura ambiente, 35-45 °C y 60-80 °C. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).....	57
Figura 24. Imágenes de los materiales de electrodos utilizados durante las electrólisis: DSA, titanio, cobre y acero. Estas fotografías permiten visualizar las superficies de contacto y la geometría de los electrodos empleados en los diferentes ensayos de electrodesulfuración.....	58
Figura 25. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ de CH ₃ CN + 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ recuperado tras la extracción líquido-líquido de la disolución de NaOH electrolizada, empleando diferentes combinaciones de materiales de ánodos (+) y cátodos (-).	59
Figura 26. Voltamperogramas cíclicos en sentido de reducción sobre un electrodo de carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ . Se empleó 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ + CH ₃ CN proveniente de la extracción líquido-líquido entre acetonitrilo limpio y la disolución de NaOH electrolizado con las combinaciones de electrodos empleadas.....	60
Figura 27. Variación de la corriente de celda registrada por la fuente de poder durante 30 minutos de electrólisis, empleando distintas combinaciones de ánodo (+) y cátodo (-) en el proceso de desulfuración de combustóleo.....	61
Figura 28. Depósito de cobre sobre el cátodo de acero observado tras la electrólisis del combustóleo empleando la combinación de electrodos Cu (+) / Acero (-), evidenciando la inestabilidad de esta configuración durante el proceso.....	63
Figura 29. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ de disoluciones de 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ + CH ₃ CN. Estas disoluciones provienen de la agitación posterior del combustóleo electrolizado con CH ₃ CN limpio usando diferentes combinaciones de materiales de ánodos (+) y cátodos (-).	64
Figura 30. Esquema completo que ilustra el proceso de desulfuración de combustóleo, incluyendo la extracción preliminar de compuestos azufrados con acetonitrilo, la electrólisis con diferentes combinaciones de electrodos y la recuperación final del disolvente.....	65
Figura 31. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ correspondientes a 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ en acetonitrilo usado después de la primera extracción de combustóleo con acetonitrilo, dentro del proceso global de desulfuración.....	67
Figura 32. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ de 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ en el acetonitrilo obtenido tras la extracción líquido-líquido entre acetonitrilo limpio y la disolución de NaOH electrolizado, empleando combinaciones de electrodos: DSA (+) / Acero (-) (curva negra), Acero (+) / Acero (-) (curva verde), Ti (+) / Ti (-) (curva magenta) y Ti (+) / Acero (-) (curva lila).....	68
Figura 33. Voltamperogramas cíclicos en sentido de reducción sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s ⁻¹ de 0.1 M n-Bu ₄ PF ₆ + acetonitrilo recuperado tras la extracción líquido-líquido entre acetonitrilo limpio y la disolución de NaOH electrolizado. Las combinaciones de electrodos usadas son: DSA	

(+) / Acero (-) (curva negra) y Acero (+) / Acero (-) (curva verde), Ti (+) / Ti (-) (curva magenta) y Ti (+) / Acero (-) (curva lila)..... 70

Figura 34. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} de $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6 + \text{CH}_3\text{CN}$ recuperado después de agitar por 20 minutos el combustóleo que fue electrolizado por 30 minutos, a 0.02 A y aplicando temperatura entre $35\text{-}45 \text{ }^\circ\text{C}$ empleando combinaciones de electrodos de DSA (+) / Acero (-) (curva negra) y Acero (+) / Acero (-) (curva verde), Ti (+) / Ti (-) (curva magenta) y Ti (+) / Acero (-) (curva lila)..... 72

Figura 35. Coloración del acetonitrilo durante la primera extracción realizada con el combustóleo antes de efectuar la electrólisis (vaso de precipitados izquierdo) y después de haber sido sometido a electrólisis (vaso de precipitados derecho)..... 73

Índice de tablas

	Página
Tabla 1. Características generales de la muestra de combustóleo empleada en este trabajo de tesis.....	22
Tabla 2. Combinaciones de materiales electródicos evaluadas para el proceso de electrodesulfuración de combustóleo.....	33
Tabla 3. Valores de corriente registrados cada 5 minutos durante las electrólisis realizadas a 10, 20, 30 y 40 minutos sobre 50 mL de combustóleo mezclados con una disolución de NaOH, aplicando un potencial de 8 V y manteniendo la temperatura entre 60–80 °C. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).....	51
Tabla 4. Valores de potencial de celda registrados en la fuente de poder de la marca GWINSTEK y modelo SPS-606 al aplicar una corriente constante de 0.02 A en cada sistema electroquímico durante la desulfuración de combustóleo.....	71

1. Introducción

A nivel mundial, el contenido de azufre en el crudo varía ampliamente, entre 100 y 33,000 ppm (Speight, 2014). En México, las refinerías están diseñadas para procesar principalmente tres tipos de crudo con diferentes concentraciones de azufre: crudo Maya, con 3.3% en peso; crudo Istmo, con 1.3% en peso; y crudo Olmeca, con 0.8% en peso (Petróleos Mexicanos, n.d.). La principal motivación para recuperar el azufre del crudo procesado radica en la protección del medio ambiente, dado que su combustión genera dióxido de azufre (SO₂), un gas con efectos tóxicos y contaminantes significativos (Gary & Handwerk, 2001; Alcántar-González & Cruz-Gómez, 2011). En este contexto, el aumento de la demanda energética global ha incrementado el consumo de combustibles fósiles, intensificando las emisiones de compuestos sulfurados y haciendo imperativa la reducción del contenido de azufre en los productos refinados para cumplir con los estándares ambientales.

El combustóleo es un residuo pesado generado durante la refinación del crudo, principalmente en las etapas de destilación atmosférica y al vacío, en las que se separan las fracciones más ligeras (gasolinas, diésel, queroseno), quedando como remanente una fracción densa y viscosa, rica en compuestos aromáticos, asfaltenos y azufre (1–4%), lo que la convierte en una de las principales fuentes de emisión de SO₂ durante su combustión (Speight, 2014). Aunque el combustóleo se utiliza principalmente en termoeléctricas y plantas industriales debido a su bajo costo, su alto contenido de azufre limita su uso en países con regulaciones ambientales estrictas (Alcántar-González & Cruz-Gómez, 2011).

La desulfuración del combustóleo se ha convertido, por tanto, en un proceso crucial para la industria petrolera (Barbosa et al., 2014). Entre las tecnologías convencionales, la hidrodesulfuración (HDS) destaca como el método predominante, ya que permite eliminar la mayor parte de los compuestos de azufre mediante la ruptura de enlaces azufre-carbono en presencia de hidrógeno y catalizadores, generando H₂S. Las condiciones de operación dependen de la fracción de crudo y de las especificaciones del producto: para fracciones ligeras, las temperaturas oscilan entre 260 y 343 °C y las presiones entre 14 y 34 bar, mientras que para fracciones más pesadas los rangos se elevan a 343–427 °C y 69–138 bar,

respectivamente (Gary & Handwerk, 2001). Sin embargo, este proceso presenta limitaciones con fracciones pesadas como el combustóleo, debido a su baja reactividad y alto contenido de asfaltenos (Lam et al., 2012). Además, compuestos sulfurados refractarios, como dibenzotiofeno (DBT), 4-metil-dibenzotiofeno (4-MDBT) y 4,6-dimetil-dibenzotiofeno (4,6-DMDBT), presentan impedimentos estéricos que dificultan su remoción completa (Barbosa et al., 2014).

Los principales desafíos de la HDS incluyen las rigurosas condiciones operativas, el elevado consumo de hidrógeno, la alta demanda de presión y temperatura, y los costos asociados. En este contexto, las tecnologías electroquímicas han surgido como alternativas prometedoras, debido a su capacidad de degradar selectivamente compuestos sulfurados mediante reacciones de oxidación-reducción (Lam et al., 2012).

El uso de materiales electrodos adecuados es fundamental para optimizar la eficiencia del proceso de desulfuración electroquímica. Estudios recientes han evaluado electrodos de carbono dopado, óxidos metálicos y materiales compuestos por su estabilidad, conductividad y selectividad hacia compuestos sulfurados (Kompanijec & Swiertk, 2023). La optimización de estos materiales permite reducir significativamente el contenido de azufre en el combustóleo y, con ello, minimizar las emisiones contaminantes durante su uso.

En esta investigación se estudia la extracción de compuestos azufrados presentes en una muestra de combustóleo industrial mediante un enfoque en dos etapas: primero, la extracción de compuestos azufrados usando un disolvente orgánico; y posteriormente, su acoplamiento con la desulfuración electroquímica en medio acuoso. El monitoreo de la desulfuración se realiza mediante voltamperometría cíclica tanto en medio acuoso como en acetonitrilo. Asimismo, se evalúan diversos parámetros operativos del proceso completo para determinar las condiciones óptimas, incluyendo el tiempo de contacto del combustóleo con acetonitrilo, la temperatura aplicada, el potencial de celda y los materiales de electrodos.

2. Planteamiento del problema

La combustión de combustibles fósiles, como carbón, petróleo y gasolina, es una de las principales fuentes de contaminación atmosférica, generando emisiones de óxidos de azufre (SOx), monóxido de carbono (CO) e hidrocarburos, los cuales contribuyen a la formación de lluvia ácida y afectan negativamente la salud pública.

Para mitigar estos impactos, diversas normativas internacionales han establecido límites más estrictos en el contenido de azufre en los combustibles. Por ejemplo, la Organización Marítima Internacional (OMI) establece un máximo de 0.5% de azufre en combustibles marinos desde 2020, mientras que la Agencia de Protección Ambiental (EPA) en Estados Unidos exige que el diésel de carretera no supere las 15 ppm de azufre.

En este contexto, la desulfuración del combustóleo resulta esencial para cumplir con dichas regulaciones. Sin embargo, el proceso convencional de hidrodesulfuración (HDS) presenta limitaciones, incluyendo altos costos, elevado consumo energético y baja efectividad con fracciones pesadas. Por ello, los métodos electroquímicos han emergido como una alternativa prometedora, ofreciendo mayor selectividad, menor consumo de energía y un menor impacto ambiental.

La presente investigación evalúa la eficacia de un proceso de desulfuración en dos etapas: primero, mediante extracción líquido-líquido, y posteriormente a través de electrodesulfuración, evaluando diferentes materiales electrodos. Se busca determinar los parámetros óptimos de operación y analizar su relación costo-rendimiento, con el fin de contribuir al desarrollo de tecnologías más sostenibles y eficientes para la producción de combustibles más limpios. Entre las preguntas que guían este estudio destacan: ¿Es el método electroquímico una alternativa efectiva para extraer compuestos azufrados presentes en el combustóleo?; ¿Cuál es la relación costo-rendimiento de la desulfuración mediante técnicas electroquímicas?; y ¿Cuáles son los parámetros de operación más relevantes para optimizar la electrodesulfuración?

3. Justificación

La contaminación atmosférica ha generado preocupación a nivel mundial debido a sus efectos tanto locales como globales. Entre los impactos locales destacan la pérdida de calidad del aire, la lluvia ácida y los efectos perjudiciales para la salud humana, mientras que a escala global contribuye al efecto invernadero y a la destrucción de la capa de ozono.

El crecimiento económico, la urbanización y la dependencia de los combustibles fósiles han incrementado la presencia de contaminantes antropogénicos en la atmósfera, como dióxido de azufre (SO_2), óxidos de nitrógeno (NO_x) y partículas suspendidas. Estos contaminantes reducen la visibilidad y afectan la salud humana y los ecosistemas. En particular, las emisiones continuas de SO_2 y NO_x provocan acidificación de la lluvia, debilitamiento de la capa de ozono y aumento de ozono troposférico. Las principales fuentes de estas emisiones provienen de la combustión de combustibles fósiles, carbón y biomasa.

Si bien las refinerías eliminan parte del azufre mediante hidrodesulfuración (HDS), este proceso presenta limitaciones importantes: bajo rendimiento en fracciones pesadas, altos costos operativos por el uso de hidrógeno y catalizadores costosos, y requerimiento de altas temperaturas y presiones que incrementan el consumo energético. Además, resulta poco efectivo para eliminar compuestos sulfurados complejos.

En este contexto, la electrodesulfuración se plantea como una alternativa innovadora y sostenible, con ventajas significativas: a) menor consumo energético al operar a temperaturas moderadas, b) mayor selectividad hacia compuestos específicos de azufre, y c) posibilidad de emplear materiales electrodos duraderos y de bajo costo.

4. Antecedentes

Diversos estudios recientes han demostrado el potencial de los métodos electroquímicos y de procesos híbridos para la desulfuración de combustibles líquidos, particularmente en sistemas que combinan extracción previa y oxidación electroquímica. Uno de los trabajos más cercanos al enfoque de esta tesis es el de Tang et al., 2015, quienes desarrollaron un

proceso integrado de extracción con solventes polares seguido de oxidación electroquímica, demostrando que la combinación secuencial de ambas técnicas incrementa significativamente la eficiencia de remoción de compuestos azufrados. Su estudio confirma que la pre-extracción con acetonitrilo favorece la transferencia de masa y reduce la carga orgánica sobre los electrodos, lo cual coincide directamente con la metodología empleada en este trabajo.

En la misma línea, Hu et al., 2025, propusieron un sistema termo-electroquímico aplicado a la desulfuración de diésel, donde la energía solar se utiliza para impulsar la oxidación de especies azufradas. Aunque su enfoque incorpora un componente térmico adicional, su contribución es fundamental al demostrar la conversión sucesiva de sulfuros a sulfóxidos y sulfonas, mecanismo que también se observa mediante voltamperometría cíclica en el presente estudio. Este trabajo resalta la importancia del control preciso del voltaje, la temperatura y el tiempo de electrólisis para evitar reacciones secundarias no deseadas.

Un estudio relevante en el campo de la remoción de azufre es el realizado por Baatar et al. 2017, quienes exploraron la desulfuración electroquímica del carbón en medios neutros y alcalinos. Su trabajo demostró que la aplicación de técnicas electroquímicas permite eliminar compuestos sulfurados de manera más eficiente y con menor impacto ambiental en comparación con los métodos termoquímicos convencionales. Los autores evidenciaron que el proceso electroquímico facilita la ruptura selectiva de enlaces entre el azufre y la matriz carbonosa, promoviendo su oxidación y liberación bajo condiciones operativas moderadas. Además, señalaron que el medio alcalino favorece la eficiencia del proceso, posiblemente debido a una mayor movilidad iónica y a la estabilización de especies oxidadas del azufre. Este estudio confirma el potencial de la electroquímica como una estrategia viable para avanzar hacia tecnologías más limpias de desulfuración.

Wang et al., 2007 desarrollaron uno de los primeros métodos eficientes de desulfuración aplicados a combustibles ligeros mediante ****oxidación electroquímica catalítica****, demostrando la viabilidad de este enfoque como alternativa a los procesos convencionales de hidrodesulfuración. En su estudio, los autores emplearon una celda electroquímica

equipada con electrodos catalíticos capaces de promover la oxidación selectiva de compuestos organosulfurados presentes en la gasolina, logrando convertirlos en especies más polares que posteriormente pueden ser removidas por procesos de separación física. Los investigadores evaluaron parámetros operativos como el voltaje, la densidad de corriente y el tiempo de tratamiento, observando reducciones significativas del contenido de azufre, lo que confirmó tanto la eficiencia del método como el potencial de la electrooxidación para alcanzar desulfuraciones profundas sin recurrir a condiciones extremas de presión o temperatura. Este trabajo constituye un antecedente clave para las investigaciones actuales, ya que establece las bases conceptuales y experimentales que sustentan el empleo de sistemas electroquímicos como una vía limpia y adaptable para la remoción de compuestos sulfurados en combustibles.

En un estudio relevante para el presente trabajo, Tavan et al., 2020 desarrollaron un novedoso método de desulfuración aplicado a crudo pesado (“gas-oil”) con elevado contenido de azufre mediante oxidación electroquímica. Utilizando una celda electroquímica, lograron convertir los compuestos organosulfurados del crudo en especies oxidadas más polares, lo que facilita su remoción posterior. Este proceso mostró altos niveles de eficiencia en la eliminación de azufre bajo condiciones optimizadas, lo que evidencia la viabilidad de los métodos electroquímicos para tratar corrientes de crudo con desulfuración profunda. Sus resultados respaldan la idea de usar electrooxidación como una alternativa más limpia y controlable frente a los procesos convencionales, especialmente en procesos donde se requiere tratar combustibles con contenido de azufre muy elevado.

En conjunto, estas investigaciones constituyen la base científica que respalda el enfoque metodológico de este trabajo de tesis. La convergencia de evidencia experimental demuestra que los procesos híbridos de extracción y oxidación electroquímica representan una alternativa viable, controlable y eficiente para la desulfuración de combustibles pesados, especialmente cuando se optimizan los parámetros electroquímicos y las condiciones de extracción.

5. Objetivos

5.1 Objetivo general

Evaluar el proceso de desulfuración de una muestra de combustóleo proveniente de una refinería a través de dos etapas continuas que incluye la extracción y la electrodesulfuración.

5.2 Objetivos particulares

- Evaluar el tiempo de contacto entre el disolvente orgánico con el combustóleo como paso previo a la etapa de desulfuración electroquímica.
- Determinar las mejores condiciones de operación para electrodesulfurar una muestra de combustóleo en medio acuoso como material de electrodos, temperatura, potencial aplicado y tiempo de electrólisis.
- Monitorear por voltamperometría cíclica la señal electroquímica de los compuestos azufrados extraídos del combustóleo, en las dos etapas del proceso.

6. Hipótesis

La combinación de una etapa previa de extracción con acetonitrilo, seguida de un proceso electroquímico, se espera que permita una desulfuración más eficiente del combustóleo proveniente de una refinería. Se anticipa que los electrodos de DSA y titanio presenten un mayor rendimiento en la remoción de compuestos azufrados y generen menos subproductos no deseados, en comparación con electrodos de acero y cobre, debido al mayor sobrepotencial que poseen para la evolución de oxígeno.

7. Marco teórico

7.1 El azufre y la problemática ambiental con las partículas en la atmósfera

La Organización Mundial de la Salud (OMS) realizó un análisis comparativo sobre la contaminación atmosférica, centrado en la concentración de partículas finas (PM₁₀ y PM_{2.5}) presentes en el aire (Organización Panamericana de la Salud, s.f.). Los resultados indicaron que dichas partículas contienen azufre, entre otros contaminantes, los cuales pueden generar efectos graves sobre la salud pública (Figura 1). Asimismo, la OMS ha clasificado a los gases de escape del diésel como cancerígenos para los seres humanos, basándose en evidencia científica que vincula la exposición a estos gases con un mayor riesgo de cáncer de pulmón (Organización Mundial de la Salud, 2025).

La inhalación de gases de diésel, en particular de las micropartículas de hollín, puede desencadenar ataques de asma e incluso inducir la aparición de esta enfermedad en personas previamente sanas. A corto plazo, la exposición puede provocar síntomas como tos, dolor de cabeza y náuseas; mientras que, a largo plazo, puede ocasionar daños graves en los pulmones y el corazón, además de estar asociada con diversas afecciones críticas para la salud (EPA, 2024).

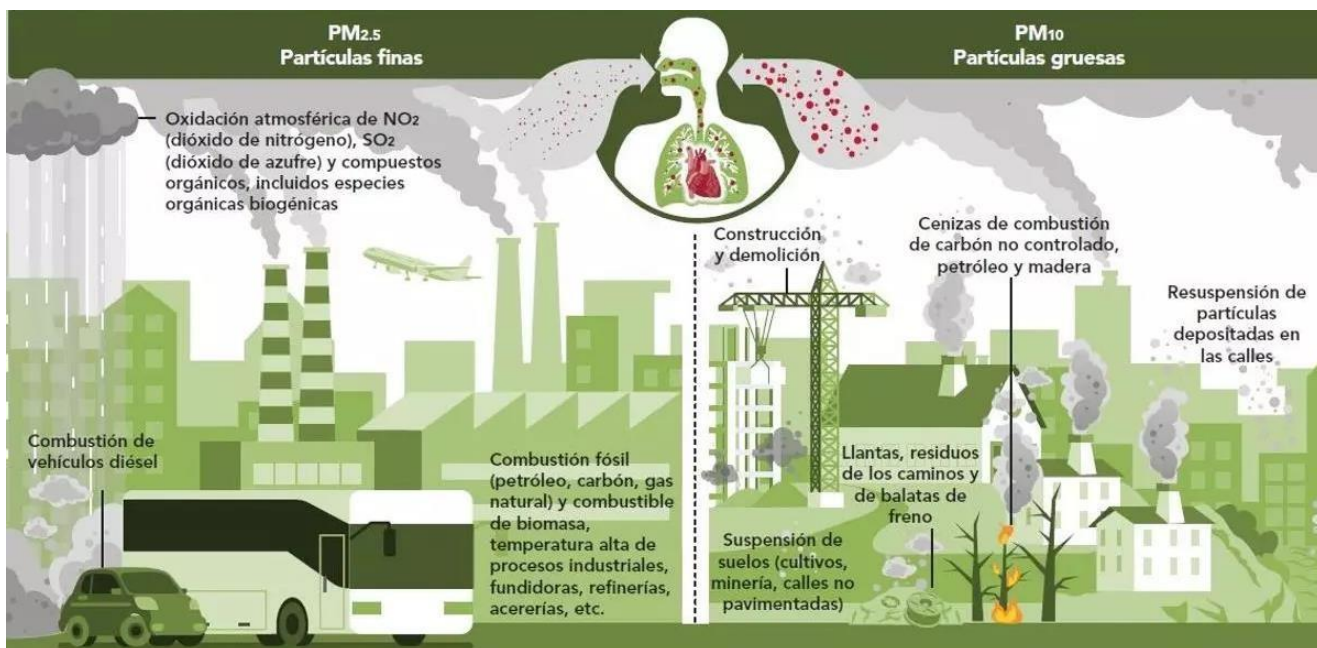


Figura 1. Contaminación por partículas finas PM 10 y PM 2.5 (Lluís-Ferrer, 2022)

Los grupos más vulnerables incluyen niños, personas de edad avanzada y pacientes con enfermedades preexistentes. La exposición a estos gases puede aumentar el riesgo de desarrollar bronquitis bacteriana o viral, neumonía y otras infecciones respiratorias. Además, está asociada con un mayor riesgo de enfermedades cardiovasculares, como cardiopatía isquémica, infartos y muerte prematura (OMS, 2025).

7.2 Normas mexicanas de regulación relacionado a los hidrocarburos

El 11 de enero de 2006, se publicó en el Diario Oficial de la Federación (DOF) la NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, titulada *“Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental”*. Esta norma tiene como objetivo principal reducir el contenido de azufre en los combustibles, con el fin de minimizar su impacto ambiental (NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005).

En México, existen diversas regulaciones ambientales relacionadas con la reducción de emisiones de compuestos sulfurados y la protección de la calidad del aire, entre las que destacan:

- **NOM-044-SEMARNAT-2006:** Establece los límites máximos permitidos de emisión de hidrocarburos totales, hidrocarburos no metano, monóxido de carbono, óxidos de nitrógeno y la opacidad del humo proveniente de motores a diésel (NOM-044-SEMARNAT-2006).
- **NOM-016-CRE-2016:** Define las especificaciones de calidad que los petrolíferos deben cumplir a lo largo de toda su cadena de producción y suministro en México (NOM-016-CRE-2016).
- **NOM-022-SSA1-2010:** Establece los criterios para evaluar la calidad del aire respecto a la concentración de dióxido de azufre (SO₂), fijando valores normativos para proteger la salud pública (NOM-022-SSA1-2010).
- **NOM-148-SEMARNAT-2006:** Regula los requisitos para la recuperación de azufre en los procesos de refinación de petróleo, con el fin de reducir las emisiones de compuestos sulfurados a la atmósfera, e indica el método de cálculo correspondiente (NOM-148-SEMARNAT-2006).

- **NOM-137-SEMARNAT-2003:** Establece lineamientos para el control de emisiones de compuestos de azufre en plantas desulfuradoras de gas y condensados amargos (NOM-137-SEMARNAT-2003).

Una proporción significativa de los contaminantes atmosféricos se origina en la combustión de carbón, petróleo y gasolina. Estas actividades, realizadas en instalaciones industriales, centrales eléctricas y refinerías, generan grandes cantidades de monóxido de carbono (CO), óxidos de nitrógeno (NOx) e hidrocarburos. Se estima que aproximadamente el 80 % del CO y cerca del 40 % de los NOx e hidrocarburos liberados a la atmósfera provienen de la combustión de gasolina y gas en motores de combustión interna.

7.3 Dióxido de azufre (SO₂)

El dióxido de azufre (SO₂) es un gas contaminante formado por azufre y oxígeno, que se libera principalmente durante la combustión de combustibles con alto contenido de azufre, como petróleo, diésel y carbón. Aunque el SO₂ también se encuentra de forma natural en la atmósfera, sus concentraciones pueden incrementarse debido a fuentes antropogénicas, afectando de manera negativa la salud humana, la vegetación y el equilibrio ecológico.

El SO₂, al ser soluble en agua, puede hidrolizarse y formar ácidos, lo que lo convierte en un agente irritante. Su interacción con la humedad de las mucosas y con partículas suspendidas en el aire incrementa su peligrosidad. La combinación de SO₂ con estas partículas puede ocasionar problemas de salud graves, especialmente en personas con enfermedades crónicas respiratorias o cardiovasculares, aumentando la morbilidad y mortalidad. Para proteger la salud pública, las normativas de calidad del aire establecen límites máximos permitidos, con el fin de monitorear y controlar la contaminación ambiental (Prana Air, 2025).

En las plantas, el SO₂ penetra en los tejidos y provoca necrosis foliar, afectando negativamente la vegetación. La contaminación por óxidos de azufre (SOx) también contribuye al deterioro del suelo, de materiales de construcción y de monumentos históricos de piedra, un fenómeno conocido como “el mal de la piedra”. No obstante, a pesar de su efecto perjudicial como contaminante, el SO₂ se utiliza ampliamente en la industria

alimentaria como aditivo conservante y agente antibacteriano, gracias a su capacidad para inhibir el crecimiento microbiano (Instituto para la Salud Geoambiental, 2022).

El límite máximo permitido de concentración de dióxido de azufre para la protección de la salud es de $288 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (0.110 ppm), medido como promedio en un período de 24 horas, una vez al año (NOM-022-SSA1-2010). Aunque las chimeneas industriales liberan contaminantes a grandes alturas, esto no reduce la cantidad total de emisiones. Más bien, provoca una mayor dispersión de los contaminantes, disminuyendo su concentración únicamente en el área inmediata a la fuente de emisión (Romero-Placeres et al., 2006).

La combustión de combustibles fósiles genera cantidades significativas de dióxido de azufre (SO_2) debido a la presencia de azufre en estos materiales (Simón, 2010). Cuando el SO_2 gaseoso entra en contacto con el agua de lluvia, se hidroliza formando una solución diluida de ácido sulfúrico (H_2SO_4), que, junto con el ácido nítrico (HNO_3), constituye el principal componente de la lluvia ácida (IDEAM, s/f).

7.4 El transporte y su aporte a la problemática con el SO_2

La movilidad representa más del 25 % del consumo energético global, concentrándose la demanda de petróleo principalmente en el sector del transporte, que abarca más del 50 % de este consumo, especialmente en el transporte por carretera. Actualmente, el motor de combustión interna alternativo (MCIA) es el sistema de propulsión más utilizado (Consejo Mundial de Energía, 2011).

De acuerdo con el Departamento de Energía de Estados Unidos, la mayoría de las investigaciones relacionadas con los motores de combustión interna alternativos (MCIA) se centran en la reducción del consumo de combustible y en la disminución de las emisiones contaminantes. Las emisiones vehiculares constituyen una fuente significativa de contaminación del aire en áreas urbanas, afectando tanto la calidad del aire local como el medio ambiente a nivel global.

Los vehículos con encendido por chispa, que utilizan gasolina como combustible, están equipados con convertidores catalíticos diseñados para reducir hasta en un 90 % las emisiones de monóxido de carbono (CO), hidrocarburos no quemados y óxidos de nitrógeno (NOx). Sin embargo, cuando se emplea gasolina con alto contenido de azufre, la eficiencia de estos catalizadores, conocidos como catalizadores de tres vías, disminuye significativamente. Esto se debe a que los compuestos de azufre se adsorben en los sitios activos del catalizador, impidiendo las reacciones necesarias y afectando la disponibilidad de oxígeno en su superficie, un elemento esencial para la reducción de NOx (Navarro et al., 2022).

El uso de gasolinas con elevado contenido de azufre puede generar efectos negativos a corto, mediano y largo plazo. A corto plazo, los compuestos de azufre se depositan en la superficie del catalizador. A mediano plazo, el azufre penetra en los metales preciosos del catalizador y en los materiales responsables del almacenamiento de oxígeno. Finalmente, a largo plazo, este proceso se vuelve irreversible, comprometiendo de manera permanente la eficacia del catalizador (Schifter et al., 2003).

7.5 Hidrocarburos empleados en la industria

7.5.1 Diesel

El diésel es una mezcla compleja de hidrocarburos obtenida a partir del proceso de destilación fraccionada del petróleo crudo. Su composición está integrada principalmente por hidrocarburos saturados (parafínicos y nafténicos) y aromáticos, en proporciones que dependen del tipo de crudo y del proceso de refinación empleado, generalmente con cadenas de carbono que oscilan entre 10 y 22 átomos por molécula. Esta composición le confiere una alta densidad energética, permitiendo liberar una cantidad significativa de energía durante su combustión (DeMotor, s/f).

Se trata de un combustible denso, aceitoso y pesado, de color blanquecino-verdoso, con una densidad aproximada de 850 kg/m³ y un elevado poder calorífico de 8,800 kcal/kg. Sus

hidrocarburos presentan baja volatilidad, lo que lo hace especialmente adecuado para su uso en motores diésel (British Petroleum, 1996–2005).

A diferencia de la gasolina, el diésel no se combina con etanol, pero contiene una mayor cantidad de aditivos destinados a mejorar sus propiedades. Cabe destacar que aproximadamente el 81 % de su contenido corresponde a carbono, lo que resalta su naturaleza carbonosa y su potencial para generar emisiones de carbono (AcademiaLab, s/f).

7.5.2 Gasolina

La gasolina es una mezcla compleja de hidrocarburos derivados del petróleo, compuesta principalmente por átomos de carbono e hidrógeno. Se obtiene mediante el proceso de destilación fraccionada del crudo y, para optimizar sus propiedades de desempeño y estabilidad, se le incorporan diversos aditivos.

Se trata de un líquido incoloro, altamente inflamable y volátil, con un poder calorífico elevado, cercano a 46 MJ/kg, y una densidad comparable a la del agua (CONUEE, s/f). Su composición incluye principalmente alcanos, alquenos y compuestos aromáticos, en proporciones que varían según la formulación y el tipo de combustible. La composición final depende tanto del proceso de refinación como de las especificaciones de calidad requeridas para los motores de combustión interna (Olah et al., 2003).

7.5.3 Combustóleo

El combustóleo es un residuo generado durante los procesos de destilación atmosférica y al vacío del petróleo crudo. Está compuesto principalmente por moléculas con más de 20 átomos de carbono y se presenta como una sustancia negra, de alta viscosidad y con un olor característico a petróleo, similar al chapopote. Además, es insoluble en agua. El combustóleo se obtiene a partir de la mezcla de residuos de vacío, aceite pesado y aceite ligero del proceso de desintegración catalítica (Figura 2) (Gobierno de México, 2016).

Este residuo se produce durante la separación de fracciones ligeras y pesadas del petróleo crudo y cuenta con diversas aplicaciones industriales. Destaca su uso como fuente de energía

para la generación de electricidad, en la producción de vapor en calderas industriales, así como en hornos de secado y rotatorios, debido a su elevado poder calorífico (Petróleos Mexicanos, s/f).

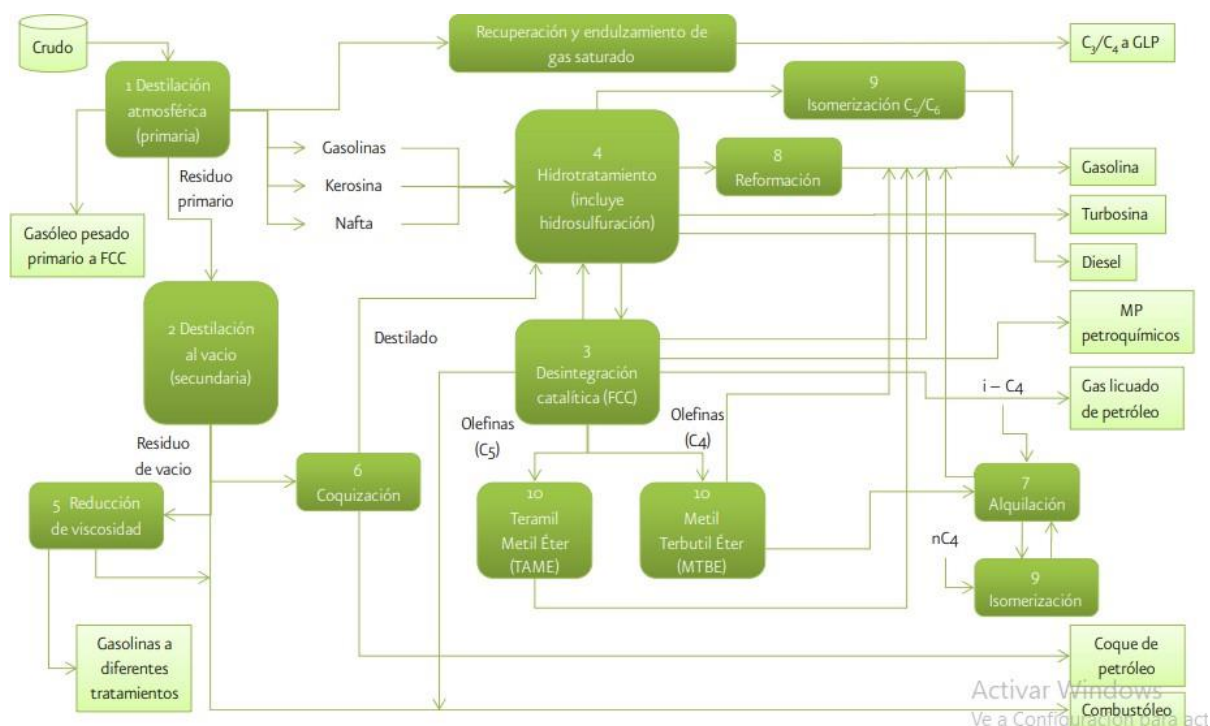


Figura 2. Refinación del petróleo (Secretaría de Energía. s/f.)

Aunque no existe una definición única para el combustóleo, en el contexto de Petróleos Mexicanos (PEMEX) se considera el derivado de menor calidad obtenido del proceso de refinación del petróleo crudo. No obstante, a pesar de su baja calidad, representa el producto de mayor volumen en la producción de la empresa. Este residuo se obtiene tras el tratamiento del crudo en refinerías diseñadas para maximizar la producción de este tipo de derivado.

7.6 Métodos existentes para desulfurar combustibles

Las normativas ambientales, cada vez más estrictas y con sanciones severas, destacan la necesidad de reducir al mínimo el contenido de azufre en los combustibles fósiles. Los procesos de desulfuración pueden clasificarse en físicos, químicos y biológicos. Entre los métodos físicos se incluyen la desulfuración por gravedad, la extracción líquido-líquido y la

adsorción, entre otros (Álvarez-Amparán & Cedeño-Caero, 2021). En cuanto a los procesos químicos, destacan la lixiviación alcalina, la pirólisis y los procesos electroquímicos; sin embargo, la mayoría de estos métodos requieren condiciones de alta presión, temperaturas elevadas o medios de reacción con carácter ácido o alcalino (Hu et al., 2025). A continuación, se describen algunos de los métodos más utilizados en la desulfuración de combustibles.

7.6.1 Hidrodesulfuración

La hidrodesulfuración (HDS) es un proceso ampliamente utilizado en la industria petrolera para reducir el contenido de azufre en combustibles derivados del petróleo, como diésel y gasolina. Sin embargo, presenta limitaciones, especialmente en la eliminación de compuestos aromáticos, dificultando alcanzar niveles muy bajos de azufre. Este proceso ha sido fundamental para cumplir con las normativas medioambientales que regulan las emisiones de dióxido de azufre (SO_2), un contaminante que contribuye a la formación de lluvia ácida y smog. La HDS se realiza mediante la reacción de los compuestos orgánicos azufrados con hidrógeno (H_2) en presencia de catalizadores, generalmente basados en molibdeno (Mo) o cobalto-molibdeno (Co-Mo) sobre un soporte de alúmina (Al_2O_3) (Coutinho et al., 2024).

El proceso de HDS comprende dos etapas principales: la desulfuración de compuestos como el dibenzotiofeno (DBT) y sus derivados, y la eliminación de otros compuestos azufrados, como las mercaptanas. Los compuestos orgánicos azufrados se transforman en productos sin azufre mediante reacciones de hidrogenación y escisión de enlaces carbono-azufre (Coutinho et al., 2024).

Entre sus principales ventajas, la HDS permite reducir de manera significativa las emisiones contaminantes de los combustibles, lo que resulta crucial en el contexto de estrictas regulaciones medioambientales. No obstante, enfrenta desafíos importantes, como la desactivación del catalizador por envenenamiento con metales presentes en el crudo, como vanadio o níquel (Pham et al., 2024).

A pesar de estas limitaciones, la HDS continúa siendo uno de los métodos más eficaces para la desulfuración de combustibles fósiles y es objeto de investigación constante para mejorar su eficiencia y reducir los costos operativos (Pham et al., 2024).

7.6.2 Biodesulfuración

La biodesulfuración (BDS) es una técnica empleada para eliminar el azufre (S) presente en las fracciones del petróleo mediante el uso de bacterias especializadas en metabolizar este elemento. Estas bacterias requieren azufre para mantener la estructura de ciertas coenzimas, aminoácidos y proteínas esenciales para su metabolismo. Pueden obtenerlo de diversas fuentes, como el dibenzotiofeno (DBT) y sus derivados alquílicos, contribuyendo así a reducir el contenido de azufre en la fracción tratada (Briceño-Beltrán et al., 2001).

El proceso de eliminación de azufre puede realizarse mediante dos mecanismos principales: la degradación destructiva, que implica la ruptura de enlaces carbono-carbono, y la desulfuración directa, que consiste en la escisión de enlaces carbono-azufre. Diferentes cepas microbianas son capaces de remover selectivamente estos compuestos aromáticos policíclicos, lo que permite adaptar la técnica a las necesidades específicas del sector petrolero.

No obstante, uno de los mayores desafíos asociados con la BDS es mantener la actividad de las bacterias en condiciones adversas, como altas temperaturas y variaciones de pH. Estos microorganismos son sensibles a los cambios ambientales, lo que puede disminuir su eficacia en la metabolización del azufre. Además, el proceso puede resultar costoso debido a los requerimientos específicos para el cultivo y mantenimiento de las bacterias, así como a la necesidad de implementar sistemas de control de temperatura y pH en instalaciones industriales. Estas limitaciones técnicas y logísticas representan un desafío importante para la adopción comercial de la biodesulfuración en la industria petrolera (Lateef et al., 2019).

7.6.3 Destilación reactiva

La destilación reactiva es una técnica innovadora que combina, en un solo proceso, la desulfuración y la separación de los productos resultantes. Esta tecnología emplea tanto

catalizadores tradicionales de hidrodesulfuración (HDS) como catalizadores de nueva generación. Su principal ventaja radica en la mejora de la eficiencia en la eliminación de compuestos orgánicos que contienen azufre (COA), al permitir la separación simultánea de los productos de la reacción.

Además, la destilación reactiva prolonga la vida útil del catalizador al facilitar la disipación del calor generado durante la reacción. Los reactores de destilación reactiva pueden contar con múltiples entradas, lo que permite tratar de manera independiente las fracciones ligeras y pesadas en lechos catalíticos específicos, optimizando la eliminación de los distintos COA presentes en cada fracción. Para incrementar aún más la eficacia del proceso, las fracciones pueden ser alimentadas de forma paralela o en contracorriente, mejorando la interacción entre los componentes y los catalizadores.

Esta metodología representa una solución prometedora para la desulfuración de productos petrolíferos, ofreciendo importantes beneficios en términos de eficiencia y durabilidad del catalizador (Cárdenas-Guerra et al., 2010).

7.6.4 Adsorción

La eliminación de compuestos orgánicos azufrados (COA) mediante tecnología de adsorción consiste en emplear un adsorbente sólido capaz de retener estas moléculas. La efectividad del proceso depende de factores como la capacidad del material para capturar los COA, su selectividad hacia estos compuestos, su estabilidad durante la operación y su posibilidad de regeneración.

Existen dos mecanismos principales de adsorción: física y química. En la adsorción física, los COA se adhieren a la superficie del adsorbente, lo que permite su posterior remoción y la reutilización del material. En la adsorción química, en cambio, se utiliza una corriente de hidrógeno (H_2) que induce la reacción de los COA con el sólido, transformándolos en sulfuros que quedan atrapados en el adsorbente (Sikarwar et al., 2018).

7.6.5 Extracción líquido-líquido con disolventes

La eliminación de compuestos orgánicos azufrados (COA) puede realizarse mediante extracción física, utilizando disolventes orgánicos que aprovechan la diferencia de polaridad entre los COA y el disolvente. Esta técnica permite remover entre el 50 % y el 90 % de los COA presentes en las corrientes tratadas, empleando disolventes polares como alcoholes, acetona, polietilenglicol, compuestos nitrogenados, acetonitrilo, dimetil sulfóxido y tetrametil sulfona.

La eficiencia del proceso aumenta cuando se aplican múltiples ciclos de extracción, logrando completar la separación en cuestión de segundos o minutos, según el disolvente utilizado. Para regenerar el disolvente, se emplea la destilación, eliminando los COA retenidos y permitiendo su reutilización en ciclos posteriores.

Asimismo, la fuerza iónica de los líquidos iónicos (LI) puede modificarse mediante la incorporación de grupos catiónicos o aniónicos, lo que los convierte en una opción prometedora para esta aplicación. Se ha sugerido que, para obtener corrientes con contenido ultra bajo de azufre (UBA), es posible combinar una extracción física inicial con disolventes polares u orgánicos, seguida de la eliminación de los COA más persistentes mediante líquidos iónicos (Królikowski et al., 2019).

7.6.6 Oxidación fotoquímica

Este método se caracteriza por su alta eficacia y por la posibilidad de operar en condiciones de reacción moderadas. Consta de dos fases: en la primera, los compuestos azufrados se extraen del aceite hacia un disolvente polar; en la segunda, se someten a fotooxidación o fotodescomposición mediante irradiación con luz ultravioleta (UV). Aunque la reacción de oxidación es similar a la de otros procesos, en este caso la energía requerida proviene de la luz en lugar de calor.

Se han desarrollado diversas variantes para tratar distintos tipos de petróleo ligero y compuestos organosulfurados, como tiofeno, benzotiofeno y dibenzotiofeno. Los ensayos con petróleos ligeros modelo han demostrado una remoción de azufre cercana al 90 %,

aunque la etapa inicial de extracción limita la efectividad del proceso en petróleos pesados (Zhao et al., 2008).

7.6.7 Electrodesulfuración

La electrodesulfuración (EDS) se ha investigado como una alternativa prometedora y de bajo costo para la eliminación de compuestos azufrados en combustibles. Este proceso se basa en la aplicación de electricidad para inducir reacciones redox que permiten eliminar o transformar los compuestos organosulfurados, reduciendo su contenido de azufre o convirtiéndolos en compuestos más polares. Estudios iniciales han demostrado que la EDS mejora significativamente la calidad del combustible, al eliminar compuestos como el dibenzotiofeno y otros tioles presentes en diésel y otros derivados del petróleo (Méndez et al., 2025; Shams et al., 2021).

Una de las principales ventajas de la electrodesulfuración es la posibilidad de controlar la capacidad oxidante generada electroquímicamente mediante el ajuste del potencial suministrado por la fuente de alimentación, lo que permite un desempeño superior al de los procesos de desulfuración oxidativa tradicionales. Además, esta técnica funciona en condiciones de operación suaves, sin requerir grandes cantidades de hidrógeno, lo que la hace más económica y ambientalmente amigable en comparación con la hidrosulfuración (Lam et al., 2012).

La EDS permite llevar a cabo la eliminación de azufre a temperaturas y presiones moderadas, reduciendo significativamente el consumo energético y los costos operativos del proceso (Zhao et al., 2008). Su versatilidad también se evidencia en la posibilidad de controlar los productos obtenidos ajustando el potencial aplicado, lo que amplía las opciones de tratamiento según la naturaleza de los compuestos sulfurados.

Un proceso electroquímico típico combina simultáneamente reacciones de oxidación y reducción. En la desulfuración por reducción electroquímica, los compuestos azufrados pueden transformarse en H_2S , que luego puede ser removido en forma de gas o líquido, según la configuración del sistema (Lam et al., 2012).

Aunque los resultados recientes son alentadores, la electrodesulfuración aún se encuentra en una fase inicial de desarrollo, por lo que se requieren investigaciones adicionales para optimizar la técnica y lograr su implementación a escala industrial. Diferentes grupos de investigación han estudiado cómo los materiales de los electrodos, las condiciones experimentales y la estructura de los compuestos sulfurados influyen en la eficiencia del proceso (Shams et al., 2021) Ec, 1.

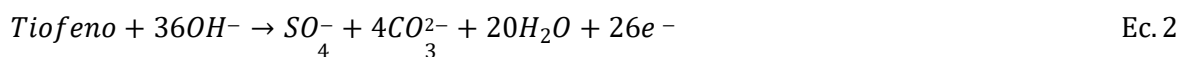


Hu et al. (2025) describen el mecanismo de oxidación electroquímica directa de los compuestos azufrados presentes en una muestra de diésel, utilizando un enfoque que combina calor solar y oxidación electroquímica. En su estudio, emplearon el tiofeno como compuesto modelo y determinaron que su oxidación ocurre en tres etapas:

1. Oxidación del tiofeno a tiofeno sulfoxido.
2. Oxidación del tiofeno sulfoxido a tiofenosulfona.
3. Conversión final del tiofenosulfona en iones sulfato (SO_4^{2-}).

Estas reacciones se producen tanto en el ánodo como en el cátodo del sistema electroquímico, según lo muestran las ecuaciones 2 y 3:

Ánodo:



Cátodo:



8. Metodología

El proceso de desulfuración del combustóleo se realiza en dos etapas complementarias. En la primera fase, se lleva a cabo la extracción de compuestos azufrados utilizando un disolvente orgánico, como el acetonitrilo, que aprovecha las diferencias de polaridad para transferir los compuestos sulfurados desde el combustóleo hacia el disolvente. Esta etapa permite eliminar la mayor parte de los compuestos azufrados presentes en la muestra. La segunda fase consiste en la electrodesulfuración, un proceso electroquímico que remueve los compuestos azufrados residuales que no fueron eliminados durante la extracción inicial. En este paso, la aplicación de un potencial controlado sobre electrodos adecuados facilita la oxidación y/o reducción de los compuestos sulfurados, convirtiéndolos en productos más polares y fácilmente separables. De esta manera, la Figura 3 presenta la metodología general seguida para la obtención de los resultados del proceso completo de desulfuración del combustóleo.

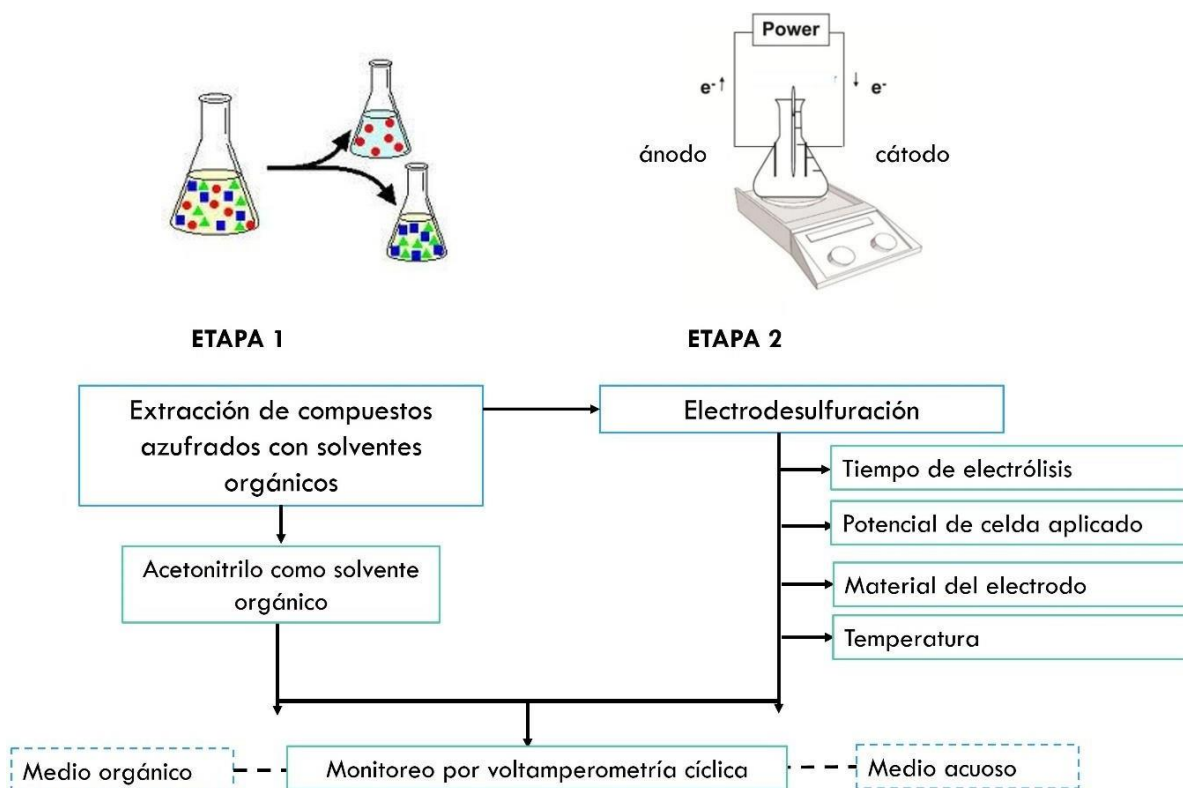


Figura 3. Metodología general a seguir para la remoción de compuestos azufrados presentes en una muestra de combustóleo pesado.

La muestra de combustóleo empleada en el presente trabajo de tesis no fue caracterizada fisicoquímicamente debido a la falta de equipos especializados. No obstante, en la Tabla 1 se presentan algunas características generales que fueron proporcionadas junto con la muestra al momento de su recepción.

Tabla 1. Características generales de la muestra de combustóleo empleada en este trabajo de tesis.

COMBUSTÓLEO PESADO	
Estado físico	Líquido
Descripción general	Hidrocarburo líquido oscuro.
Usos generales	Combustible en hornos, secadores y calderas. También se usa para calentadores (unidades de calefacción) y en plantas de generación de energía eléctrica.
Color	Oscuro
Olor	Característico a petróleo
Solubilidad en agua	Insoluble
Estabilidad química	Estable a temperatura ambiente

A continuación, se describe de manera general las actividades de cada etapa descritas en la metodología general.

Etapa 1:

Para la primera etapa del proceso de desulfuración, se emplea acetonitrilo (CH_3CN , MERCK grado HPLC; Anexo 2) como disolvente debido a su alta selectividad hacia compuestos azufrados, su baja reactividad con el combustóleo y su bajo punto de ebullición ($81.6\text{ }^\circ\text{C}$), lo que facilita su recuperación por destilación. Además, su polaridad moderada y la capacidad de formar puentes de hidrógeno con tioles, tiofenos y dibenzotiofenos mejora la eficiencia de extracción, especialmente de compuestos azufrados aromáticos.

Se procede a colocar 50 mL de combustóleo pesado en un vaso de precipitados de 500 mL, al cual se le adicionan 235 mL de acetonitrilo marca MERCK, grado HPLC, para iniciar la agitación manual (Figura 4). La mezcla se agita manualmente durante 10, 20 o 30 min, observando que el acetonitrilo se torna de color naranja, indicativo de la extracción de compuestos azufrados polares.

Se asume que únicamente los compuestos azufrados polares son extraídos, dado que son solubles en el disolvente polar, mientras que los componentes no polares permanecen en la fase de combustóleo debido a su baja solubilidad en acetonitrilo.



Figura 4. Experimento donde se aprecia la agitación manual de 50 mL de combustóleo con 325 mL de acetonitrilo. **Nota:** La muestra de combustóleo pesado que queda en el fondo del vaso de precipitados se resguarda para ocuparse en la metodología de la etapa 2.

Para determinar el grado máximo de saturación de los compuestos azufrados extraídos con acetonitrilo se empleó la técnica de voltamperometría cíclica (ver Anexo 4), dado que estos compuestos presentan señales de oxidación bien definidas. En este procedimiento se utilizó un electrodo de trabajo de carbón vítreo de 3 mm de diámetro, un electrodo auxiliar de alambre de platino y un electrodo de referencia Ag|AgCl con KCl 3 M.

Tras la agitación del combustóleo con acetonitrilo, la mezcla se filtró tres veces utilizando papel filtro WHATMAN No. 42. Posteriormente, se tomaron 13 mL del acetonitrilo filtrado, los cuales se transfirieron a la celda electroquímica (ver Anexo 1). A la muestra se añadió $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ 0.1 M (hexafluorofosfato de tetrabutilamonio, marca Aldrich; ver Anexo 3) como electrolito. Finalmente, se colocaron los electrodos de trabajo, auxiliar y de referencia antes mencionados para llevar a cabo el análisis voltamperométrico (Figura 5).

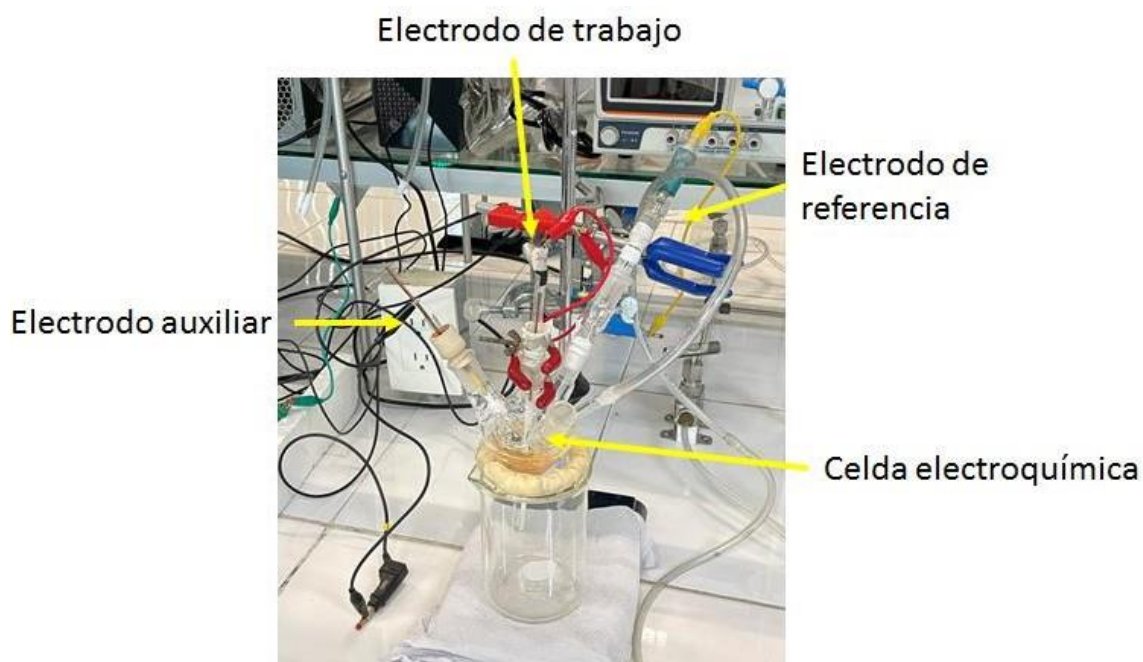


Figura 5. Montaje del sistema electroquímico donde se llevan a cabo las voltamperometrías cíclicas para monitorear la extracción de compuestos azufrados.

De esta manera, se determina cuántas veces puede reutilizarse el acetonitrilo para extraer la máxima cantidad de compuestos azufrados presentes en el combustóleo. Para la primera extracción, a una muestra de combustóleo (50 mL) se le adicionan 350 mL de acetonitrilo limpio, y la mezcla se agita durante un tiempo determinado (10, 20 o 30 minutos). El acetonitrilo resultante se decanta, se filtra y se analiza mediante voltamperometría cíclica (VC). El objetivo de este análisis es monitorear la corriente de pico; un aumento en la corriente indica que el disolvente ha extraído una mayor cantidad de compuestos azufrados.

Posteriormente, a la misma muestra de combustóleo se le adiciona nuevamente acetonitrilo limpio para realizar una segunda extracción, seguida de su análisis por VC. Este procedimiento se repite hasta tres veces (1.^a, 2.^a y 3.^a extracción), hasta que los voltamperogramas muestran que la señal de corriente de pico se mantiene constante, indicando que se ha alcanzado el grado máximo de saturación del disolvente.

Etapa 2:

La segunda etapa del proceso consiste en llevar a cabo la electrodesulfuración del combustóleo obtenido de la primera etapa. Antes de realizar el experimento completo, se determinan los parámetros experimentales que optimicen la eficiencia del proceso, los cuales son:

- a) Tiempo de electrólisis
- b) Potencial de celda aplicado
- c) Temperatura
- d) Material de los electrodos

Cada parámetro se determina de manera consecutiva, manteniendo las otras tres constantes. Por ejemplo, para encontrar el tiempo óptimo de electrólisis, se fijan el potencial de celda, la temperatura y los materiales de los electrodos (ánodo y cátodo). De manera similar, para determinar el potencial de celda, se mantiene fijo el tiempo de electrólisis, la temperatura y los materiales de los electrodos. El mismo procedimiento se aplica para establecer la temperatura adecuada y el material de los electrodos.

Finalmente, la etapa 2 se lleva a cabo utilizando los valores seleccionados de los cuatro parámetros anteriores (tiempo de electrólisis, potencial de celda, temperatura y material de los electrodos). Cabe señalar que, en todos los experimentos previos de optimización, se empleó cobre como ánodo y acero inoxidable como cátodo, (Cu (+) /Acero (-)) (Tavan, et al., 2020).

Al igual que en la primera etapa, el monitoreo de la extracción de compuestos azufrados se realiza mediante voltamperometría cíclica. A continuación, se describe detalladamente la determinación de cada parámetro experimental de manera individual.

a) Tiempo de electrólisis

A una muestra de 50 mL de combustóleo se le adicionan 235 mL de una disolución de NaOH 0.7 M (MERCK), la cual actúa como medio electrolítico para favorecer la conductividad iónica durante la electrólisis. Posteriormente, se sumergen los electrodos metálicos —cobre como ánodo y acero inoxidable como cátodo— manteniendo una separación fija de 10 cm entre ellos, con el fin de asegurar una distribución homogénea del campo eléctrico dentro del sistema.

Para esta serie de experimentos, se evaluaron tiempos de electrólisis de 10, 20, 30 y 40 min, conservando constante el potencial de celda en 8 V. El voltaje se aplicó mediante una fuente de alimentación de corriente directa marca GWINSTEK, modelo SPS-606, garantizando un suministro estable y continuo durante todo el proceso.

Una vez ensamblado el sistema, el sistema electroquímico se coloca sobre una parrilla de calentamiento con control digital para mantener la temperatura dentro del rango de 60 °C a 80 °C, valores seleccionados considerando que temperaturas moderadamente elevadas disminuyen la viscosidad del combustóleo y favorecen la movilidad de los compuestos azufrados hacia la interfaz electrodo-solución. Simultáneamente, la mezcla se agita empleando dos mecanismos: una barra magnética en la parte inferior del vaso y un agitador de propelas en la superficie. Esta doble agitación permite asegurar una adecuada homogeneización del sistema, evitando zonas muertas y facilitando el contacto eficiente entre los compuestos susceptibles de oxidarse o reducirse y la superficie activa de los electrodos (Figura 6).



Figura 6. Sistema electroquímico empleado para la electrodesulfuración, con los electrodos sumergidos en una disolución de NaOH 0.7 M en contacto con el combustóleo. El montaje se encuentra colocado sobre una parrilla de calentamiento con agitación incorporada, operando en el rango de 60–80 °C para favorecer la homogenización y el proceso electroquímico. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

Los electrodos de cobre y acero inoxidable, utilizados como ánodo y cátodo respectivamente, consisten en placas metálicas de 25 × 5 cm. Antes y después de cada electrólisis, ambos electrodos se someten a un proceso de limpieza y acondicionamiento que incluye un pulido inicial con lija de agua número 2000, seguido de un pulido fino con alúmina. Este procedimiento permite eliminar residuos, productos de corrosión o depósitos generados durante la electrólisis, garantizando así una superficie activa limpia y un desempeño electroquímico reproducible. La Figura 7 muestra el estado de los electrodos después del tratamiento de limpieza.

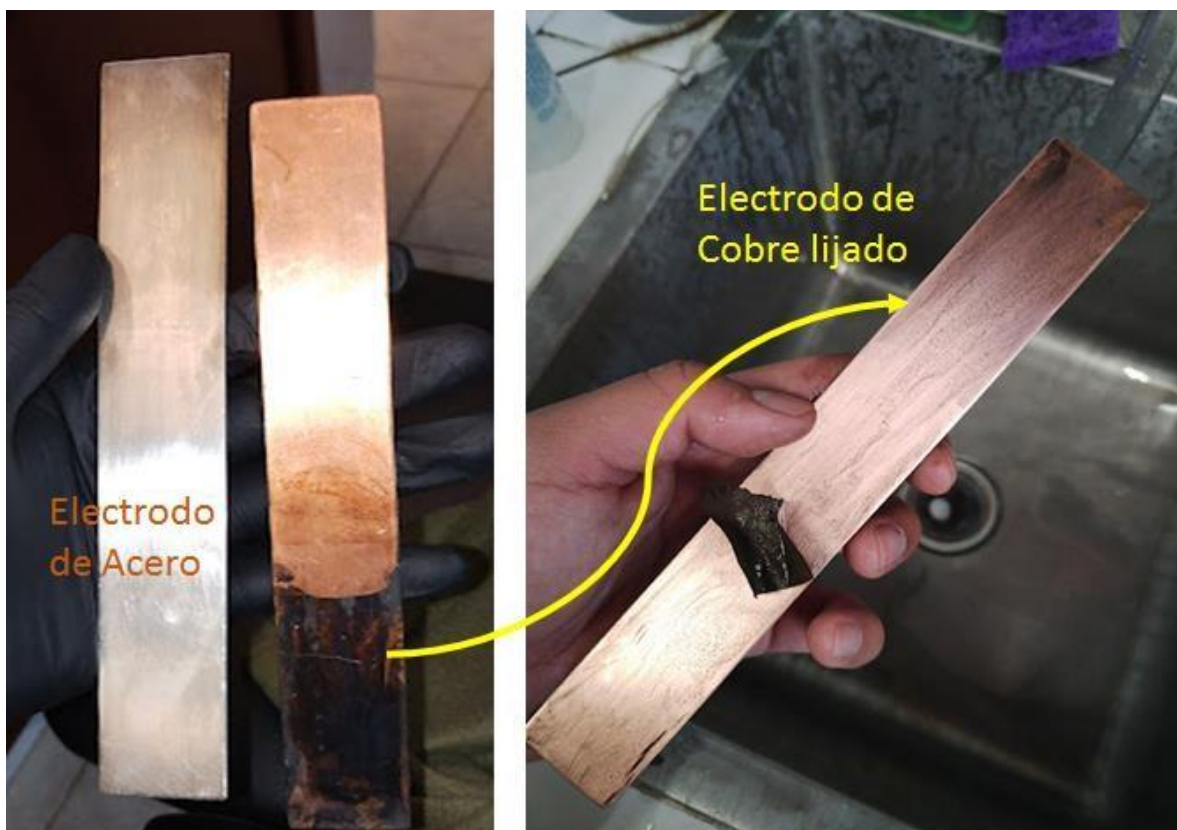


Figura 7. Electrodos de acero inoxidable (cátodo, izquierda) y cobre (ánodo, derecha) después de llevar a cabo la electrólisis y durante el proceso de lijado.

Una vez concluida la electrólisis, la disolución de NaOH se filtra tres veces utilizando papel filtro WHATMAN No. 42, con el fin de separarla completamente del combustible remanente. Posteriormente, esta fase acuosa se analiza mediante voltamperometría cíclica (VC). Es importante mencionar que, en esta etapa del estudio, también se somete a análisis por VC el acetonitrilo obtenido tras realizar una extracción líquido-líquido entre la disolución de NaOH electrolizada y acetonitrilo limpio. De este modo, para cada muestra tratada electroquímicamente se obtienen dos voltamperogramas: uno correspondiente al medio acuoso (disolución de NaOH electrolizada) y otro al medio orgánico (acetonitrilo empleado en la extracción).

Los electrodos utilizados para los análisis voltamperométricos son los mismos empleados en la etapa 1: un electrodo de trabajo de carbón vítreo de 3 mm de diámetro, un electrodo de referencia Ag|AgCl (3 M KCl) y un electrodo auxiliar de alambre de platino.

La muestra acuosa puede analizarse directamente, sin necesidad de agregar electrolito soporte adicional, dado que el propio NaOH contenido en la solución proporciona la conductividad requerida. Para el análisis de la fase orgánica, en cambio, es necesario realizar previamente una extracción líquido-líquido (Figura 8). Para ello, en un embudo de separación de 250 mL se colocan 20 mL de la disolución de NaOH electrolizada previamente filtrada, junto con 20 mL de acetonitrilo limpio. La mezcla se agita vigorosamente durante 30 s y luego se deja reposar entre 10 y 15 min hasta la formación de dos fases bien definidas: una fase inferior correspondiente a la solución acuosa de NaOH y una fase superior compuesta por el acetonitrilo. Es esta fase orgánica (fase superior) la que se recupera y se emplea para el análisis por voltamperometría cíclica.



Figura 8. Extracción líquido-líquido realizado entre la disolución de NaOH electrolizada y acetonitrilo puro, después de aplicar el procedimiento en tres ocasiones. En la región intermedia se observa un anillo característico correspondiente a la fase de NaOH que se forma por la diferencia de densidades y polaridades entre ambos solventes. La fase superior está constituida por acetonitrilo (CH_3CN).

El procedimiento ilustrado en la Figura 8 se repite tres veces utilizando la misma muestra de disolución de NaOH electrolizado, con el propósito de maximizar la transferencia de compuestos electro-oxidados hacia la fase orgánica. En cada ciclo de extracción se adicionan volúmenes iguales de acetonitrilo y se agita vigorosamente para asegurar un adecuado contacto entre fases.

El proceso se considera completo cuando se han recuperado aproximadamente 60 mL de acetonitrilo en total, o bien cuando se observa la formación de un anillo blanco en la zona intermedia del embudo de separación, indicativo de la presencia de NaOH insolubilizado que marca el límite entre ambas fases. Este anillo confirma que el equilibrio de distribución se ha alcanzado y que continuar con más extracciones no incrementará significativamente la recuperación del analito en la fase orgánica.

b) Potencial de celda aplicado

Para determinar el potencial de celda óptimo en el proceso de electrodesulfuración del combustóleo, se preparó un sistema bifásico constituido por 50 mL de combustóleo y 235 mL de una disolución de NaOH 0.7 M (marca MERCK), volumen previamente establecido para garantizar una adecuada inmersión de los electrodos y una interfaz de contacto reproducible entre ambas fases.

El material y configuración de los electrodos se mantuvo constante en todos los ensayos, empleándose cobre como ánodo y acero inoxidable como cátodo (Cu (+) / Acero (-)). El tiempo de electrólisis se fijó en 30 minutos, conforme a lo determinado en el apartado previo, mientras que la temperatura del sistema se controló entre 60 °C y 80 °C, rango necesario para disminuir la viscosidad del combustóleo y favorecer tanto su interacción con la fase alcalina como el transporte iónico en la celda.

Los potenciales de celda evaluados fueron 5, 7, 8, 9 y 10 V, aplicados mediante una fuente de poder GWINSTEK modelo SPS-606 (Figura 9), con capacidad para suministrar voltaje estable bajo condiciones de trabajo prolongado.

Para asegurar una mezcla uniforme de las fases y mejorar el contacto entre el combustóleo y la disolución alcalina, el sistema se sometió a agitación simultánea en dos niveles:

1. Agitación magnética en el fondo del vaso de precipitados mediante una barra magnética, y
2. Agitación mecánica superior empleando un agitador eléctrico de propelas.

Esta doble agitación permite homogenizar el sistema durante la electrólisis, evitando la separación prematura de fases y asegurando que el proceso transcurra bajo condiciones reproducibles.

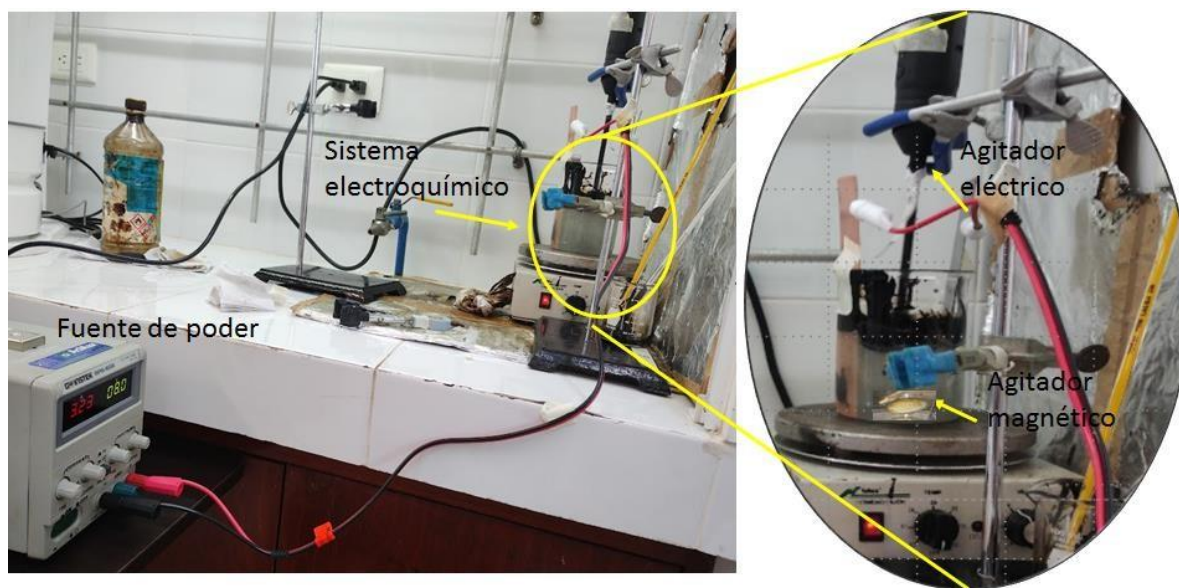


Figura 9. Montaje inicial del sistema de electrólisis empleado para la electrodesulfuración del combustóleo, que incluye la fuente de poder GWINSTEK, modelo SPS-606, utilizada para aplicar y controlar el potencial de celda durante los experimentos. El arreglo muestra la conexión de los electrodos y la configuración general del equipo antes de iniciar el proceso electroquímico.

El monitoreo de la extracción de los compuestos azufrados se lleva a cabo mediante voltamperometría cíclica en medio orgánico, utilizando para ello la fase de acetonitrilo obtenida después del proceso de extracción líquido-líquido entre la disolución de NaOH electrolizada y CH₃CN limpio, siguiendo el procedimiento previamente descrito. Este

análisis permite evaluar la presencia y el posible comportamiento electroquímico de especies azufradas transferidas a la fase orgánica, proporcionando información complementaria sobre la eficiencia del proceso de electrodesulfuración.

c) Temperatura empleada

Como en los apartados anteriores, en esta sección se evalúa la influencia de la temperatura sobre la remoción de compuestos azufrados presentes en el combustóleo durante el proceso de electrólisis. Para ello, se trabajó en tres condiciones térmicas:

- Temperatura ambiente,
- Un intervalo intermedio de 35–45 °C, y
- Un intervalo elevado de 60–80 °C.

Es importante señalar que las temperaturas no se incrementaron hasta 100 °C con el fin de evitar pérdidas significativas del disolvente (agua) por evaporación y así mantener la reproducibilidad del sistema.

El montaje experimental del sistema electrolítico es el mismo empleado en los estudios previos. Los materiales de los electrodos también permanecen constantes, utilizando cobre como ánodo y acero inoxidable como cátodo. El potencial aplicado se fija en 8 V, el tiempo de electrólisis en 30 minutos, y la única variable experimental es la temperatura.

Durante todos los experimentos, la mezcla se mantiene en constante homogeneización mediante dos sistemas de agitación simultáneos y el monitoreo de la eficiencia de la extracción de compuestos azufrados se realiza mediante voltamperometría cíclica en medio orgánico.

d) Material de electrodo

Una vez determinados el potencial óptimo, la temperatura de operación y el tiempo de electrólisis adecuados para favorecer la remoción de compuestos azufrados del combustóleo, se procede a evaluar el efecto del material de los electrodos sobre la eficiencia del proceso.

Para ello, se diseñó una serie de experimentos empleando diversas combinaciones de materiales anódicos y catódicos, las cuales se resumen en la Tabla 2.

El propósito de esta etapa es identificar la pareja de electrodos que ofrezca el mejor desempeño electroquímico en términos de estabilidad, actividad electrocatalítica, resistencia a la corrosión y capacidad de favorecer la oxidación selectiva de los compuestos azufrados.

Tabla 2. Combinaciones de materiales electródicos evaluadas para el proceso de electrodesulfuración de combustóleo.

Anódo (+)	Catódo (-)
Titanio	Titanio
Titanio	Acero
Acero	Acero
Acero	Titanio
Cobre	Acero
DSA	Acero

El tiempo de electrólisis empleado en esta etapa fue de 30 minutos, con un potencial de celda aplicado de 8 V y una temperatura controlada entre 35 y 45 °C. El sistema electroquímico se preparó del mismo modo que en los ensayos anteriores, adicionando 235 mL de una disolución de NaOH 0.7 M a 50 mL de combustóleo, garantizando así condiciones homogéneas en todos los experimentos.

Para evaluar la influencia del material electródico, se realizaron electrólisis en duplicado para cada una de las seis combinaciones de electrodos seleccionadas, lo que resultó en un total de 12 experimentos. Antes de su utilización, los electrodos metálicos de Cu, Ti y acero inoxidable fueron sometidos a un procedimiento de limpieza que incluyó pulido mecánico y lavado, con el fin de asegurar superficies activas reproducibles y libres de contaminantes.

En el caso particular del electrodo DSA (Dimensionally Stable Anode), este fue preparado en el grupo de trabajo empleando titanio como sustrato, sobre el cual se depositó una película mixta de óxidos $\text{IrO}_2\text{-SnO}_2\text{-Sb}_2\text{O}_3$. Para garantizar su actividad electrocatalítica, el recubrimiento se activó electroquímicamente haciendo pasar corriente eléctrica a través del

electrodo. El procedimiento consistió en sumergir el DSA en una disolución de H_2SO_4 0.5 M y aplicar una corriente constante de 0.1 A durante 20 minutos, lo que permite estabilizar la capa oxidada activa.

En todos los ensayos de activación del electrodo DSA, el cátodo empleado fue una placa de acero inoxidable con las mismas dimensiones que el material anódico correspondiente, asegurando consistencia geométrica entre experimentos (Figura 10).



Figura 10. Activación electroquímica del electrodo DSA (ánodo) en una disolución de H_2SO_4 0.5 M, aplicada mediante una corriente constante de 0.1 A durante 20 min. El cátodo es un electrodo de acero inoxidable.

Al finalizar cada experimento de electrólisis, el combustóleo tratado se separa de la disolución electrolítica y se somete nuevamente a una extracción de compuestos azufrados utilizando acetonitrilo limpio, siguiendo el procedimiento previamente descrito. Esta

extracción permite evaluar la cantidad de especies azufradas remanentes después del tratamiento electroquímico.

Adicionalmente, durante todas las electrólisis se registra el comportamiento de la corriente de celda proporcionada por la fuente de poder. Para ello, se monitorea y documenta el valor de corriente cada diez minutos a lo largo de los 30 minutos que dura cada ensayo. Este seguimiento permite observar la estabilidad del sistema, identificar posibles procesos de pasivación o activación de los electrodos y correlacionar la evolución de la corriente con la eficiencia de la remoción de compuestos azufrados.

Proceso completo de desulfuración de combustóleo

Una vez establecidos los parámetros óptimos obtenidos en las etapas 1 y 2 de este trabajo de tesis, incluyendo: el tiempo de electrólisis, el potencial de celda, la combinación de electrodos (ánodo y cátodo) y la temperatura de operación, se procede a ejecutar el proceso completo de desulfuración del combustóleo (Figura 11).

Para esta etapa integral se seleccionaron las siguientes combinaciones de materiales electródicos:

- a) DSA (+) /Acero (-),
- b) Acero (+) /Acero (-),
- c) Ti (+) /Ti (-) y
- d) Ti (+) /Acero (-).

Con el fin de aproximar este procedimiento a condiciones de operación más cercanas a un contexto industrial, en esta fase se decide trabajar en modo galvanostático, aplicando una corriente constante de 0.02 A. La elección de esta modalidad se fundamenta en que, en sistemas a escala industrial, es más práctico y eficiente controlar la electrólisis mediante corriente constante que mediante potencial constante.

El valor de corriente seleccionado corresponde a la intensidad mínima que puede imponer la fuente de poder (marca GWINSTEK, modelo SPS-606) garantizando al mismo tiempo la medición estable del potencial de celda. Además, este valor asegura que el potencial generado durante la electrólisis se mantenga igual o por debajo de 8 V, límite previamente establecido durante los ensayos potencioestáticos para evitar reacciones secundarias no deseadas y asegurar la integridad de los materiales electrónicos.

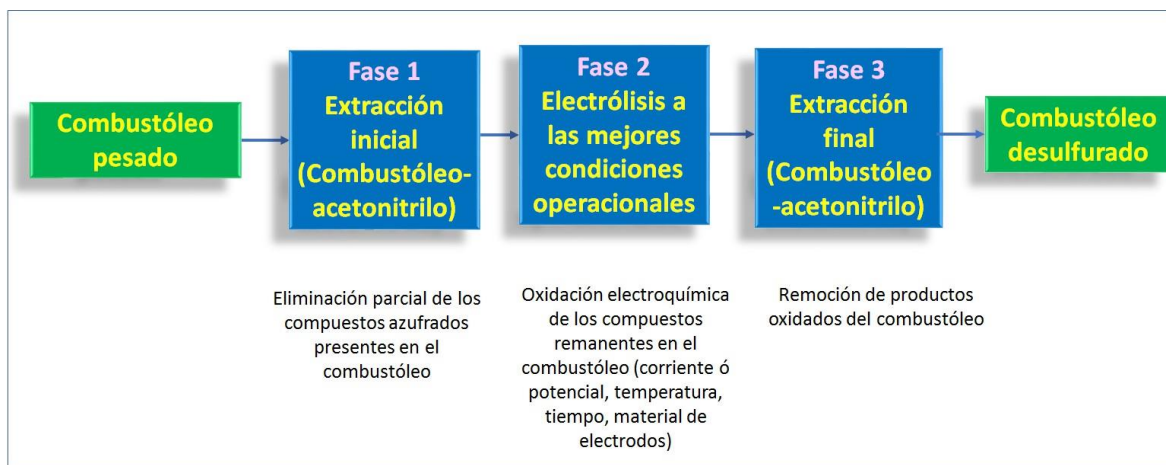


Figura 11. Esquema general que representa cada una de las etapas del proceso de desulfuración del combustóleo pesado, incluyendo la extracción líquido-líquido con acetonitrilo (fase 1), la electrodesulfuración en medio alcalino (fase 2) y el análisis posterior mediante voltamperometría cíclica (fase 3).

Los parámetros operacionales seleccionados para el proceso integral de desulfuración se dividen en tres fases. En la fase 1 (extracción líquido-líquido), el combustóleo se agita con acetonitrilo durante 20 minutos, repitiendo este procedimiento tres veces consecutivas con el fin de maximizar la remoción de compuestos azufrados polares.

En la fase 2 (electrodesulfuración), se aplica una corriente constante de 0.02 A durante 30 minutos, manteniendo una agitación simultánea tanto en la parte inferior (barra magnética) como en la parte superior (agitador de propelas) del sistema electroquímico. Para favorecer la cinética de oxidación electroquímica, el sistema se mantiene a una temperatura controlada en el rango de 35–45 °C.

Finalmente, en la fase 3 y de manera análoga a los experimentos anteriores, el progreso del proceso de desulfuración se evalúa mediante voltamperometría cíclica, registrando tanto las señales asociadas a procesos de oxidación como de reducción, lo que permite obtener una caracterización completa del comportamiento electroquímico de los compuestos azufrados remanentes.

9. Discusión de resultados

Etapa 1.

9.1 Extracción de compuestos azufrados empleando acetonitrilo

En esta primera etapa se evaluó la eficiencia del acetonitrilo como disolvente orgánico para extraer compuestos azufrados presentes en el combustóleo pesado. Para ello, se estudió la influencia del tiempo de contacto y del número de extracciones sucesivas sobre la cantidad de compuestos removidos, utilizando voltamperometría cíclica (VC) como técnica analítica para monitorear los productos extraídos. La VC permitió identificar y comparar los picos de oxidación característicos de los compuestos azufrados, los cuales aumentan en intensidad conforme se incrementa su concentración en el disolvente orgánico.

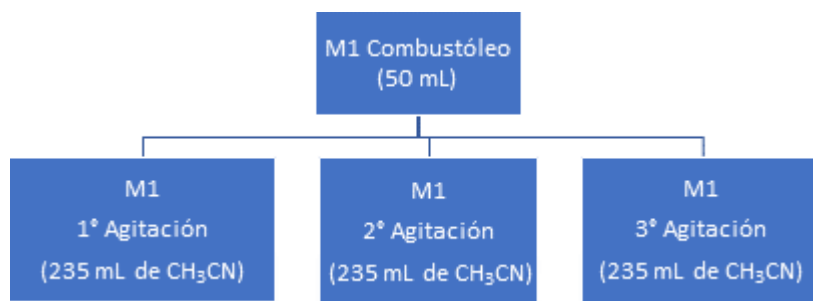


Figura 12. Esquema del procedimiento de extracción secuencial de compuestos azufrados a partir de una muestra de 50 mL de combustóleo (M1), utilizando acetonitrilo como disolvente.

En primer lugar, se determinó el número óptimo de extracciones necesarias para alcanzar la máxima transferencia de compuestos azufrados desde el combustóleo hacia la fase de acetonitrilo. Para ello, una misma muestra de combustóleo se sometió a tres ciclos de extracción consecutivos, cada uno empleando acetonitrilo limpio. Después de cada extracción, el disolvente se recuperó, filtró y analizó mediante VC para identificar variaciones en la corriente de pico. Posteriormente, se evaluó el tiempo de agitación requerido para favorecer la transferencia de masa entre las fases. Los tiempos probados fueron 10, 20 y 30 minutos, seleccionados con el propósito de identificar el punto en el cual

la fase orgánica alcanza su máxima saturación de compuestos azufrados, lo cual se refleja directamente en la magnitud de la corriente de oxidación registrada. El procedimiento general seguido en esta etapa experimental se resume en la Figura 12.

Una vez realizadas las tres etapas de contacto de la muestra M1 con acetonitrilo durante 10 minutos cada una, el análisis voltamperométrico de los extractos revela un comportamiento claramente decreciente en la cantidad de compuestos azufrados transferidos al disolvente. La Figura 13 muestra la respuesta electroquímica obtenida para cada una de las agitaciones, evidenciando cómo la intensidad de corriente en la región de oxidación disminuye conforme avanza el número de extracciones.

En particular, al evaluar la corriente a +2.4 V vs. Ag|AgCl, punto marcado con la línea discontinua en la figura 13, se observa que la primera extracción (curva negra) presenta la señal más intensa, con un valor cercano a 3.6 mA. Este resultado indica que, durante el primer contacto, el acetonitrilo logra remover la fracción más accesible y soluble de los compuestos azufrados presentes en el combustóleo.

Cuando la misma muestra se agita por segunda vez con acetonitrilo fresco (curva roja), la intensidad disminuye de manera notable, registrándose aproximadamente 2.0 mA a ese mismo potencial. Esta reducción refleja que, tras la primera extracción, el sistema ya ha perdido una proporción importante de especies electroactivas, por lo que la capacidad de remoción adicional es considerablemente menor. Una tendencia aún más marcada se observa en la tercera extracción (curva azul), en la que la corriente disminuye hasta alrededor de 0.97 mA, confirmando que el agotamiento de compuestos disponibles para ser extraídos se vuelve progresivamente más pronunciado.

Todas las señales fueron comparadas frente a un voltamperograma de referencia obtenido con acetonitrilo limpio y n-Bu₄PF₆ 0.1 M (curva verde), lo que permitió distinguir claramente la contribución electroactiva atribuible exclusivamente a los compuestos azufrados extraídos. Para obtener los valores de corriente reportados fue necesario establecer la línea base en cada voltamperograma, considerando la contribución capacitiva intrínseca del sistema.

Finalmente, aunque teóricamente podrían realizarse más ciclos de extracción, los resultados muestran que la ganancia adicional en concentración de compuestos azufrados se vuelve marginal a partir de la tercera agitación. Esto, sumado a la necesidad de evitar un consumo excesivo de disolvente, justifica limitar el procedimiento a tres extracciones consecutivas.

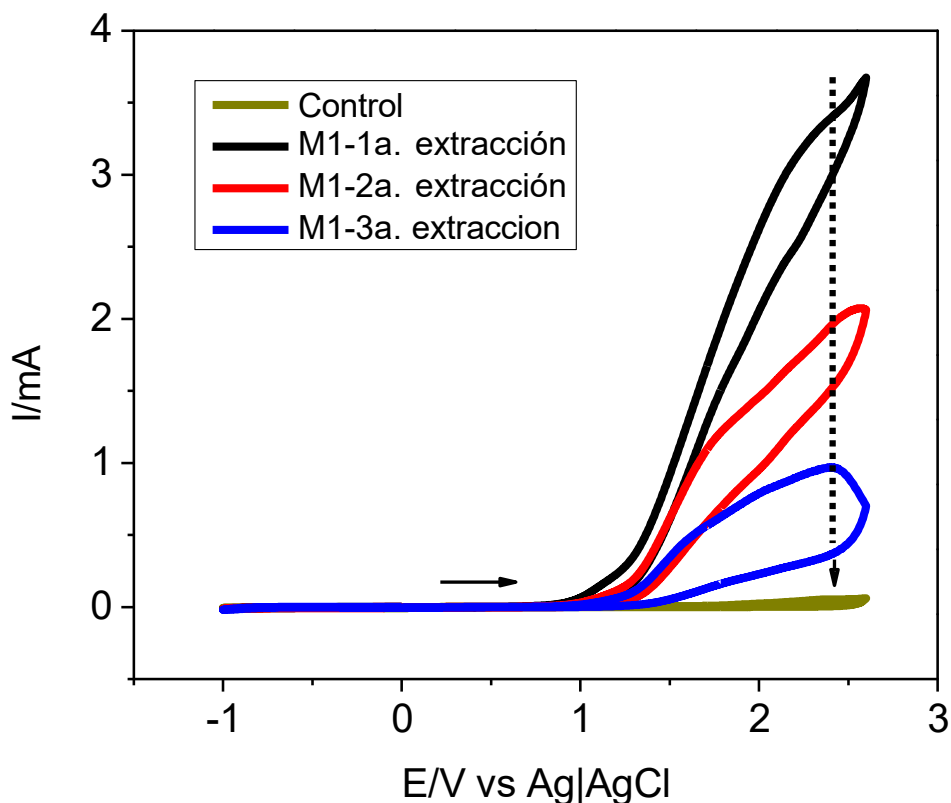


Figura 13. Voltamperogramas cíclicos obtenidos del acetonitrilo utilizado en las tres extracciones consecutivas de compuestos azufrados, realizadas siguiendo el procedimiento mostrado en la Figura 12 y empleando un tiempo de agitación de 10 minutos por extracción. Las mediciones se realizaron utilizando un electrodo de trabajo de carbón vítreo (3 mm de diámetro), con $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ 0.1 M como electrolito soporte y una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} .

Como se aprecia en la Figura 13, el acetonitrilo recuperado en la segunda y tercera extracción de la muestra M1 todavía no alcanza el nivel de saturación observado en la primera extracción. Esto se evidencia en las corrientes significativamente menores registradas a +2.4

V vs. Ag|AgCl, lo que confirma que dichas fases orgánicas aún poseen capacidad para solubilizar compuestos azufrados adicionales. Este comportamiento permitió optimizar el uso del disolvente: en lugar de desechar el acetonitrilo proveniente de la segunda y tercera extracción, este se reutilizó para procesar nuevas muestras de combustóleo (M2, M3, etc.). De esta manera, únicamente el acetonitrilo que alcanzaba corrientes equivalentes al nivel de saturación —comparable al obtenido en la primera extracción de cada ciclo— era considerado como solvente exhausto y enviado a disposición final para su eventual destilación y reuso. La Figura 14 muestra esquemáticamente la estrategia de aprovechamiento secuencial del acetonitrilo empleada en las extracciones de las muestras M1, M2 y M3, lo que permitió disminuir el consumo de solvente sin comprometer la eficiencia de extracción.

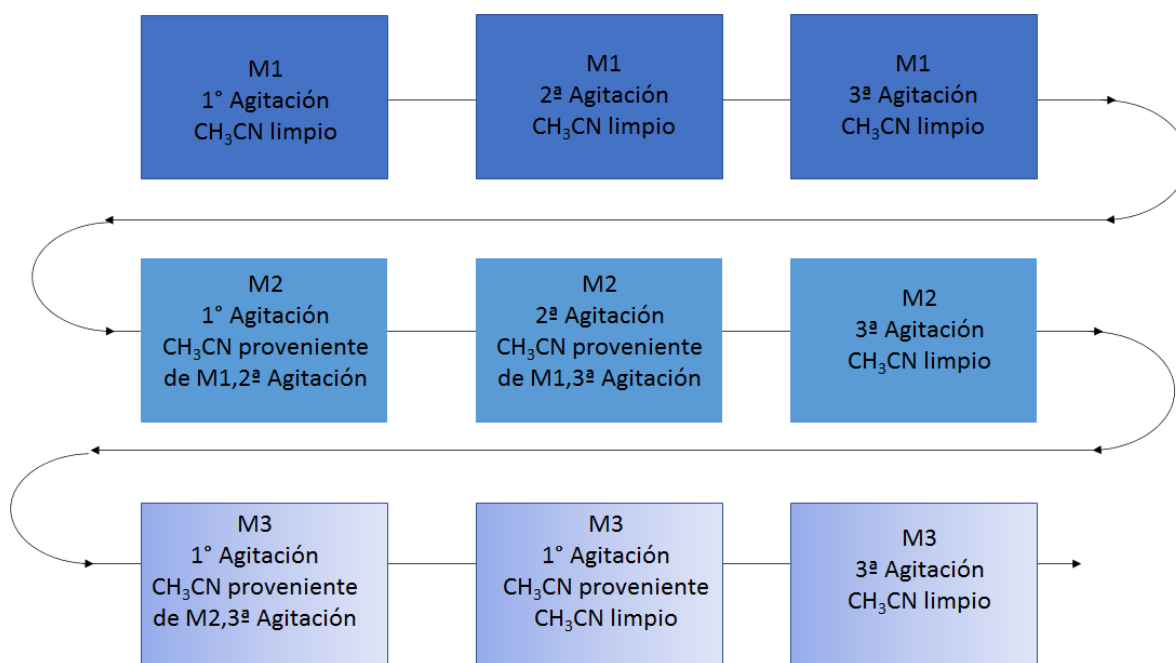


Figura 14. Esquema del uso secuencial del disolvente CH₃CN en tres distintas muestras de combustóleo (M1, M2 y M3), mostrando su aprovechamiento progresivo durante las etapas de extracción realizadas en este trabajo de tesis.

Siguiendo el esquema planteado en la Figura 14, se procedió a evaluar el efecto del incremento en el tiempo de contacto entre el combustóleo y el acetonitrilo. Para ello, se

extendió el tiempo de agitación a 20 minutos, con el objetivo de determinar si un periodo más prolongado favorecía una extracción más eficiente de compuestos azufrados. Los resultados correspondientes a la muestra M2, obtenidos bajo estas condiciones, se muestran en la Figura 15.

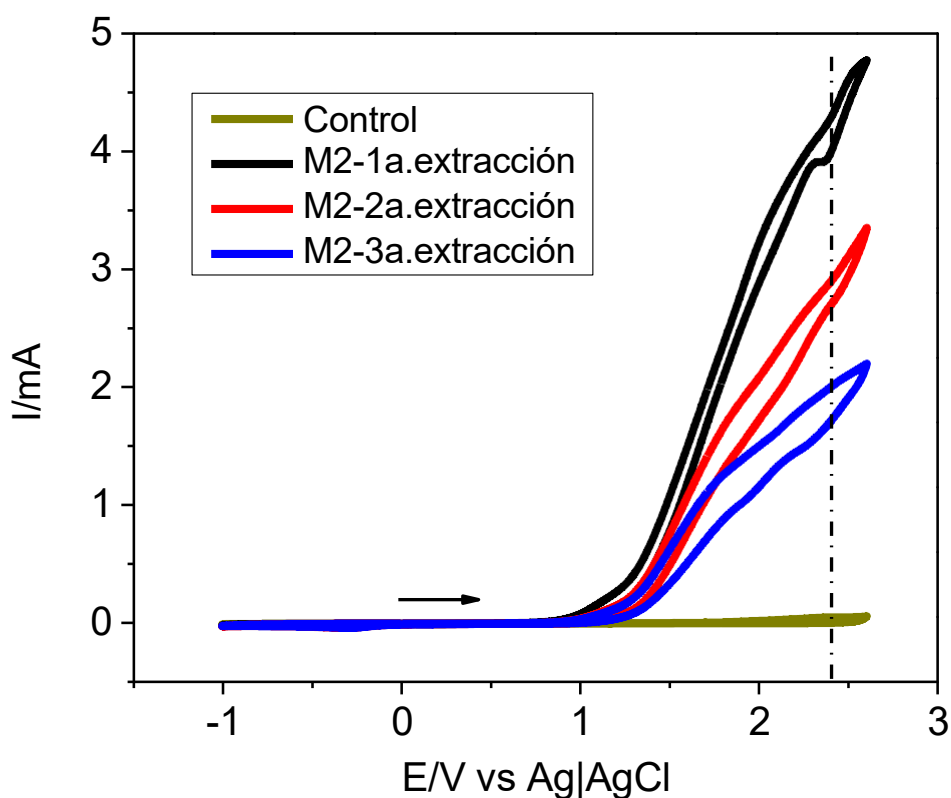


Figura 15. Voltamperogramas cíclicos del acetonitrilo empleado para la extracción de compuestos azufrados en tres etapas consecutivas, siguiendo el procedimiento descrito en la Figura 12 y utilizando un tiempo de agitación de 20 minutos. Estos análisis se realizaron previo al proceso de electrólisis. El electrodo de trabajo fue de carbón vítreo de 3 mm de diámetro, empleándose $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ 0.1 M como electrolito soporte y una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} .

En la Figura 15 se aprecia que el comportamiento de los voltamperogramas cíclicos mantiene la misma tendencia observada previamente en la Figura 13, aun cuando el tiempo de contacto entre el combustóleo y el acetonitrilo se incrementó a 20 minutos. Considerando como

referencia el potencial de +2.4 V vs. Ag|AgCl (línea discontinua), la primera extracción mostró una corriente de 4.3 mA, mientras que en la segunda extracción la señal disminuyó a aproximadamente 3.0 mA. Finalmente, en la tercera agitación, la corriente se redujo a 2.0 mA, confirmando nuevamente una disminución progresiva de compuestos azufrados disponibles para ser extraídos conforme avanza el número de contactos.

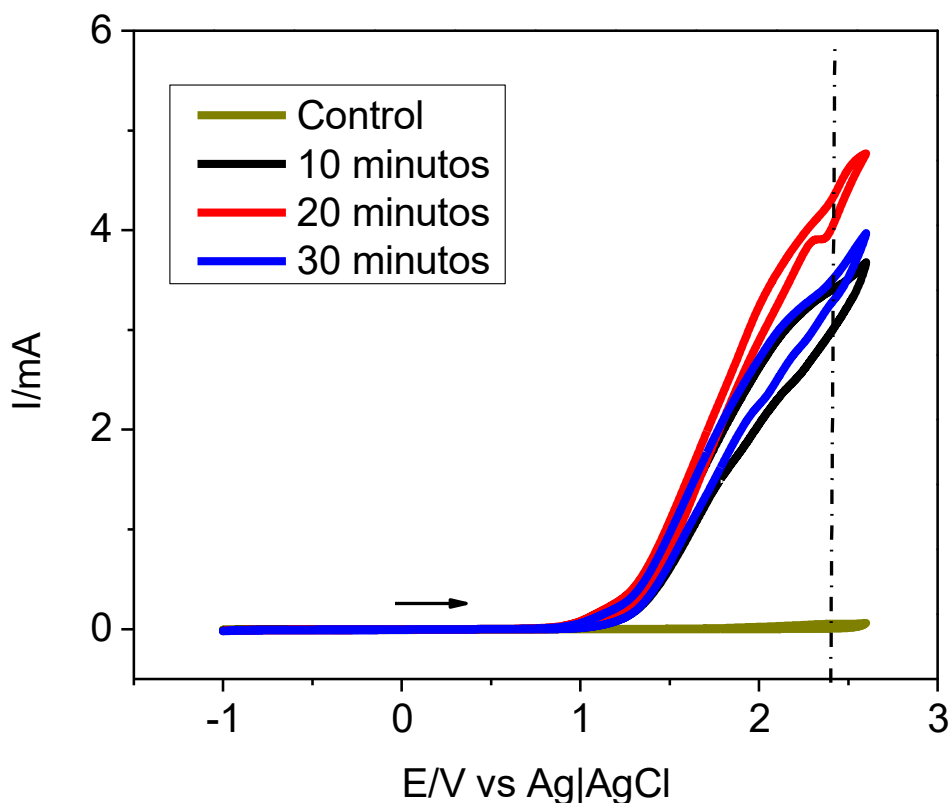


Figura 16. Voltamperogramas cíclicos del acetonitrilo usado para la extracción de compuestos azufrados a partir de tres muestras diferentes de combustóleo, empleando tiempos de agitación de 10, 20 y 30 minutos, previos al proceso de electrólisis. El electrodo de trabajo utilizado fue de carbón vítreo (3 mm de diámetro), con $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ 0.1 M como electrolito soporte y una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} .

Es importante destacar que la corriente máxima registrada durante la primera extracción a 20 minutos (4.3 mA) fue ligeramente mayor que la obtenida con un contacto de 10 minutos (3.6 mA, Figura 13). Este incremento sugiere que un tiempo de contacto más prolongado favorece

una extracción inicial más eficiente. Sin embargo, la tendencia decreciente en las extracciones subsecuentes se conserva, lo cual indica que el principal efecto del tiempo extendido se manifiesta en la primera interacción acetonitrilo–combustóleo.

Con el fin de evaluar si un tiempo aún mayor podría incrementar significativamente la eficiencia de extracción, se decidió analizar el comportamiento a 30 minutos de agitación. En la Figura 16 se presentan los voltamperogramas comparativos correspondientes a la primera extracción para los tres tiempos estudiados: 10, 20 y 30 minutos.

Como se observa en la Figura 16, el tiempo de agitación de 20 minutos resultó ser el más eficiente para la extracción de compuestos azufrados. Este tiempo produjo una corriente ligeramente mayor en comparación con los tiempos de 10 y 30 minutos, lo que indica una mayor concentración de especies electroactivas extraídas hacia la fase orgánica. La diferencia se aprecia en la curva roja, cuya intensidad de corriente, medida a +2.4 V vs. Ag|AgCl (línea vertical discontinua), supera a la obtenida con los otros tiempos de agitación. Esto sugiere que 20 minutos representan un punto óptimo en el equilibrio entre transferencia de masa y saturación del disolvente, mientras que tiempos más cortos no permiten una extracción completa y tiempos más largos no ofrecen una mejora adicional.

Etapa 2.

9.2 Determinación del tiempo de electrólisis

Para esta etapa se evaluó la influencia del tiempo de electrólisis en la eficiencia de la electrodesulfuración, manteniendo constantes las condiciones operativas seleccionadas previamente. Se estudiaron cuatro tiempos: 10, 20, 30 y 40 minutos, y se comparó la respuesta electroquímica de las soluciones obtenidas mediante voltamperometría cíclica.

Bajo las condiciones establecidas, se observó que el comportamiento voltamperométrico varió significativamente con el tiempo de electrólisis, mostrando una clara dependencia entre la duración del proceso y la cantidad de especies electroactivas generadas o transformadas. Esto permitió identificar el intervalo en el que se obtiene la mayor remoción de compuestos azufrados sin incurrir en reacciones secundarias.

Desde el punto de vista electroquímico, durante la electrólisis se produjo la oxidación de los compuestos organosulfurados en el ánodo de cobre, lo cual favorece su transformación a especies más polares y susceptibles de ser extraídas posteriormente. En paralelo, en el cátodo de acero inoxidable se llevó a cabo la reducción del agua (Ec. 3), generando burbujeo de hidrógeno, fenómeno que contribuye a la agitación local y posiblemente a la desorción de productos intermedios adsorbidos en la superficie.

Los voltamperogramas obtenidos para cada tiempo permitieron cuantificar la evolución de los productos derivados de la oxidación del azufre, así como identificar el tiempo en el que se registró la mayor intensidad de corriente asociada a estas especies. Como se discutirá en los apartados siguientes, esta información fue clave para determinar el tiempo óptimo de electrólisis dentro del conjunto de condiciones operacionales evaluadas.

Una vez concluidas las electrólisis en los distintos tiempos evaluados, se registraron los voltamperogramas cíclicos en medio acuoso correspondientes a las disoluciones de NaOH electrolizadas (curva negra, Figura 17). Paralelamente, se obtuvo el voltamperograma de una disolución fresca de NaOH 0.7 M sin someter a electrólisis, utilizada como muestra control (curva roja, Figura 17).

Al comparar ambas señales, se observó que el comportamiento electroquímico es prácticamente indistinguible: ninguna de las curvas muestra picos de oxidación o reducción atribuibles a especies electroactivas disueltas. Este resultado indica que, bajo las condiciones empleadas, los productos generados durante la electrólisis no permanecen en la fase acuosa o bien se encuentran en concentraciones demasiado bajas para ser detectados mediante esta técnica.

La ausencia de señales redox sugiere que los compuestos generados por la oxidación del azufre tienden a permanecer en la fase orgánica (combustóleo) o migran preferentemente hacia el acetonitrilo durante la extracción líquido-líquido, lo cual explica por qué la caracterización voltamperométrica relevante se obtuvo principalmente en la fase orgánica.

Este comportamiento es coherente con la naturaleza hidrofóbica inicial de los compuestos azufrados y con la selectividad del proceso de extracción.

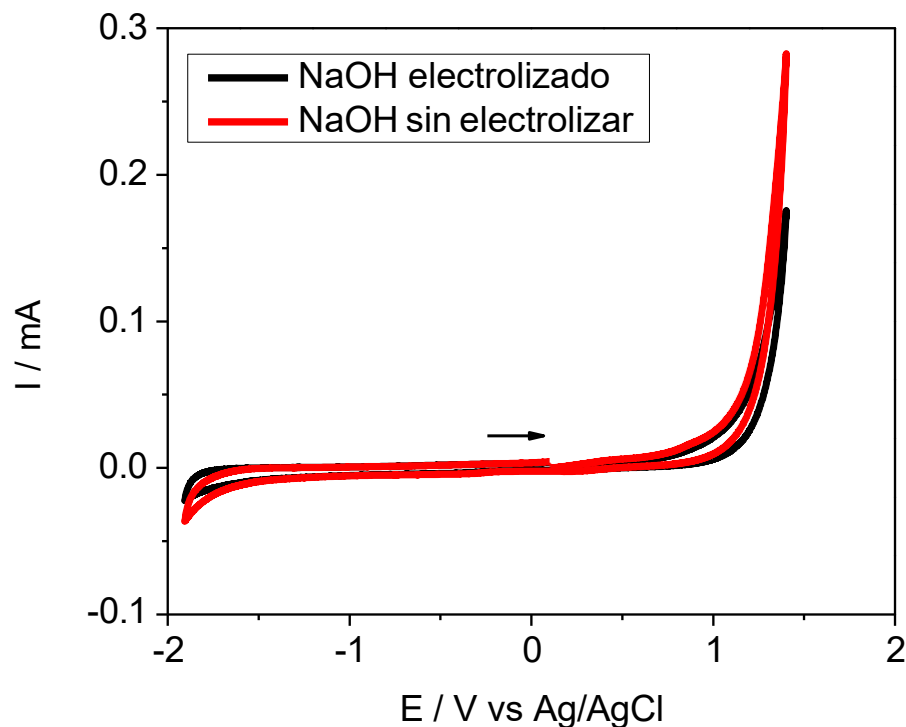


Figura 17. Voltamperogramas cíclicos correspondientes a la disolución de NaOH electrolizado (curva negra) y a una disolución fresca de NaOH 0.7 M (curva roja). Las mediciones se realizaron empleando un electrodo de trabajo de carbón vítreo de 3 mm de diámetro y una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} . Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

Debido a que en el comportamiento electroquímico mostrado en la Figura 17 no se identificó ninguna señal redox atribuible a especies generadas durante la electrólisis, se descartó analizar directamente las disoluciones de NaOH electrolizadas. Por ello, las muestras obtenidas a distintos tiempos de electrólisis se sometieron posteriormente a una extracción líquido-líquido con acetonitrilo, con el fin de concentrar y aislar posibles productos orgánicos presentes (Figura 18).

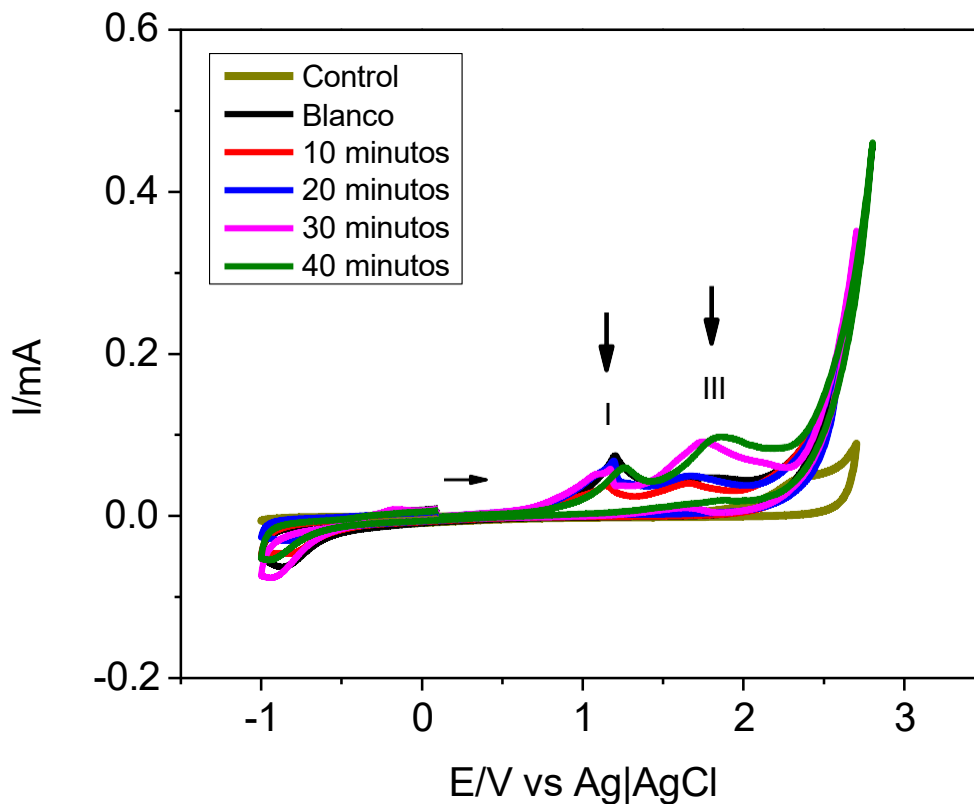


Figura 18. Voltamperogramas cíclicos del sistema $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ 0.1 M + CH_3CN obtenido después de la extracción líquido-líquido realizada entre la disolución de NaOH electrólizado y CH_3CN limpio. El electrodo de trabajo fue de carbón vítreo (3 mm de diámetro) y la velocidad de barrido empleada fue de 100 mV s^{-1} . La curva señalada como *Blanco* corresponde al sistema electroquímico ensamblado sin haber aplicado corriente a la disolución de NaOH, mientras que la curva *Control* representa exclusivamente la disolución $\text{CH}_3\text{CN} + n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ 0.1 M. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

El experimento denominado *blanco* (curva negra de la Figura 18) consistió en ensamblar el sistema electroquímico sin aplicar corriente eléctrica. Para ello, a 50 mL de combustóleo se le adicionaron 235 mL de una disolución de NaOH 0.7 M y posteriormente la mezcla se mantuvo a 60–80 °C durante 30 minutos. La fase acuosa obtenida se sometió a una extracción líquido-líquido con acetonitrilo y, finalmente, el extracto orgánico recuperado se analizó mediante voltamperometría cíclica.

Como se muestra en la Figura 18, el acetonitrilo extraído presenta dos picos de oxidación localizados aproximadamente en +1.19 V y +1.84 V vs. Ag|AgCl (pico III). Con base en estudios previos realizados por el grupo de investigación (Méndez et al., 2015), estas señales pueden atribuirse a la oxidación del dibenzotiofeno, dando lugar a los productos dibenzotiofeno sulfóxido y dibenzotiofeno sulfona (véase Figura 19).

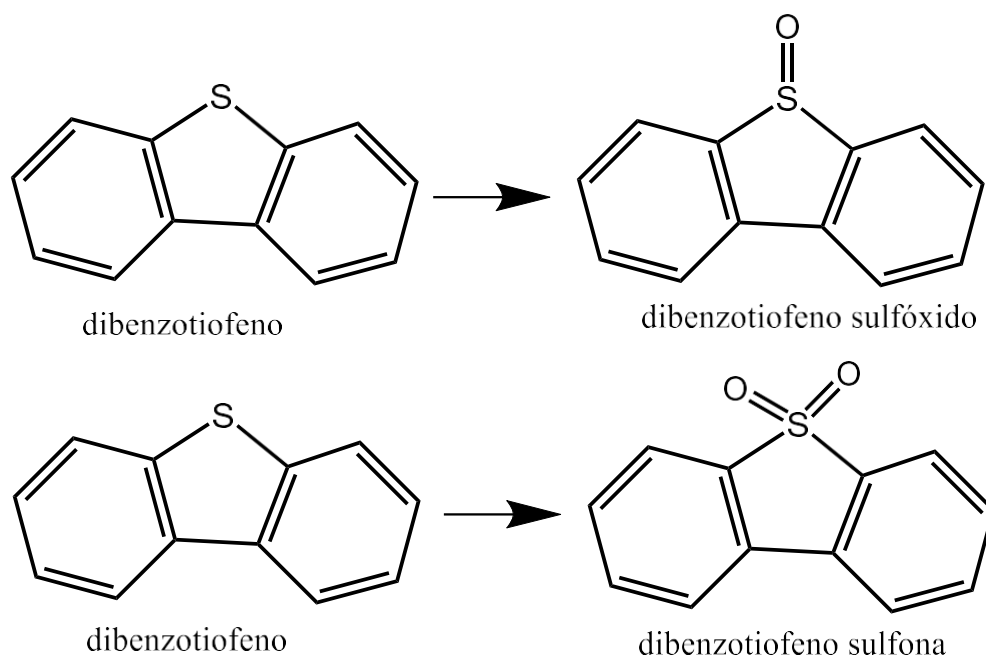


Figura 19. Estructura del dibenzotiofeno y de sus productos de oxidación correspondientes: dibenzotiofeno sulfóxido y dibenzotiofeno sulfona.

En los experimentos reportados por Shams et al. (2021), los autores trabajaron con un diésel sintético que contenía 1000 ppm de dibenzotiofeno (DBT) disuelto en *n*-hexano. Su metodología consistió en realizar inicialmente una extracción líquido-líquido con acetonitrilo; posteriormente, al acetonitrilo extraído se le aplicó un proceso de electrólisis y, finalmente, se analizó electroquímicamente mediante voltamperometría cíclica. En su estudio se reportan tres señales de oxidación características del DBT, en concordancia con lo observado previamente por el grupo de trabajo (Méndez et al., 2015).

Por su parte, Hu et al. (2025) llevaron a cabo la electrólisis de una muestra de diésel utilizando una disolución de KOH al 20 % y un voltaje de 1.8 V, empleando electrodos de platino tanto

para el ánodo como para el cátodo, realizando experimentos tanto a temperatura ambiente como a 85 °C. Posteriormente, los productos de reacción fueron extraídos empleando N-metil-2-pirrolidona (NMP). El voltamperograma obtenido en dicho estudio mostró un comportamiento altamente resistivo, con corrientes capacitivas del orden de 2 mA; no obstante, fue posible identificar dos picos de oxidación de baja intensidad.

En el presente trabajo de tesis también se registraron dos picos de oxidación después del tratamiento aplicado, lo cual motivó la comparación con reactivos estándar. Para ello, en la Figura 20 se presenta el voltamperograma correspondiente a la oxidación del DBT grado reactivo (6 mM en presencia de 0.1 M de n-Bu₄PF₆), con el propósito de contrastar dichas señales con las observadas en la Figura 18.

Adicionalmente, en la gráfica de la Figura 20 se incluyó la curva correspondiente a la muestra control (acetonitrilo + 0.1 M de n-Bu₄PF₆), con el fin de identificar posibles contribuciones electroquímicas del sistema base. En este caso, se observó que la curva control presenta un ligero hombro alrededor de +2.3 V vs. Ag|AgCl, posiblemente asociado a una impureza inherente al solvente o al electrolito soporte.

Durante el barrido anódico del DBT estándar se registraron tres señales de oxidación claramente definidas:

- un primer pico a +1.65 V vs. Ag|AgCl, correspondiente a la oxidación del DBT a dibenzotiofeno sulfóxido (pico I);
- un segundo pico a +1.95 V vs. Ag|AgCl, asociado a la oxidación del sulfóxido a dibenzotiofeno sulfona (pico II);
- y un tercer pico a +2.4 V vs. Ag|AgCl, el cual se atribuye a la oxidación adicional de la especie sulfona (pico III).

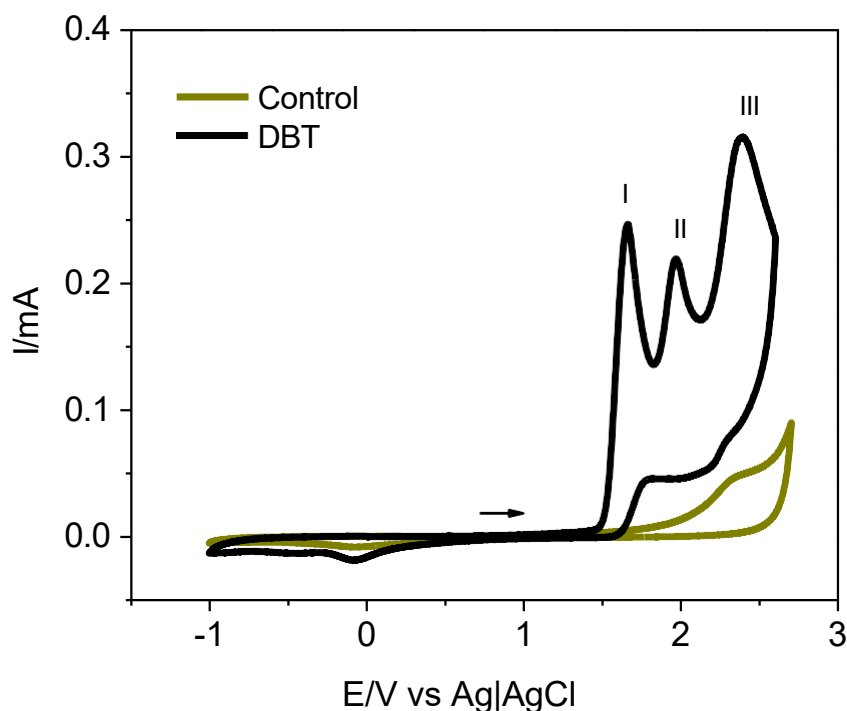


Figura 20. Voltamperogramas cíclico de la disolución del CH_3CN + dibenzotiofeno 6 mM + 0.1 M $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ (curva negra) y CH_3CN + 0.1 M $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ (curva verde) registrado sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} .

Teniendo en cuenta las señales de oxidación del dibenzotiofeno (Figura 20) y comparándolas con las obtenidas experimentalmente, se puede suponer que los picos observados a +1.19 V y +1.84 V vs. $\text{Ag}|\text{AgCl}$ en la Figura 18 corresponden, respectivamente, a los picos I y III registrados en la Figura 20. Dichas señales han sido atribuidas a la oxidación de compuestos azufrados hacia sus especies oxigenadas, como los sulfóxidos y las sulfonas.

Con base en lo anterior, y con el objetivo de definir el tiempo de electrólisis que se empleará en los experimentos subsecuentes, se analizó detalladamente la Figura 18. El comportamiento electroquímico del experimento blanco y de los tiempos de 10 y 20 minutos es similar, destacando que el pico III apenas es perceptible. No obstante, para los tiempos de 30 y 40 minutos de electrólisis se aprecia un incremento moderado en las corrientes asociadas tanto al pico I como al pico III.

Si se considera que la corriente de pico está relacionada con la concentración de la especie electroactiva removida durante la electrólisis, estos resultados sugieren que a 30 y 40 minutos se logra extraer una mayor cantidad de compuestos azufrados en comparación con los tiempos más cortos (10 y 20 minutos) e incluso respecto al experimento blanco. Por tal motivo, en la Tabla 3 se presentan los valores de corriente registrados después de electrolizar a 8 V la mezcla de combustóleo y la disolución de NaOH, mantenida entre 60–80 °C, empleando electrodos de acero (cátodo) y cobre (ánodo).

Tabla 3. Valores de corriente registrados cada 5 minutos durante las electrólisis realizadas a 10, 20, 30 y 40 minutos sobre 50 mL de combustóleo mezclados con una disolución de NaOH, aplicando un potencial de 8 V y manteniendo la temperatura entre 60–80 °C. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

Tiempo (min)	Corriente / Amperes			
	10 min electrólisis	20 min electrólisis	30 min electrólisis	40 min electrólisis
0	2.7	2.9	2.5	2.82
5	2.96	3.02	3.26	2.88
10	3.12	2.97	3.24	3.05
15	-	3.07	3.33	3.45
20	-	3.07	3.34	3.13
25	-	-	3.22	3.19
30	-	-	3.22	3.20
35	-	-	-	3.24
40	-	-	-	3.07

Como se muestra en la Tabla 3, los valores de corriente registrados durante las electrólisis se mantuvieron dentro de un intervalo relativamente estrecho, entre 2.5 y 3.2 A, lo que indica que el sistema operó de manera estable bajo las condiciones impuestas. Al comparar los diferentes tiempos evaluados, se observa que el comportamiento electroquímico obtenido a 30 minutos es muy similar al registrado a 40 minutos, particularmente en cuanto a la

magnitud de la corriente y a la estabilidad del proceso. Dado que extender la electrólisis a 40 minutos no representa una mejora significativa respecto a los 30 minutos, se seleccionó este último como el tiempo óptimo para los experimentos posteriores.

9.3 Determinación del potencial de celda aplicado

Una vez establecido que 30 minutos era el tiempo adecuado de electrólisis, se procedió a evaluar el potencial de celda necesario para optimizar la remoción de compuestos azufrados. Para ello, se probaron valores de 5, 7, 8, 9 y 10 V, monitoreando la evolución de la corriente cada 10 minutos. Los resultados correspondientes a los voltamperogramas cíclicos registrados en la fase orgánica (acetonitrilo), después de la extracción líquido-líquido con la disolución de NaOH electrolizado, se presentan en la Figura 21.

En la Figura 21 se observa que el pico I no se define claramente en todos los casos; sin embargo, aparece un hombro alrededor de +1.7 V vs. Ag|AgCl, el cual podría corresponder al pico II relacionado con la oxidación del sulfóxido. En contraste, el pico III se presenta con mayor nitidez en un potencial cercano a +1.9 V vs. Ag|AgCl, y su intensidad resulta superior a la observada en los voltamperogramas de la Figura 18. Además, se aprecia que, al incrementar el potencial aplicado durante la electrólisis, la señal asociada al pico III se vuelve más pronunciada. Cuando se emplearon 5, 7 y 8 V, el pico III aparece desdoblado en dos señales de oxidación muy próximas entre sí (cercas a +1.99 V vs. Ag|AgCl), mientras que a partir de 9 V esta señal se define con mayor claridad, sugiriendo una oxidación más eficiente de las especies azufradas.

Este comportamiento es coherente con lo esperado: un incremento en el potencial suministra mayor energía al sistema, favoreciendo la oxidación electroquímica. No obstante, potenciales excesivamente altos pueden reducir la eficiencia faradaica debido a la aparición de procesos competitivos, como la liberación de oxígeno o reacciones parasitarias que consumen corriente sin contribuir a la oxidación de los compuestos objetivo.

En la literatura también se reportan variaciones en la eficiencia del proceso dependiendo del potencial aplicado. Por ejemplo, Abdullah et al. (2021) evaluaron voltajes entre 1 y 8 V en

un sistema con NaCl como electrolito y, bajo sus condiciones operacionales, determinaron que 5 V proporcionaba el rendimiento más favorable. Estas diferencias subrayan la importancia de ajustar el potencial en función del medio, los electrodos y la matriz del combustible empleado.

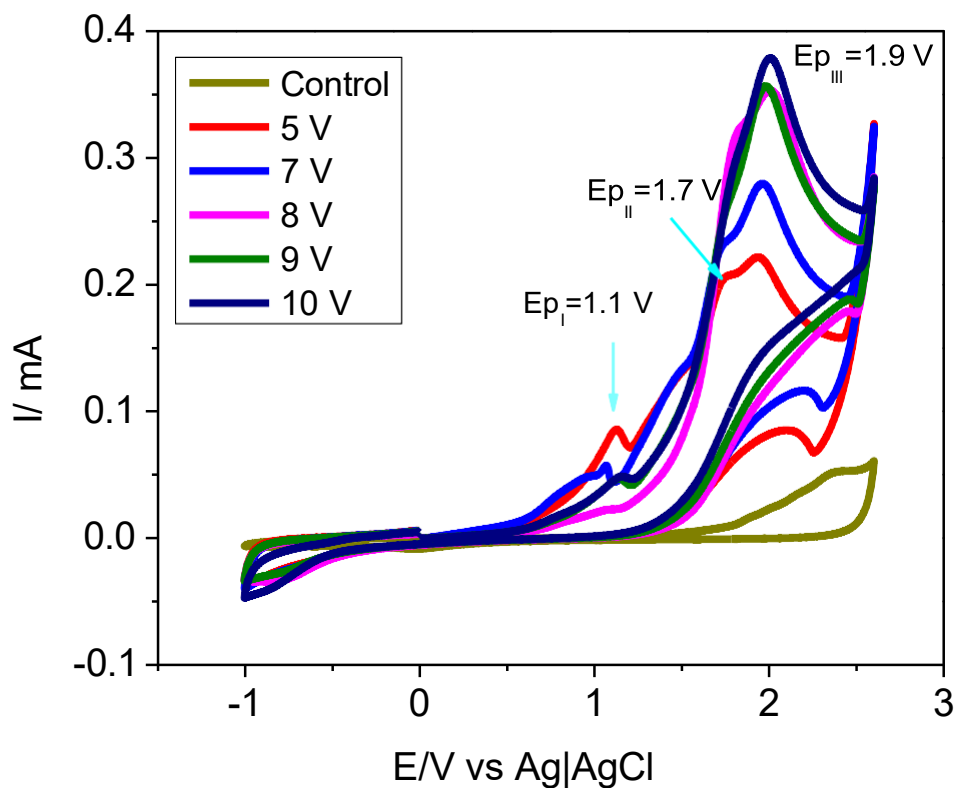


Figura 21. Voltamperogramas cíclicos del sistema 0.1 M $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ + CH_3CN obtenido después de la extracción líquido-líquido realizada a cada disolución de NaOH previamente electrolizada a diversos valores de potencial de celda durante el tratamiento electroquímico del combustóleo. Se empleó carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} . Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

Otra observación relevante en los voltamperogramas cíclicos de la Figura 21 es que, al aplicar potenciales de 8 V y 9 V, la corriente máxima del pico II se mantiene prácticamente constante, mientras que al imponer 10 V no se registra un incremento significativo. Esto sugiere que la formación del pico III es consecuencia de un proceso electroquímico posterior

al observado en el pico II, indicando que se trata de un sistema con reacciones sucesivas, donde el producto generado en el primer evento redox sufre una segunda oxidación.

El aumento de la corriente del pico III a potenciales superiores a 8 V puede explicarse por diversos factores. En primer lugar, si se considera que el pico I genera un subproducto electroactivo, este podría oxidarse más fácilmente en un segundo paso debido a (Morales et al., 2010):

- i) un mayor número de electrones involucrados en la reacción redox, o
- ii) fenómenos de adsorción que favorecen la acumulación del subproducto sobre la superficie del electrodo, facilitando su posterior oxidación.

Otra posibilidad es que, a potenciales elevados, la concentración de intermediarios generados durante la electrólisis aumente, permitiendo su acumulación tanto en la disolución como sobre la superficie del electrodo, lo que conduce a una reacción más eficiente reflejada en el incremento de la corriente del pico III. Asimismo, es posible que a voltajes superiores a 8 V se formen subproductos estables en solución, los cuales se oxidan durante el barrido voltamperométrico, respaldando la observación de que el pico I es prácticamente imperceptible en la curva correspondiente a 8 V (curva rosa).

Estos resultados resaltan la importancia de seleccionar un potencial adecuado para el proceso. El valor óptimo, de acuerdo con la evidencia experimental y la primera ley de la termodinámica, es 8 V; el incremento del sobrepotencial favorece la constante de velocidad de la reacción, acelerando la oxidación de los compuestos azufrados (Abdullah et al., 2021; Wang et al., 2007). Con base en estos hallazgos, se estableció el potencial de 8 V para el desarrollo del resto de los experimentos.

9.4 Determinación de la temperatura de electrólisis

En este estudio se evaluó la influencia de la temperatura sobre la eficiencia de la electrodesulfuración del combustóleo realizando electrólisis en tres rangos: temperatura ambiente, 35-45 °C y 60-80 °C. Para cada caso, a la disolución de NaOH electrolizado se le

realizó una extracción líquido-líquido con acetonitrilo, y esta fase orgánica fue la que se analizó mediante voltamperometría cíclica (Figura 22).

Como se observa en la Figura 22, la electrólisis a temperatura ambiente (curva rosa) no produjo remoción significativa de compuestos azufrados, ya que la señal registrada es comparable con la del acetonitrilo limpio (curva verde, control). En contraste, al aplicar temperaturas moderadas (35-45 °C) se comenzaron a observar los picos I y II, atribuidos a la extracción de especies azufradas, lo que indica que el aumento de temperatura facilita la activación de los compuestos y mejora la eficiencia del proceso electrolítico. Entre los rangos evaluados, 35-45 °C y 60-80 °C, se observó un comportamiento voltamperométrico similar, por lo que se optó por utilizar el rango inferior (35-45 °C) en los experimentos posteriores, considerando aspectos de seguridad y consumo energético.

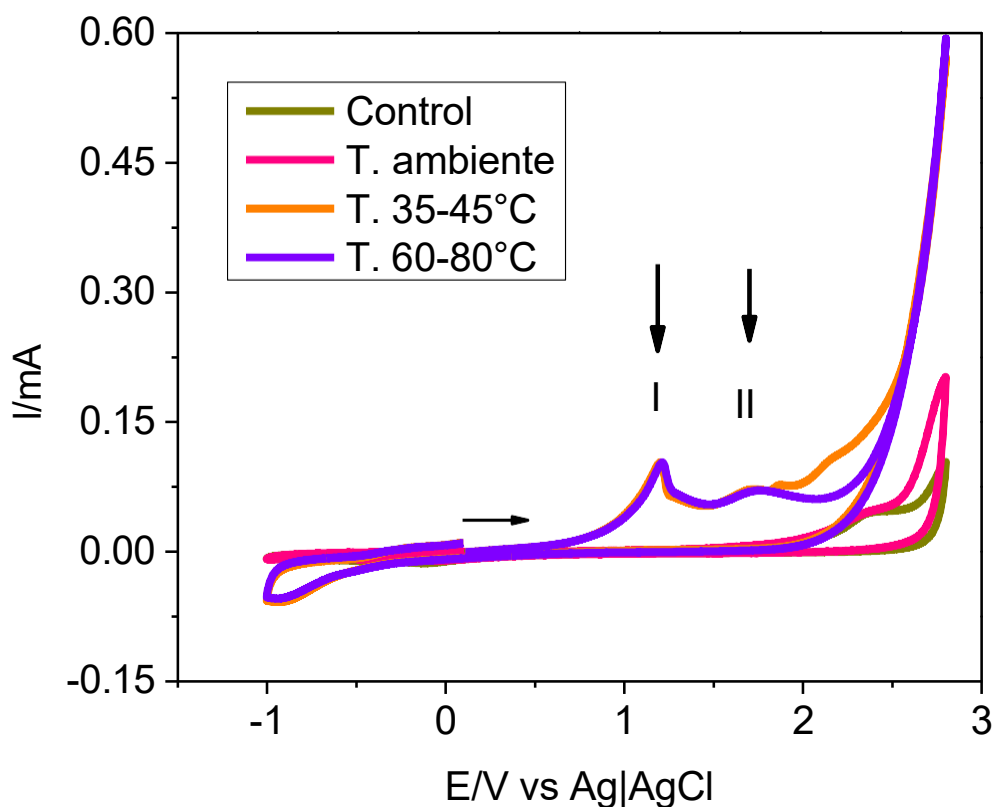


Figura 22. Voltamperogramas cíclicos de 0.1 M $n\text{-Bu}_4\text{PF}_6$ + CH_3CN extraído de la fase orgánica después de realizar la separación líquido-líquido con disoluciones de NaOH electrolizadas con combustóleo a distintas temperaturas: temperatura ambiente, 35-45 °C y

60-80 °C. Se empleó carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s⁻¹. Electrodo empleados en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

Estos resultados son consistentes con los reportados por Hu et al. (2025), quienes encontraron que la desulfuración de diésel mejora a 85 °C, mientras que a 90 °C se observó la formación de burbujas por electrólisis del agua, lo que reduce la eficiencia de corriente y provoca pérdidas de disolvente por evaporación. Esto refuerza la importancia de seleccionar una temperatura adecuada que optimice la remoción de compuestos azufrados sin inducir efectos secundarios que afecten la eficiencia del proceso.

La temperatura de electrólisis es un factor crítico en el proceso de desulfuración oxidativa, ya que afecta tanto la velocidad de reacción como la eficiencia de transferencia de masa. El incremento de la temperatura puede acelerar la cinética de oxidación de los compuestos azufrados; sin embargo, dado que la reacción electroquímica de oxidación es exotérmica, temperaturas demasiado elevadas dificultan el sostenimiento del proceso y limitan la eficiencia de la oxidación. Adicionalmente, un aumento excesivo de la temperatura puede favorecer la reacción de evolución de oxígeno del electrolito de soporte, reduciendo la eficiencia de corriente, provocando pérdidas energéticas y afectando negativamente la remoción de azufre (Jin & Botte, 2010).

En trabajos previos, como el de Abdullah et al. (2021), se evaluaron temperaturas desde 20 °C hasta 66 °C en la desulfuración de diésel sintético, determinando que 45 °C era el valor óptimo para maximizar la remoción de compuestos sulfurados.

Por lo anterior, se decidió evaluar el comportamiento de la corriente de celda a los distintos intervalos de temperatura. En la Figura 23 se observa una diferencia notable en los valores de corriente cuando no se aplica calor respecto a cuando se impone una temperatura controlada. A temperatura ambiente, la corriente de celda se mantuvo aproximadamente en 1.8 A, mientras que, al aumentar la temperatura, la corriente osciló entre 2.4 y 2.6 A.

Lo que pudo pasar es que la agitación térmica pudo contribuir a mejorar la transferencia de masa, ya que, al calentar, se favorece la difusión de los reactivos hacia la superficie del electrodo y de los productos oxidativos hacia el medio, asegurando un contacto más eficiente entre los reactivos y la interfase electrodo-solución. Esto disminuye gradientes de concentración y favorece la oxidación, lo que se traduce en un aumento neto de corriente de celda.

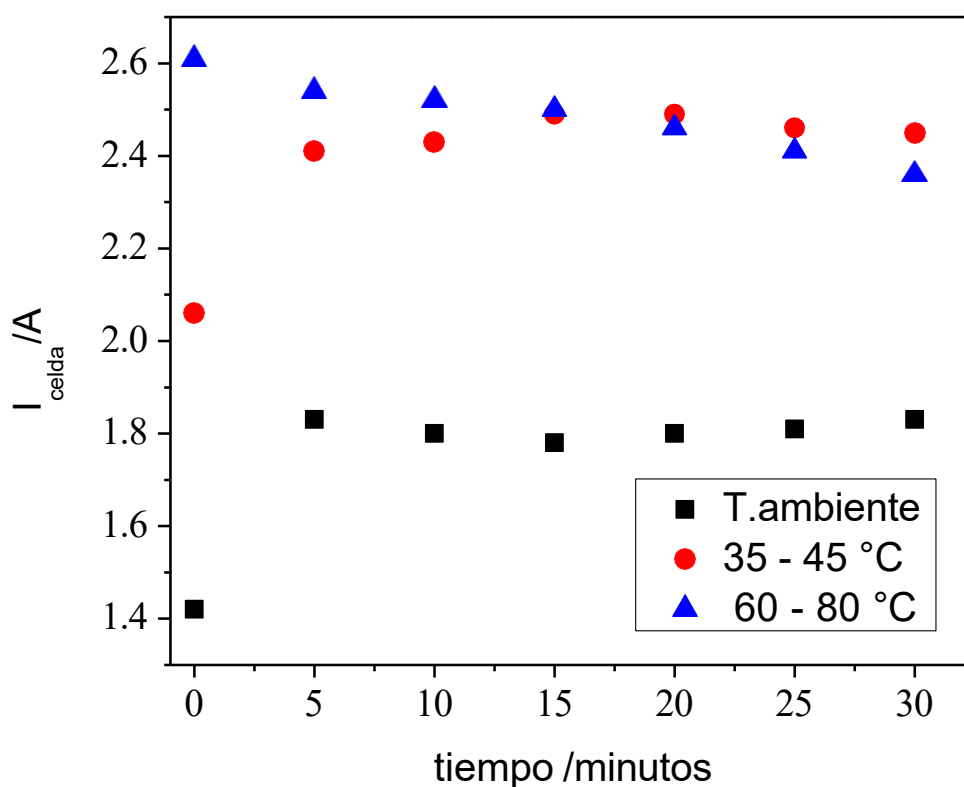


Figura 23. Evolución de la corriente de celda durante 30 minutos de electrólisis de combustóleo en disolución de NaOH a tres rangos de temperatura: temperatura ambiente, 35-45 °C y 60-80 °C. Electrodo empleado en la electrólisis: Cu (+) / Acero (-).

Con base en los resultados obtenidos y considerando el tiempo de electrólisis, el potencial aplicado y la temperatura adecuada, se decidió evaluar diferentes materiales para los electrodos. El objetivo fue seleccionar una combinación que no solo favoreciera la eficiencia del proceso de desulfuración, sino que también fuera económicamente rentable para su implementación.

9.5 Elección del material del electrodo

Para la selección del material de los electrodos, se evaluaron cuatro materiales diferentes, tal como se muestra en la Figura 24. Con base en estas opciones, se diseñaron siete combinaciones de pares de electrodos (ánodo/cátodo) para determinar cuál resultaba más eficiente en el proceso de electrodesulfuración del combustóleo. Estas combinaciones se detallan en la Tabla 2 del apartado de metodología y fueron evaluadas considerando criterios de eficiencia electroquímica, estabilidad del material y viabilidad económica, con el fin de identificar la configuración óptima para la remoción de compuestos azufrados.



Figura 24. Imágenes de los materiales de electrodos utilizados durante las electrólisis: DSA, titanio, cobre y acero. Estas fotografías permiten visualizar las superficies de contacto y la geometría de los electrodos empleados en los diferentes ensayos de electrodesulfuración.

A continuación, en la Figura 25 se muestran los voltamperogramas cíclicos en sentido de oxidación del acetonitrilo obtenido tras la extracción líquido-líquido, correspondientes a cada una de las combinaciones de materiales de electrodos evaluadas en este trabajo de tesis. Estos resultados permiten comparar la eficiencia relativa de los distintos pares ánodo/cátodo en la remoción de compuestos azufrados del combustóleo.

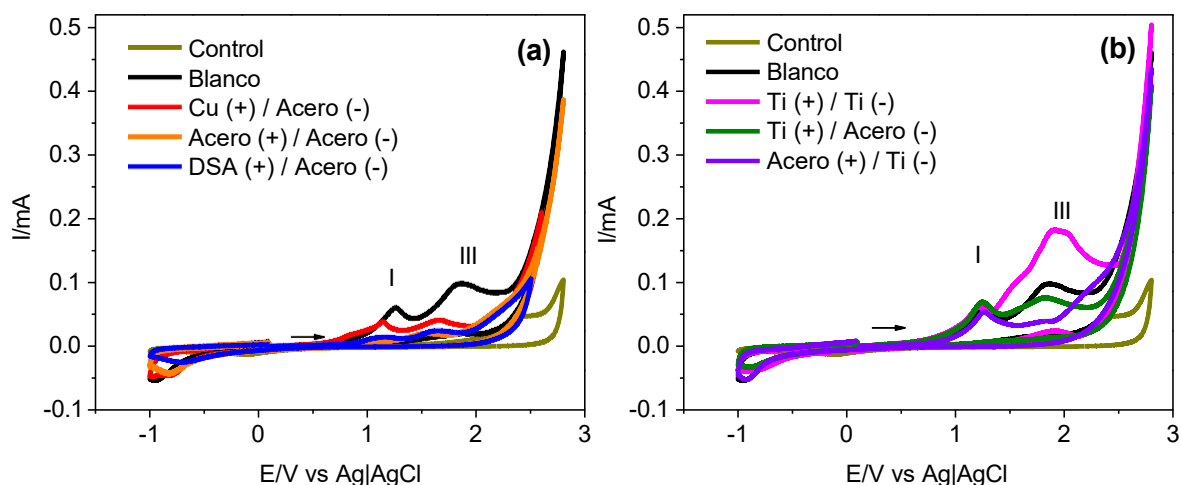


Figura 25. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} de $\text{CH}_3\text{CN} + 0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6$ recuperado tras la extracción líquido-líquido de la disolución de NaOH electrolizada, empleando diferentes combinaciones de materiales de ánodos (+) y cátodos (-).

Como se observa en las Figuras 25a y 25b, las combinaciones de electrodos que generaron la mayor corriente en el pico I fueron $\text{Ti (+) / Acero (-)}$, Ti (+) / Ti (-) , $\text{Acero (+) / Ti (-)}$, así como la curva negra correspondiente al control, es decir, la muestra donde no se aplicó corriente eléctrica. No obstante, la combinación Ti (+) / Ti (-) presentó la mayor corriente en el pico III, el cual se atribuye a la oxidación de los productos formados en el pico I y, por consecuencia, en el pico II.

El hecho de que la muestra denominada “blanco”, a la que no se le aplicó corriente, haya mostrado corrientes de pico I y pico III superiores a las observadas en algunas electrólisis, podría deberse a que los compuestos azufrados presentes en el disolvente orgánico se oxidaron directamente durante la voltamperometría cíclica. Por el contrario, en las electrólisis con combinaciones como $\text{Cu (+) / Acero (-)}$, $\text{DSA (+) / Acero (-)}$ y $\text{Acero (+) / Acero (-)}$, donde los valores de corriente en ambos picos fueron menores que en el control,

esto podría indicar que la intensidad de corriente aplicada no fue suficiente para promover la oxidación completa de los compuestos azufrados.

Adicionalmente, se analizó el barrido en sentido de reducción de las muestras de acetonitrilo extraídas tras cada electrólisis realizada con las distintas combinaciones de electrodos. Los resultados de este análisis se presentan en la Figura 26.

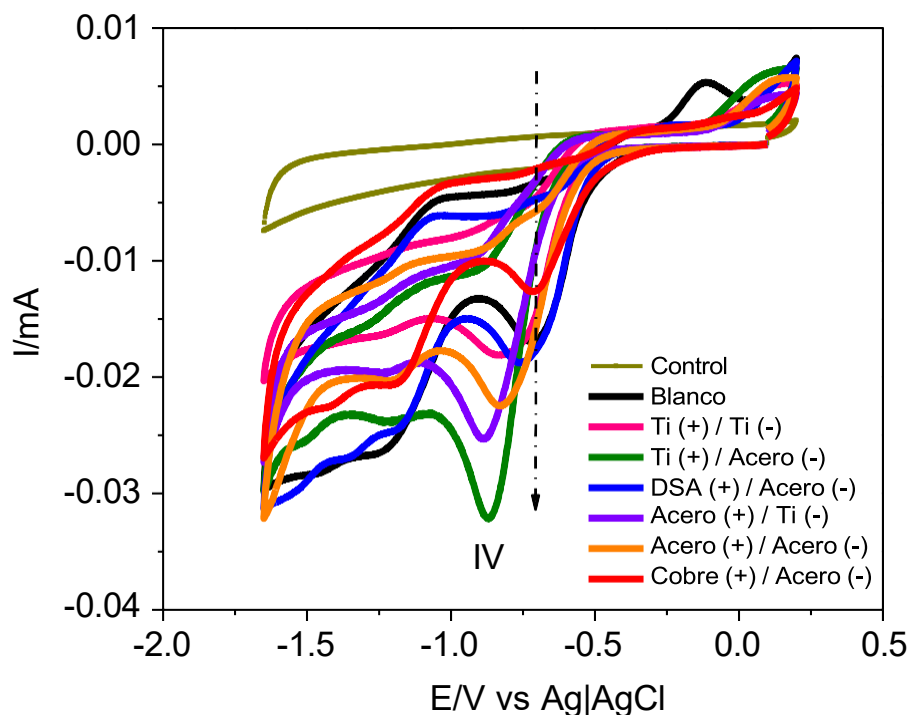


Figura 26. Voltamperogramas cíclicos en sentido de reducción sobre un electrodo de carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} . Se empleó $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6 + \text{CH}_3\text{CN}$ proveniente de la extracción líquido-líquido entre acetonitrilo limpio y la disolución de NaOH electrolizado con las combinaciones de electrodos empleadas.

En la Figura 26 se observa que, en todos los casos analizados, incluso cuando no se impuso corriente eléctrica al sistema (curva negra, “blanco”), aparece una señal de reducción a un potencial aproximado de $-0.70 \text{ V vs. Ag|AgCl}$ (pico IV). En ciertas combinaciones de electrodos, como Ti (+) / Acero (-), este pico se desplaza hacia potenciales más negativos,

alcanzando hasta -0.86 V vs. Ag|AgCl. Esta señal electroquímica es completamente ausente en el acetonitrilo limpio (muestra control), lo que indica que su origen se debe a la presencia de compuestos azufrados extraídos durante la fase de electrólisis.

Aunque el pico de reducción está presente, la corriente asociada es relativamente baja, con un valor aproximado de 0.03 mA. Este comportamiento sugiere que la cantidad de especies electroactivas remanentes que participan en el proceso de reducción es limitada, a pesar de la extracción previa y la electrólisis realizada. Por esta razón, se hizo necesario analizar detalladamente la corriente de celda registrada por la fuente de poder cada cinco minutos durante los 30 minutos de electrólisis, con el fin de correlacionar la intensidad de corriente con la eficiencia de remoción de compuestos azufrados en función del material de los electrodos y del tiempo de operación (Figura 27).

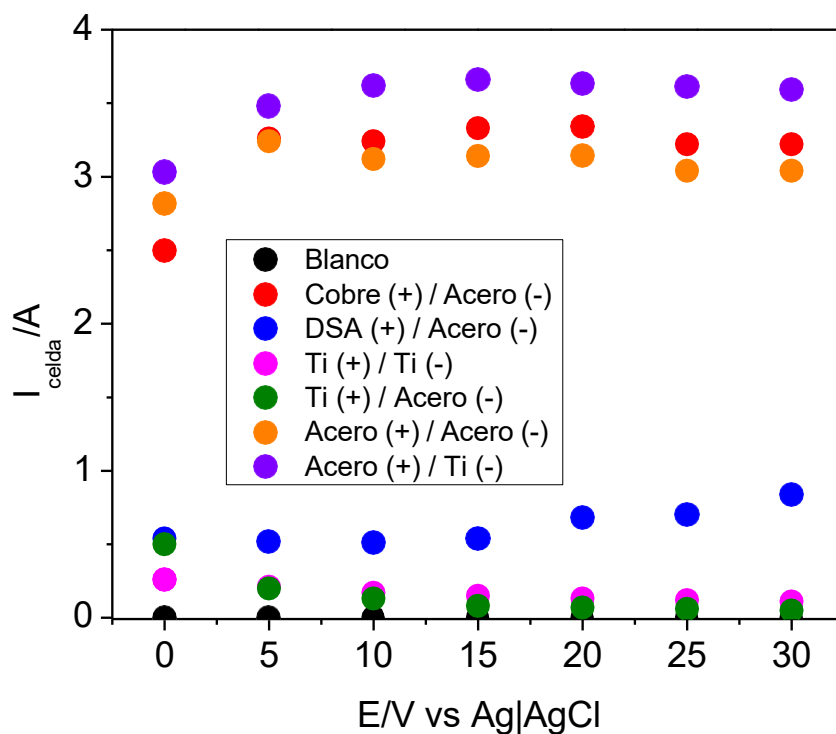


Figura 27. Variación de la corriente de celda registrada por la fuente de poder durante 30 minutos de electrólisis, empleando distintas combinaciones de ánodo (+) y cátodo (-) en el proceso de desulfuración de combustóleo.

El análisis de la Figura 27 muestra que las combinaciones de electrodos Ti (+) / Acero (-) y Ti (+) / Ti (-) generaron corrientes de celda muy bajas, menores a 0.5 A, lo que indica una eficiencia limitada en la conducción y en la transferencia de electrones durante la electrólisis. En contraste, las combinaciones Acero (+) / Acero (-), Cobre (+) / Acero (-) y Acero (+) / Ti (-) registraron corrientes relativamente altas y estables, alrededor de 3 A, lo que refleja un mejor desempeño electroquímico.

Cabe destacar que, tras la electrólisis con la combinación Cobre (+) / Acero (-), se observó un depósito de cobre sobre el cátodo, fenómeno que compromete la estabilidad y reutilización de los electrodos, motivo por el cual esta combinación fue descartada (Figura 28).

Con base en estos resultados, para evaluar el desempeño global del proceso de desulfuración y comparar eficiencias entre electrodos con corrientes bajas y altas, se seleccionaron cuatro combinaciones de electrodos para los experimentos posteriores:

- a) DSA (+) / Acero (-),
- b) Ti (+) / Ti (-),
- c) Acero (+) / Acero (-),
- d) Ti (+) / Acero (-).

Esta selección permite analizar el efecto del material de ánodo y cátodo sobre la eficiencia de remoción de compuestos azufrados, considerando tanto la estabilidad del electrodo como la magnitud de la corriente alcanzada durante la electrólisis.

Posteriormente, a cada muestra de combustóleo electrolizado se le realizó una extracción final de compuestos azufrados utilizando acetonitrilo limpio mediante agitación. Las muestras de acetonitrilo obtenidas fueron analizadas por voltamperometría cíclica para evaluar la presencia y comportamiento de los compuestos oxidados (Figura 29). Cabe señalar que la muestra “blanco” (curva negra) no recibió aplicación de potencial eléctrico, aunque se mantuvo el sistema en contacto con la disolución de NaOH 0.7 M a una temperatura de 35-45 °C durante 30 minutos.



Figura 28. Depósito de cobre sobre el cátodo de acero observado tras la electrólisis del combustóleo empleando la combinación de electrodos Cu (+) / Acero (-), evidenciando la inestabilidad de esta configuración durante el proceso.

En la Figura 29 se observa la presencia de un único pico, identificado como pico III, que aparece aproximadamente a +2.27 V vs. Ag|AgCl. Este pico se desplaza hacia potenciales más positivos cuando se emplean determinadas combinaciones de electrodos, como Acero (+) / Acero (-), Titanio (+) / Titanio (-) y Titanio (+) / Acero (-), alcanzando valores de hasta +2.55 V vs. Ag|AgCl. Asimismo, los valores de corriente asociados al pico III fueron comparables a los obtenidos previamente (Figura 16), aunque en este análisis se aprecia con mayor claridad la formación y definición del pico, evidenciando la influencia de los materiales de los electrodos sobre el proceso de oxidación de los compuestos azufrados.

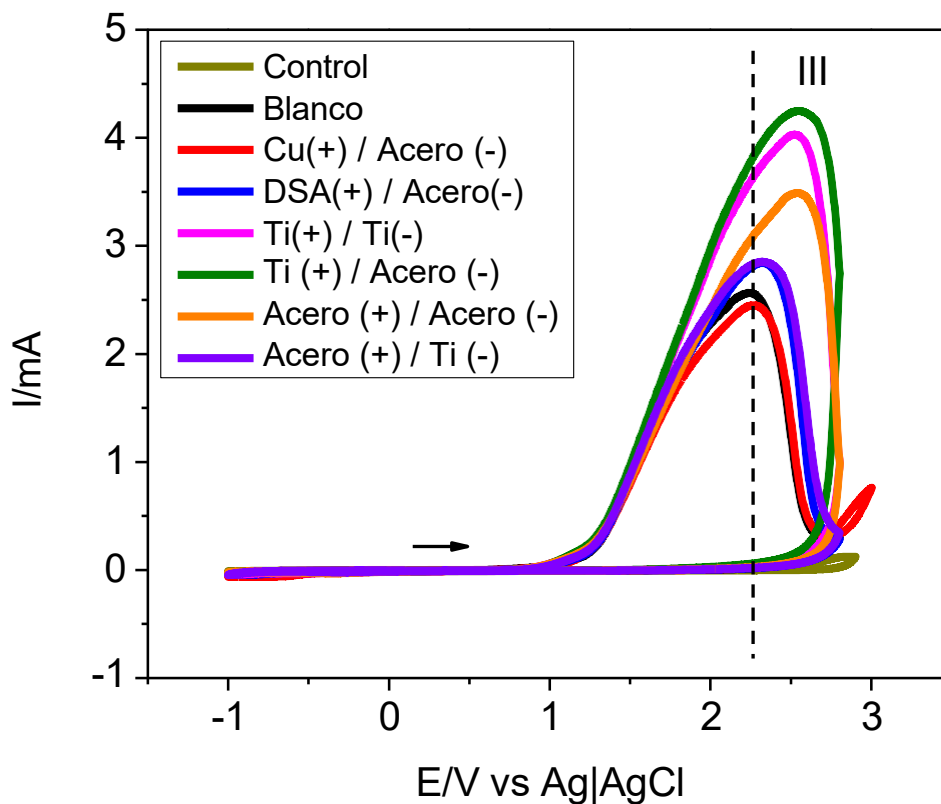


Figura 29. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} de disoluciones de $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6 + \text{CH}_3\text{CN}$. Estas disoluciones provienen de la agitación posterior del combustóleo electrolizado con CH_3CN limpio usando diferentes combinaciones de materiales de ánodos (+) y cátodos (-).

En este caso, se puede suponer que, tras someter el combustóleo a electrólisis, los compuestos azufrados presentes en él son más fácilmente extraídos mediante un disolvente orgánico. Las combinaciones de electrodos que mostraron mayores valores de corriente de pico fueron Titanio (+) / Titanio (-) y Titanio (+) / Acero (-). Esto puede relacionarse con la formación espontánea de una capa pasivante de óxido de titanio (TiO_2) sobre la superficie del electrodo en condiciones ambientales, que le confiere alta resistencia a la corrosión. Aunque el titanio se oxida, esta oxidación es superficial, estable y generalmente beneficiosa para su durabilidad, lo que podría favorecer el desempeño en este trabajo.

Sin embargo, el combustóleo contiene compuestos orgánicos, azufrados, metales pesados y partículas sólidas, los cuales pueden resultar altamente agresivos para los electrodos, especialmente bajo la aplicación de potenciales elevados. Esto incrementa el riesgo de corrosión si no se opera dentro del rango adecuado de potencial. Por ello, se decidió monitorear cuidadosamente este comportamiento durante todo el proceso de desulfuración.

9.6 Desulfuración de combustóleo en un proceso global

El proceso de desulfuración de combustóleo combina extracción con disolventes orgánicos y electrólisis en medio alcalino para remover de manera eficiente los compuestos azufrados. Inicialmente, se realiza una extracción con acetonitrilo para reducir la concentración de azufre. Posteriormente, el combustóleo se somete a electrólisis controlada mediante electrodos seleccionados, un potencial y temperatura adecuada, oxidando los compuestos azufrados a sulfoxidos y sulfonas. Finalmente, se efectúa una extracción líquido-líquido para recuperar los productos oxidados y maximizar la eficiencia de desulfuración. Este enfoque global integra cada etapa de manera secuencial, optimizando la remoción de azufre y protegiendo los materiales del electrodo (Figura 30).

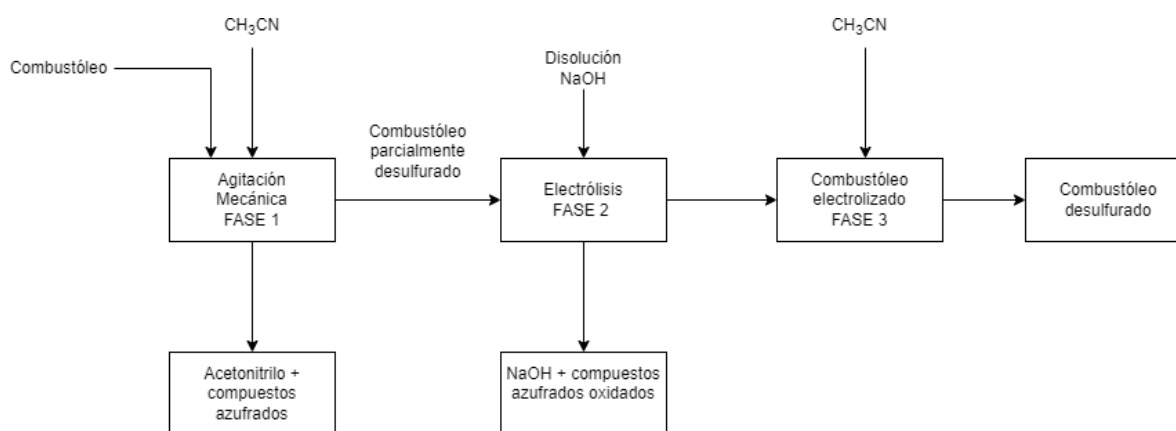


Figura 30. Esquema completo que ilustra el proceso de desulfuración de combustóleo, incluyendo la extracción preliminar de compuestos azufrados con acetonitrilo, la electrólisis con diferentes combinaciones de electrodos y la recuperación final del disolvente.

Aunque se emplea acetonitrilo para la extracción preliminar de compuestos azufrados antes de la electrólisis, la literatura reporta que este disolvente puede recuperarse mediante destilación a temperatura aproximada de 80 °C y presión atmosférica (Shams et al., 2021). Por lo tanto, esta etapa podría incorporarse en el presente estudio, constituyendo un indicador de eficiencia energética. Además, su implementación permitiría un proceso más sencillo de ejecutar y contribuiría a que el sistema global de desulfuración sea económicamente viable.

Aunque se emplea acetonitrilo para llevar a cabo la extracción de los compuestos azufrados en una fase preliminar a la electrólisis, se ha reportado en literatura que el acetonitrilo puede ser destilado en una etapa posterior para recuperar la pureza empleando solamente temperatura de aproximadamente 80 °C a presión atmosférica (Shams et al., 2021). Por lo que esta etapa, se podría implementar en este estudio. Esto sería un indicador para obtener un proceso eficiente en términos energéticos, fácil de implementar y que ayudaría a que el sistema completo de desulfuración resulte económicamente viable.

FASE 1

El primer paso consistió en extraer la mayor cantidad posible de compuestos azufrados, siguiendo los esquemas presentados en la Figura 30. Para ello, a 50 mL de cada muestra de combustóleo pesado se le realizaron tres lavados consecutivos con acetonitrilo, agitando durante 20 minutos en cada lavado. Este procedimiento se aplicó a cuatro muestras diferentes, correspondientes a los electrodos DSA (+) / Acero (-), Acero (+) / Acero (-), Ti (+) / Ti (-) y Ti (+) / Acero (-), realizándose la repetición de cada experimento para garantizar la reproducibilidad.

En la Figura 31 se muestra el comportamiento de las voltamperometrías cíclicas del acetonitrilo recuperado en el primer y último lavado. Se observa que los perfiles obtenidos son consistentes con los reportados previamente en las Figuras 13 y 15, indicando que la extracción inicial de compuestos azufrados sigue un comportamiento reproducible en todas las muestras. Esto se explica en parte por la relación aproximada de 1:7 entre la cantidad de combustóleo y acetonitrilo utilizada.

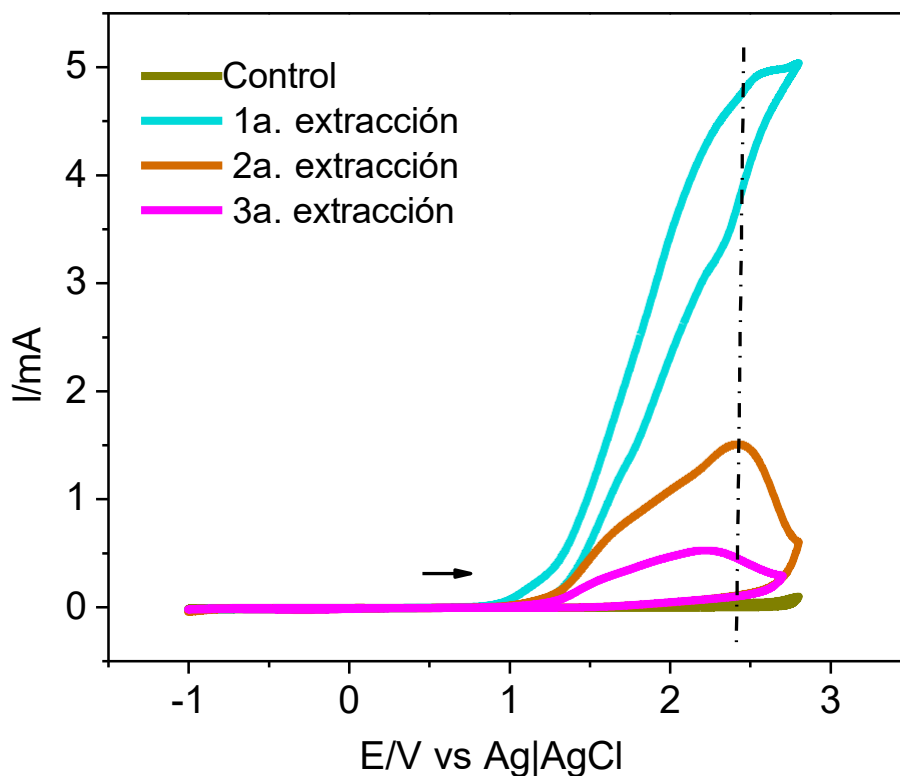


Figura 31. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} correspondientes a $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6$ en acetonitrilo usado después de la primera extracción de combustóleo con acetonitrilo, dentro del proceso global de desulfuración.

Una vez completada la primera extracción de los compuestos azufrados del combustóleo, se procedió con la Fase 2, siguiendo el esquema representado en la Figura 30.

FASE 2.

El siguiente paso en el proceso consistió en realizar la electrólisis del combustóleo recuperado de la Fase 1. Para ello, los mismos 50 mL de combustóleo se mezclaron con 235 mL de una disolución de NaOH, y se colocaron los electrodos correspondientes según cada muestra: DSA (+) / Acero (-), Acero (+) / Acero (-), Ti (+) / Ti (-) y Ti (+) / Acero (-). En

esta etapa, se aplicó corriente de celda constante en lugar de potencial constante, empleando el modo galvanostático, debido a las ventajas que ofrece en la industria:

- La corriente constante asegura reproducibilidad y control en las operaciones, estandarizando resultados, lo cual es esencial para la producción a gran escala.
- Los rectificadores industriales funcionan de manera más estable, confiable y eficiente al operar a corriente fija, especialmente en procesos continuos.
- A diferencia del modo potenciostático, el modo galvanostático evita variaciones bruscas de corriente que podrían dañar los electrodos o el sustrato.
- La automatización y control del proceso resulta más sencilla bajo condiciones de corriente constante, en comparación con la regulación activa del potencial.

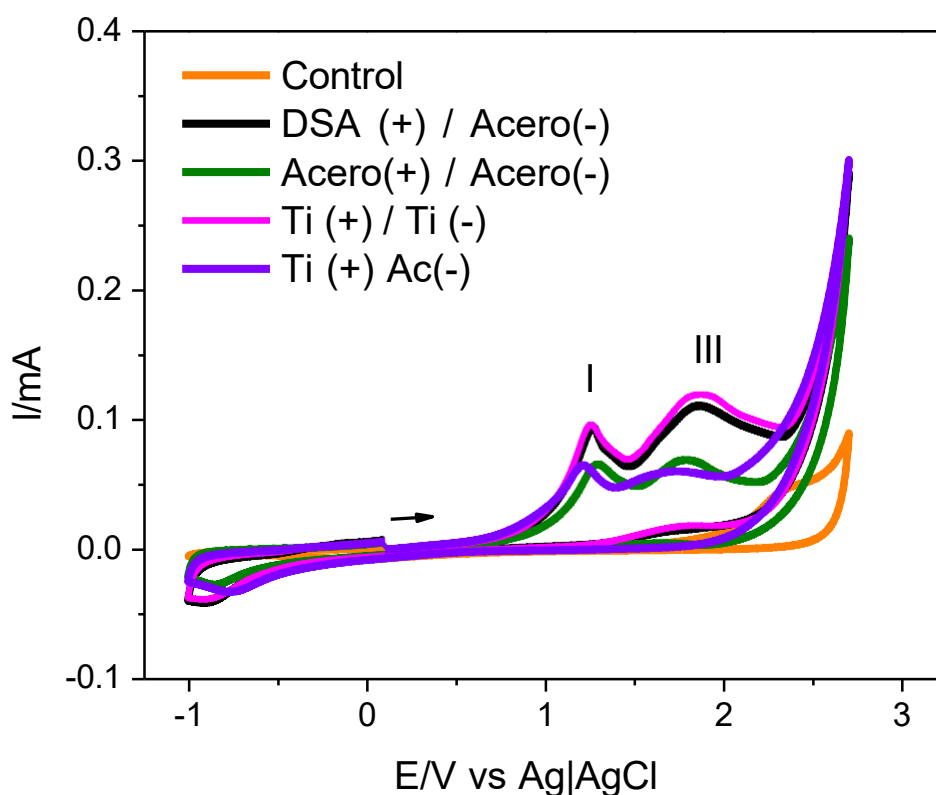


Figura 32. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} de $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6$ en el acetonitrilo obtenido tras la extracción líquido-líquido entre acetonitrilo limpio y la disolución de NaOH electrolizado,

empleando combinaciones de electrodos: DSA (+) / Acero (-) (curva negra), Acero (+) / Acero (-) (curva verde), Ti (+) / Ti (-) (curva magenta) y Ti (+) / Acero (-) (curva lila).

De esta manera, en la Figura 32 se muestra el comportamiento por voltamperometría cíclica del acetonitrilo obtenido tras la extracción líquido-líquido entre la disolución de NaOH electrolizado y acetonitrilo limpio. Para comparación, también se incluyó la muestra control, que consiste únicamente en acetonitrilo limpio con electrolito.

Como se observa en la Figura 32, el uso de las cuatro combinaciones de electrodos permite la remoción de compuestos azufrados, evidenciada por la aparición de los picos I y III en todos los voltamperogramas. Se aprecia que las combinaciones DSA (+) / Acero (-) y Ti (+) / Ti (-) presentan corrientes de pico I y pico III ligeramente mayores en comparación con las combinaciones Acero (+) / Acero (-) y Ti (+) / Acero (-), lo que indica una mayor eficiencia en la oxidación de los compuestos azufrados.

Para complementar este análisis, se evaluó la respuesta en sentido de reducción de las soluciones obtenidas tras la electrólisis con las distintas combinaciones de electrodos. La Figura 33 presenta los resultados de estas mediciones, incluyendo también la muestra control correspondiente a acetonitrilo limpio, con el fin de identificar posibles señales redox propias del sistema.

En la Figura 33 se observa que, para la combinación de electrodos Acero (+) / Acero (-), no se registran picos de reducción, mostrando un comportamiento similar al de la muestra control (acetonitrilo + n-Bu₄PF₆), lo que indica la ausencia de especies electroactivas susceptibles de reducción. En contraste, las demás combinaciones de electrodos muestran dos picos de reducción, denominados pico IV y pico V, a potenciales aproximados de -0.53 V y -0.97 V vs. Ag|AgCl, respectivamente. Se aprecia que cuando se emplea acero como cátodo (-), la intensidad de los picos IV y V es menor que cuando se utiliza titanio como cátodo, lo que sugiere una menor eficiencia en la reducción de las especies generadas durante la electrólisis.

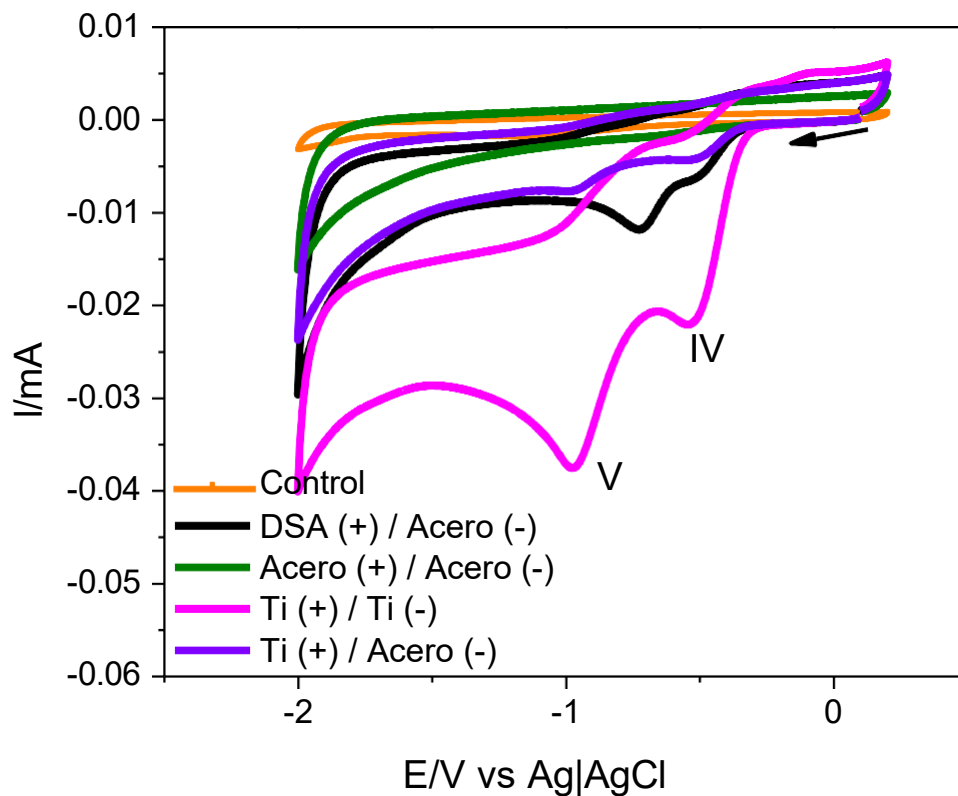


Figura 33. Voltamperogramas cíclicos en sentido de reducción sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} de $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6 + \text{acetonitrilo}$ recuperado tras la extracción líquido-líquido entre acetonitrilo limpio y la disolución de NaOH electrolizado. Las combinaciones de electrodos usadas son: DSA (+) / Acero (-) (curva negra) y Acero (+) / Acero (-) (curva verde), Ti (+) / Ti (-) (curva magenta) y Ti (+) / Acero (-) (curva lila).

Debido a estas diferencias, se decidió monitorear el potencial de celda durante las electrólisis realizadas con las cuatro combinaciones de electrodos, manteniendo una corriente constante de 0.02 A . Los valores registrados se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4. Valores de potencial de celda registrados en la fuente de poder de la marca GWINSTEK y modelo SPS-606 al aplicar una corriente constante de 0.02 A en cada sistema electroquímico durante la desulfuración de combustóleo.

	Potencial de celda (V)			
Tiempo (min)	DSA (+) / Acero (-)	Acero (+) / Acero (-)	Ti (+) / Ti (-)	Ti (+) / Acero (-)
0	4.3	1.8	2.0	2.0
5	4.8	1.8	2.0	2.0
10	5.1	1.8	2.1	2.1
15	6.1	1.8	2.0	2.1
20	6.2	1.8	2.1	2.1
25	6.2	1.8	2.1	2.1
30	6.2	1.8	2.1	2.2

Lo que se observa en la Tabla 4 es que los valores de potencial de celda fueron mayores (entre 4 y 6 V) al emplear la combinación de electrodos DSA (+) / Acero (-), en comparación con las demás combinaciones de electrodos. Este comportamiento sugiere que el mayor potencial requerido en el sistema que utiliza DSA podría estar asociado a caídas de potencial en el sistema electroquímico, posiblemente debido a una mayor pasivación del electrodo DSA en comparación con los otros materiales.

FASE 3.

Como etapa final del proceso de desulfuración de combustóleo, se procedió a realizar una extracción de los compuestos azufrados remanentes después de la electrólisis. Para ello, las muestras de combustóleo tratadas con cada una de las cuatro combinaciones de electrodos se pusieron en contacto con acetonitrilo limpio. Específicamente, a 50 mL de combustóleo electrolizado se le añadieron 235 mL de acetonitrilo limpio y se agitaron durante 20 minutos. El análisis de la fase orgánica resultante mediante voltamperometría cíclica se presenta en la Figura 34.

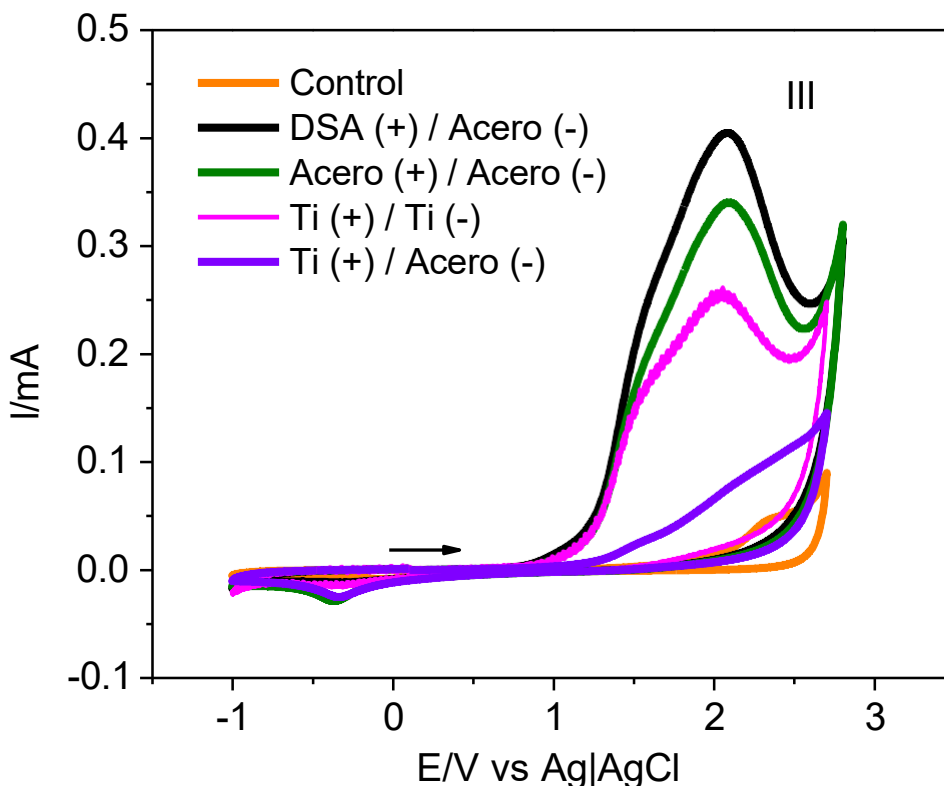


Figura 34. Voltamperogramas cíclicos sobre carbón vítreo de 3 mm de diámetro a una velocidad de barrido de 100 mV s^{-1} de $0.1 \text{ M n-Bu}_4\text{PF}_6 + \text{CH}_3\text{CN}$ recuperado después de agitar por 20 minutos el combustóleo que fue electrolizado por 30 minutos, a 0.02 A y aplicando temperatura entre $35\text{-}45 \text{ }^\circ\text{C}$ empleando combinaciones de electrodos de DSA (+) / Acero (-) (curva negra) y Acero (+) / Acero (-) (curva verde), Ti (+) / Ti (-) (curva magenta) y Ti (+) / Acero (-) (curva lila).

En la Figura 34 se observa que el comportamiento de los voltamperogramas es similar al registrado en la Figura 29; sin embargo, la corriente del pico III es significativamente menor que la mostrada en la Figura 29, especialmente para la combinación de electrodos Ti (+) / Acero (-), donde el pico III presenta la corriente más baja en comparación con las demás combinaciones. Esto indica que, tras la electrólisis, el combustóleo alcanza un grado máximo de desulfuración. Por lo tanto, se puede inferir que estos materiales de electrodos son particularmente efectivos para remover compuestos azufrados del combustóleo. Asimismo,

en la Figura 35 se ilustra visualmente el cambio de color del acetonitrilo antes y después de realizar la electrólisis, evidenciando la efectividad del proceso.

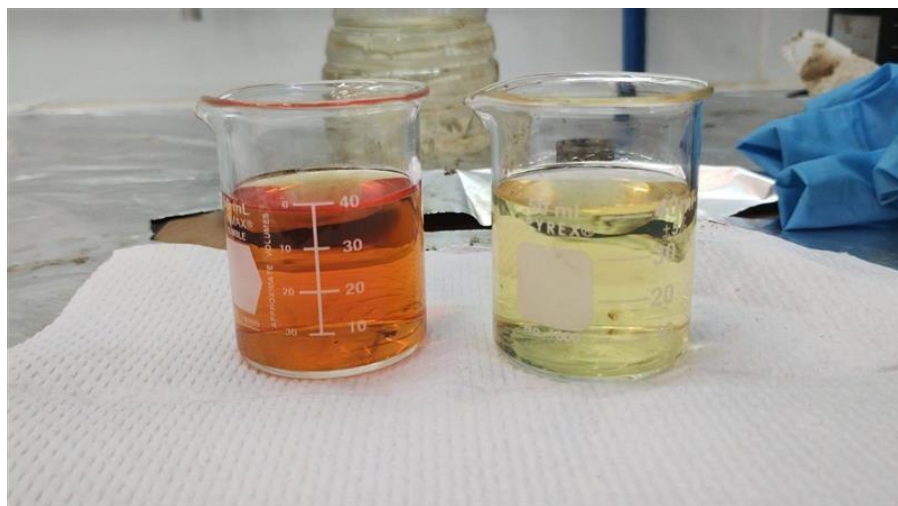


Figura 35. Coloración del acetonitrilo durante la primera extracción realizada con el combustóleo antes de efectuar la electrólisis (vaso de precipitados izquierdo) y después de haber sido sometido a electrólisis (vaso de precipitados derecho).

De esta manera, en la Figura 35 se aprecia un cambio significativo en la coloración del acetonitrilo entre la primera extracción y la muestra obtenida después de la electrólisis del combustóleo. Este cambio visual sirve como un indicador de la remoción de compuestos azufrados. Además, sugiere que, en caso de implementar una etapa de destilación del acetonitrilo, sería posible eliminar o degradar los productos de oxidación presentes en el disolvente antes de realizar nuevas electrólisis, optimizando así la eficiencia del proceso.

10. Conclusiones

- Fue posible realizar la desulfuración del combustóleo monitoreado por voltamperometría cíclica en medio orgánico sobre electrodos de carbón vítreo debido a que se observan señales que corresponden a compuestos azufrados.
- Se analizaron las condiciones operacionales para llevar a cabo la electrodesulfuración de combustóleo como: tiempo de electrólisis, potencial aplicado, temperatura y material de electrodos monitoreando con la técnica de voltamperometría cíclica.
- Se determinó que la extracción preliminar de compuestos azufrados del combustóleo mediante agitación con acetonitrilo es más eficiente a 20 minutos, alcanzando la mayor cantidad de compuestos extraídos. La relación entre la muestra de combustóleo y el disolvente (1:7) permitió una extracción consistente y reproducible.
- La electrólisis de combustóleo en presencia de NaOH mostró que un tiempo óptimo de 30 minutos y un potencial de celda de 8 V proporcionan la mayor remoción de especies azufradas sin generar pérdidas energéticas significativas ni procesos secundarios indeseables. La corriente de celda y los voltamperogramas cíclicos indicaron que tiempos mayores a 30 minutos o potenciales superiores a 8 V no mejoran la eficiencia significativamente.
- La temperatura de electrólisis es un factor crítico para la desulfuración. Se observó que a temperatura ambiente no ocurre una remoción significativa de compuestos azufrados. En cambio, un rango de 35–45 °C fue suficiente para favorecer la oxidación electroquímica, permitiendo una mayor corriente de celda y eficiencia de extracción, sin que se generen problemas asociados a la evolución de oxígeno o evaporación de agua.
- Entre las combinaciones de electrodos evaluadas, Titanio (+) / Titanio (-) y Titanio (+) / Acero (-) mostraron la mayor eficiencia en la remoción de compuestos azufrados, evidenciada por las corrientes más altas de los picos de oxidación en voltamperometría cíclica. El acero como cátodo permitió corrientes más estables, mientras que el cobre presentó deposición sobre el cátodo, lo que lo hace inadecuado para este proceso.
- El procedimiento combinado de extracción inicial con acetonitrilo, electrólisis galvanostática y extracción final mostró que la mayoría de los compuestos azufrados

pueden ser removidos eficientemente. La disminución de la corriente del pico III en la última extracción indica que el combustóleo alcanza un estado casi completo de desulfuración.

- El cambio de coloración del acetonitrilo antes y después de la electrólisis puede ser utilizado como un indicador práctico de la remoción de compuestos azufrados. Además, la posibilidad de destilar el acetonitrilo y eliminar productos de oxidación remanentes podría mejorar la eficiencia energética y económica del proceso, haciéndolo más viable para escalas mayores.
- La combinación de condiciones optimizadas —tiempo de electrólisis, potencial aplicado, temperatura adecuada y selección de electrodos resistentes— sugiere que el proceso desarrollado es reproducible, económicamente viable y compatible con prácticas industriales, ofreciendo un enfoque eficiente y seguro para la desulfuración de combustóleo.
- El proceso de desulfuración constó de dos etapas de extracción con acetonitrilo, en la parte inicial y final, y un proceso de electrólisis por 30 minutos a una temperatura entre 35-45 °C imponiendo 0.02 A.

11. Perspectivas

- Es necesario realizar un análisis detallado de la concentración de azufre en el combustóleo antes y después del proceso para determinar con precisión la eficiencia de desulfuración y poder comparar la efectividad de diferentes condiciones experimentales. Esto permitiría validar cuantitativamente los resultados obtenidos por voltamperometría y optimizar el proceso.
- Considerar la recuperación y limpieza del acetonitrilo mediante destilación o procesos de oxidación controlada de los productos remanentes. Esto permitiría reincorporar el disolvente al proceso de manera eficiente, reduciendo costos y el impacto ambiental, haciendo el proceso más sostenible y económicamente viable.
- Explorar la aplicación de diferentes configuraciones de electrodos, materiales más resistentes o catalizadores superficiales que incrementen la eficiencia de la oxidación

de compuestos azufrados, minimizando la corrosión y mejorando la estabilidad del sistema durante electrólisis prolongada.

- Evaluar la implementación del proceso a escala piloto o industrial, considerando la energía consumida, eficiencia de remoción de azufre, estabilidad de los electrodos y reproducibilidad del sistema. Esto permitiría validar la viabilidad del proceso en condiciones reales de operación.
- Analizar los productos de oxidación generados durante la electrólisis y su impacto sobre el combustible, para asegurar que no se generan compuestos indeseables que afecten la calidad del combustible o el medio ambiente.

12. Anexos

12.1 Anexo 1. Conocimientos básicos de una celda electroquímica

Una celda electroquímica es un dispositivo que permite la conversión de energía química en energía eléctrica o viceversa. En una celda galvánica, la reacción química se produce de forma espontánea, generando energía eléctrica (UNNE, 2007). En contraste, una celda electrolítica requiere una fuente externa de energía eléctrica para forzar una reacción química no espontánea, como en el caso de la electrólisis para dividir el agua en hidrógeno y oxígeno, o en procesos de recubrimiento metálico mediante electrodeposición.

Las celdas electroquímicas tienen varios componentes esenciales (Figura A1) (Labster, s.f):

- **Ánodo:** donde ocurre la oxidación, que es positivo ya que se conecta a la fuente de energía externa.
- **Cátodo:** donde ocurre la reducción, y es negativo.
- **Electrolito:** similar a las celdas galvánicas, permite la conducción de iones.

El flujo de electrones se da a través de un circuito externo, mientras que los iones se desplazan dentro de la solución o entre los compartimentos de la celda. Estas celdas son útiles en almacenamiento de energía, recubrimiento de metales y en una variedad de procesos industriales. En su funcionamiento, una fuente de corriente externa (como una batería) aplica un voltaje a la celda, provocando que la oxidación y la reducción ocurran en el ánodo y cátodo, respectivamente, mientras que los electrones fluyen a través de un circuito externo, y los iones en el electrolito facilitan la transferencia de carga.

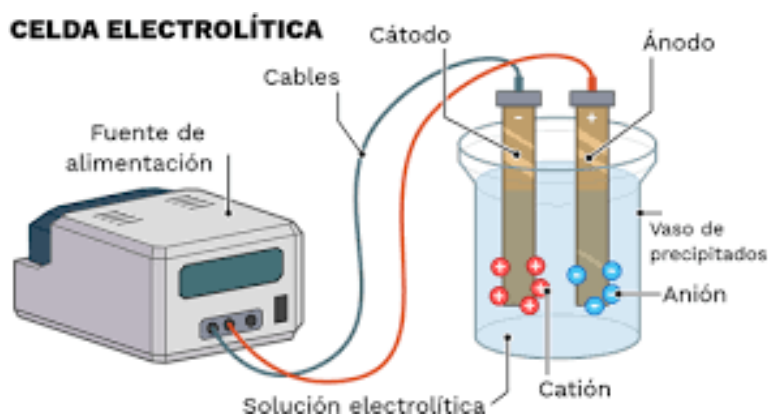


Figura A.1. Representación esquemática de una celda de electrólisis, con sus componentes.

12.2 Anexo 2. Acetonitrilo

El acetonitrilo es un disolvente orgánico polar con la fórmula química CH_3CN , y es el nitrilo orgánico más sencillo en cuanto a estructura. Su molécula contiene un átomo de nitrógeno con un par de electrones no compartidos, lo que le confiere características especiales de reactividad y estabilidad. Este líquido incoloro es altamente utilizado debido a su capacidad para mezclarse con agua y varios disolventes orgánicos, excepto con hidrocarburos saturados como los presentes en las fracciones del petróleo. Además, tiene un punto de fusión bajo y una baja absorbancia en el espectro ultravioleta cercano (200-400 nm), lo que lo hace adecuado para diversas aplicaciones.

Usos del acetonitrilo:

1. Como disolvente:

- Para la extracción de butadieno.
- En la disolución de compuestos orgánicos e inorgánicos.

2. En la producción química:

- Como intermedio en la fabricación de pesticidas, como la acetamiprida.
- Como materia prima para la síntesis de productos como acetofenona, tiamina y acetamidina.

3. En procesos industriales:

- Para extraer alquitranes, fenoles y colorantes insolubles en acetonitrilo de los hidrocarburos del petróleo.
- En la fabricación de fibras acrílicas, caucho de nitrilo, resinas ABS y productos farmacéuticos.

Gracias a sus propiedades únicas y versatilidad, el acetonitrilo es esencial en sectores como la química, farmacéutica y petroquímica (ITW reagents n.d)

12.3 Anexo 3. Hexafluorofosfato de tetrabutilamonio

El hexafluorofosfato de tetra-n-butilamonio se emplea como electrolito en sistemas electroquímicos no acuosos. Su estabilidad química lo hace adecuado para funcionar como

un electrolito inerte con un amplio rango de potencial. Además, contribuye a mejorar el rendimiento de los diodos emisores de luz orgánicos de capa única (OLED). En cuanto a su solubilidad, se disuelve en disolventes como acetona, acetonitrilo y tetrahidrofurano (Fisher Scientific, n.d)

12.4 Anexo 4. Voltamperometría cíclica

La voltamperometría se basa en la aplicación de un cambio de potencial que varía de manera lineal con el tiempo. La respuesta a este cambio, es decir, la corriente, se registra en función del potencial aplicado, generando lo que se conoce como un voltamperograma. La voltamperometría cíclica, además de proporcionar datos sobre los mecanismos de reacción, también se utiliza para evaluar la pureza de la disolución y el estado de la superficie del electrodo de trabajo (González-Hernández & García-Céspedes, 2024).

13 Referencias

Abdullah, G., Kadhom, M., Salih, S., & Ahmed, S. M. R. (2021). *Functionalized multiwall carbon nanotube electrode for electrochemical oxidation of dibenzothiophene in diesel. Petroleum and Coal*, 63, 710-717.

AcademiaLab. (s.f.). *Combustible diésel*. Recuperado de <https://academia-lab.com/enciclopedia/combustible-diesel/>

Alcántar-González, F. S., & Cruz-Gómez, M. J. (2011). Análisis de la distribución de azufre en productos, emisiones de SO_x y la recuperación del mismo en el sistema nacional de refinación. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, 27(2), 153-163. Recuperado de http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0188-49992011000200006&lng=es&tlng=es

Álvarez-Amparán, M. A., & Cedeño-Caero, L. (2021). *Análisis y relevancia de los procesos catalíticos para la remoción de azufre en los combustibles fósiles*. *Mundo Nano*, 14(26), 1e–21e. <https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2021.26.69633>

Baatar, B., Gan-Erdene, T., Myekhlai, M., Otgonbayar, U., Majaa, C., Turmunkh, Y., & Javkhlantugs, N. (2017). Desulfurization of coal using the electrochemical technique in neutral and alkaline media. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 39(15), 1610–1616. [<https://doi.org/10.1080/15567036.2017.1356886>]

Barbosa, A. L., Vega, A., & Amador, E. (2014). Hidrodesulfuración de crudos de petróleo: base para el mejoramiento de combustibles. Una revisión. *Avances en Ciencias e Ingeniería*, 5(3), 37-60. Recuperado de <https://www.redalyc.org/pdf/3236/323632128003.pdf>

Briceño-Beltrán, B., Araujo, I., Senior, A., Isea, D., Cárdenas, C., & Herrera, L. (2001). BIODESULFURACIÓN DE DIBENZOTIOFENO (DBT) POR CEPAS BACTERIANAS BIODEGRADORAS DE

hidrocarburos aisladas de "Campo Boscán". *Multiciencias*, 1(2), 85-93. Recuperado de <https://www.produccioncientificaluz.org/index.php/multiciencias/article/view/16553>

British Petroleum (1996-2005). 5 diferencias principales entre diesel y gasolina. Recuperado el 12 de febrero de 2025, de https://www.bp.com/es_es/spain/home/noticias/blog/5-diferencias-principales-entre-diesel-y-gasolina-.html

Cárdenas-Guerra, J. C., López-Arenas, T., Lobo-Oehmichen, R., & Pérez-Cisneros, E.S. (2010). A reactive distillation process for deep hydrodesulfurization of diesel: Multiplicity and operation aspects. *Computers & Chemical Engineering*, 34(2): 196-209. <https://doi.org/10.1016/j.compchemeng.2009.07.014>

CONUEE. (s.f). Derivados del petróleo; La gasolina. Gob.mx. Recuperado el 12 de febrero de 2025, de <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/253452/GasolinaFT.pdf>

Coutinho, A. C. S. L. S., Barros, J. M. F., Araujo, M. D. S., Silva, J. B., Souza, M. J. B., Delgado, R. C. O. B., Fernandes Jr., V. J., & Araujo, A. S. (2024). Hydrodesulfurization of Thiophene in n-Heptane Stream Using CoMo/SBA-15 and CoMo/AlSBA-15 Mesoporous Catalysts. *Catalysts*, 14(3), 198. <https://doi.org/10.3390/catal14030198>

DeMotor. (s. f.). *Propiedades físicas y químicas del gasóleo (diésel)*. Recuperado el 31 de marzo del 2025 de <https://demotor.net/motores-termicos/combustible/gasoil/propiedades-fisicas-y-quimicas>

EPA, (2024). *Efectos del material particulado (PM) sobre la salud y el medioambiente*. Recuperado de <https://espanol.epa.gov/espanol/efectos-del-material-particulado-pm-sobre-la-salud-y-el-medioambiente>

Fisher Scientific. (n.d.). *Tetra-n-butylammonium hexafluorophosphate, 98%, Thermo Scientific™*. Fisher Scientific. Recuperado el 20 de marzo de 2025 de

<https://www.fishersci.es/shop/products/tetra-n-butylammonium-hexafluorophosphate-98-thermo-scientific-1/11403417>

Gary, J. H., & Handwerk, G. E. (2001). *Petroleum Refining: Technology and Economics* (4th ed.). Marcel Dekker Inc.

Gobierno de México. (2016). *Refinación*. Recuperado el 30 de marzo de 2025 de https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/6977/Refinacion_Web.pdf

González-Hernández, J., & García-Céspedes, J. (2024). Voltamperometría: fundamentos electroquímicos y aplicaciones. *Revista de Química*, 38(2). 2-17 DOI: <https://doi.org/10.18800/quimica.202402.001>

Hu, Y., Li, N., Wang, M., Qiao, Z., Gu, D., Zhu, L., Yuan, D., & Wang, B. (2025). Sun desulfurization of diesel enabled by solar-derived thermo-electrochemical oxidation towards the sustainable and efficient production of clean fuel. *Fuel*, 385, 134186. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.134186>

IDEAM, Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales (s/f). *Los agentes precursores de la lluvia ácida* – IDEAM.Gov.co. Recuperado el 31 de marzo de 2025, de <http://www.ideam.gov.co/web/tiempo-y-clima/los-agentes-precursores-de-la-lluvia-acida>

Instituto para la Salud Geoambiental, (2022). *El dióxido de azufre SO₂*. Saludgeoambiental.org. Recuperado el 31 de marzo de 2025 de: <https://www.saludgeoambiental.org/dioxido-azufre-so2/>

ITW Reagents. (n.d.). *Acetonitrilo para análisis de pesticidas, ACS*. ITW Reagents. Recuperado de <https://www.itwreagents.com/iberia/es/product/acetonitrilo-para-analisis-de-pesticidas-ac/321881>

Jin, X., & Botte, G. G. (2010). Understanding the kinetics of coal electrolysis at intermediate temperatures. *Journal of Power Sources*, 195(15), 4935–4942.

Kompanijec, V., & Swierk, J. R. (2023). Evaluation of anodic materials in electrocatalytic oxidative desulfurization. *Cell Reports Physical Science*, 4, 01425. <https://doi.org/10.1016/j.xcrp.2023.101425>

Królikowski, M. (2019). Liquid-liquid extraction of sulfur compounds from heptane with tricyanomethanide based ionic liquids. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 131: 460-470. <https://doi.org/10.1016/j.jct.2018.10.009>

Labster. (s.f.). *Electrólisis*. Recuperado el 31 de marzo de 2025, de <https://theory.labster.com/es/electrolysis/>

Lam, V., Li, G., Song, C., Fairbridge, C. Hui, R., & Zhang, J. (2012). A review of electrochemical desulfurization technologies for fossil fuels. *Fuel Processing and Technology*. 30-38. <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2012.01.022>.

Lateef, S. A., Ajumobi, O. O., & Onaizi, S. A. (2019). Enzymatic desulfurization of crude oil and its fractions: A mini review on the recent progresses and challenges. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 44(6), 5181–5193. <https://doi.org/10.1007/s13369-019-03800-2>

Lluis-Ferrer, J., (2022). *Información-medio ambiente*. Editorial prensa Alicantina, S.A. *Polución: ¿Qué son las partículas PM2.5 y PM10 que causan miles de muertes en España?*. Recuperado el 31 de marzo de 2025, de <https://www.informacion.es/medio-ambiente/2022/06/14/polucion-son-particulas-pm2-5-67258356.html>

Méndez-Albores, E., González-Fuentes, M. A., Dávila-Jiménez, M. M., & González, F. J. (2015). *Role of water in the formation of sulfoxide and sulfone derivatives during the*

electrochemical oxidation of dibenzothiophene in acetonitrile. Journal of Electroanalytical Chemistry, 751, 7–14. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2015.05.025>

Morales, D. P., Taylor, A. S., & Farmer, S. C. (2010). *Desulfurization of Dibenzothiophene and Oxidized Dibenzothiophene Ring Systems*. *Molecules*, 15(3), 1265-1269. <https://doi.org/10.3390/molecules15031265>

Navarro-Espinoza, S., Meza-Figueroa, D., Pedroza-Montero, M., & Soto-Puebla, D. (2022). *Catalizadores de tres vías: historia, funcionamiento y ventajas ambientales*. *EPISTEMUS*, 16(33), 99-105. <https://doi.org/10.36790/epistemus.v16i33.240>

NOM-086-SEMARNAT-SENER-SCFI-2005, *Especificaciones de los combustibles fósiles para la protección ambiental*. Procuraduría Federal de Protección al Ambiente. <https://www.profepa.gob.mx/innovaportal/file/1278/1/nom-086-semarnat-sener-scfi-2005.pdf>

NOM-044-SEMARNAT-2006, *Límites máximos permisibles de emisiones de gases contaminantes provenientes de motores nuevos que usan diésel como combustible*. Procuraduría Federal de Protección al Ambiente. https://www.profepa.gob.mx/innovaportal/file/658/1/NOM_044_SEMARNAT_2006_12_OCT_06.pdf

NOM-016-CRE-2016, *Especificaciones de calidad de los petrolíferos*. Diario Oficial de la Federación. https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5450011&fecha=29/08/2016

NOM-022-SSA1-2010, *Criterio para evaluar la calidad del aire ambiente con respecto al dióxido de azufre (SO₂)*. Valor normado para la concentración del mismo en el ambiente como medida de protección a la salud de la población. Diario Oficial de la Federación. Recuperado el 12 de febrero de 2025, de <https://www.dof.gob.mx/normasOficiales/4149/salud1/salud1.htm>

NOM-148-SEMARNAT-2006, *Contaminación atmosférica*. Gob.mx. Recuperado el 12 de febrero de 2025. <https://www.dof.gob.mx/normasOficiales/2924/semarnat1/semarnat1.htm>

NOM-137-SEMARNAT-2003. Gob.mx. Recuperado el 12 de febrero de 2025, de; <https://siga.jalisco.gob.mx/assets/documentos/normatividad/nom137semarnat2003.htm>

Olah, G. A., Molnár, Á., & Prakash, G. K. S. (2003). *Hydrocarbon chemistry*. John Wiley & Sons.

OMS (2025). *Las nuevas Directrices mundiales de la OMS sobre la calidad del aire tienen como objetivo evitar millones de muertes debidas a la contaminación del aire*. Organización mundial de la salud. Recuperado de <https://www.who.int/es/news/item/22-09-2021-new-who-global-air-quality-guidelines-aim-to-save-millions-of-lives-from-air-pollution>

Organización Mundial de la Salud, (2025). *Nueve de cada diez personas de todo el mundo respiran aire contaminado*. Recuperado el 31 de marzo de 2025, de <https://www.who.int/es/news/item/02-05-2018-9-out-of-10-people-worldwide-breathe-polluted-air-but-more-countries-are-taking-action>

Organización Panamericana de la Salud, (s/f). *Calidad del Aire Ambiente*. Paho.org. Recuperado el 28 de noviembre de 2024, de <https://www.paho.org/es/temas/calidad-aire/calidad-aire-ambiente>

Pham, D. D., Nguyen, T. M., Ho, T. H., Le, Q. V., & Nguyen, D. L. T. (2024). *Advancing hydrodesulfurization in heavy oil: Recent developments, challenges, and future prospects*. Fuel, 372, Article 132082. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2024.132082>

Petróleos Mexicanos. (n.d.). *Productos*. Recuperado el 28 de marzo de 2025 de, <https://www.pemex.com/comercializacion/productos/Paginas/default.aspx>

Petróleos Mexicanos (PEMEX). (s. f.). *Combustóleo*. Recuperado el 31 de marzo del 2025 de

<https://www.pemex.com/comercializacion/productos/Paginas/refinados/combustoleo.aspx>

Prana Air., (2025). *¿Qué es el dióxido de azufre (SO₂)?*. Prana Air. Recuperado el 13 de febrero de 2025 de: <https://www.pranaair.com/es/what-is-sulfur-dioxide-so2/>

Romero-Placeres, M., Diego-Olite, F., & Álvarez-Toste, M. (2006). La contaminación del aire: su repercusión como problema de salud. *Revista Cubana de Higiene y Epidemiología*, 44(2), 1-14. <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=223214848008>

Secretaría de Energía. (s.f.). *Refinación del petróleo*. Gobierno de México. Recuperado el 01 de abril del 2025 de https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/6977/Refinacion_Web.pdf

Shams Harandi, M., Shams, E., Sharifi, E., & Momenbeik, F. (2021). A new approach in deep desulfurization of model fuel through integration of electrochemical oxidation and liquid-liquid extraction in a biphasic system. *Separation and Purification Technology*, 275, 119087. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119087>

Sikarwar, P., Gosu, V., & Subbaramaiah, V. (2018). An overview of conventional and alternative technologies for the production of ultra-low-sulfur fuels. *Reviews in Chemical Engineering*. 35(6): 669-705. <https://doi.org/10.1515/revce-2017-0082>

Simón, A. (2010). *Vergonzoso: México, cuarto lugar global de emisiones de dióxido de azufre y quiere más*. Greenpeace México. tomado de Greenpeace, 2025 <https://www.greenpeace.org/mexico/noticia/3089/vergonzoso-mexico-cuarto-lugar-global-de-emisiones-de-dioxido-de-azufre-y-quiere-mas/>

Schifter, I., Díaz, L., Vera, M., Guzmán, E., & López-Salinas, E. (2003). Impact of sulfur-in-gasoline on motor vehicle emissions in the metropolitan area of Mexico City. *Fuel*, 82(13), 1605–1612. [https://doi.org/10.1016/s0016-2361\(03\)00118-2](https://doi.org/10.1016/s0016-2361(03)00118-2)

Speight, J. G. (2014). *The chemistry and technology of petroleum* (5th ed.). CRC Press.

Tang, X.-D., Hu, T., Li, J.-J., Wang, F., & Qing, D.Y. (2015). Deep desulfurization of condensate gasoline by electrochemical oxidation and solvent extraction. *RSC Advances*, 5, 53455–53461.

<https://doi.org/10.1039/C5RA06851G>(<https://doi.org/10.1039/C5RA06851G>

Tavan Y., Shahrokhi M., & Farhadi F. (2020). Electrochemical oxidative desulfurization for high sulfur content crude gas-oil. *Separation and purification Technology*, 248, 117117. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.117117>

UNNE. (2007). *Unidad 10: Electroquímica*. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad Nacional del Nordeste. Recuperado el 25 de marzo de 2025 de https://exa.unne.edu.ar/quimica/quimgeneral/temas_parciales/unidad_10_Electroquimica2007.pdf

Wang, W., Wang, S., Liu, H., & Wang, Z. (2007). Desulfurization of gasoline by a new method of electrochemical catalytic oxidation. *Fuel*, 86(17–18), 2747–2753.

Zhao, D., Li, F., & Sun, Z. (2008). Study on photosensitized oxidative desulfurization of thiophene by riboflavin. *Journal of Fuel Chemistry and Technology*, 36(2), 161–164. [https://doi.org/10.1016/S1872-5813\(08\)60016-X](https://doi.org/10.1016/S1872-5813(08)60016-X)

Zhao, W., Xu, W., Zhong, S., & Zong, Z. (2008). Desulfurization of coal by an electrochemical reduction flotation technique, *Journal of China University of Mining and Technology* 18 571–574. [https://doi.org/10.1016/S1006-1266\(08\)60296-5](https://doi.org/10.1016/S1006-1266(08)60296-5)