VOLUMEN 48
XXXI Verano De la Ciencia
ISSN 2395-9797
www.jovenesenlaciencia.ugto.mx

Remoción del azul de metileno de sistemas acuosos empleando materiales para la degradación catalítica asistida con irradiación

Removal of methylene blue from aqueous systems using materials for catalytic degradation assisted by irradiation

Fiorella Benavides Pérez[1], Jose Antonio Barrera Camacho[2], Rubén Canchola Aguilar[2], Said Israel Zuñiga Lopez[2], Dra. Alma Hortensia Serafin Muñoz[3], Dra. Esthela Ramos Ramírez[4], Dra. Norma Leticia Gutiérrez Ortega[3]

[1]Licenciatura en Ingeniería en Agronomía, Facultad de Ciencias de la Tierra y el Mar, Campus Omar Dengo, Universidad Nacional de Costa Rica.

[2]Licenciatura en Ingeniería Ambiental, División de Ingenierías, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato.

[3]Departamento de Ingeniería Civil y Ambiental, División de Ingenierías, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato.

[4]Departamento de Química, División de Ciencias Naturales y Exactas, Campus Guanajuato, Universidad de Guanajuato.

fiorella.benavides.perez@una.ac.cr, ja.barreracamacho@ugto.mx, r.cancholaaguilar@ugto.mx, si.zunigalopez@ugto.mx, sermuah@ugto.mx, normagut@ugto.mx, ramosre@ugto.mx

Resumen

La contaminación de cuerpos de agua por compuestos orgánicos persistentes como son los colorantes sintéticos constituye una problemática ambiental debido a su elevada estabilidad química, persistencia y toxicidad. En este trabajo se evaluó la capacidad de diferentes materiales naturales y sintéticos con potencial adsorbente y/o catalítico para la remoción del colorante azul de metileno como molécula modelo mediante procesos de adsorción y/o degradación asistida con irradiación solar (lámpara de xenón UV-Visible) e irradiación ultrasónica (sonda de inmersión). Se estudiaron diez materiales: hidróxidos dobles laminares (HDL) Mg/Al tratados a 100 y 500 °C, dióxido de titanio (TiO_2) tratado a 100 y 500 °C, cáscara de huevo tratada a 100 y 500 °C, grafito en polvo, grafito en barra, fieltro de carbono en virutas y fieltro de carbono en tira. La cuantificación de la remoción del colorante se determinó mediante espectrofotometría UV–Visible a 665 nm. Los materiales de TiO_2 presentaron los mayores porcentajes de remoción bajo irradiación solar simulada, alcanzando 95.4 y 94.6% para TiO_2 a 100 y 500 °C, respectivamente. Los HDL a 100 y 500 °C alcanzaron valores de degradación de aproximadamente 86% bajo irradiación solar simulada, mientras que los materiales carbonosos mostraron solo una elevada capacidad adsorbente (86–89%), pero una menor eficiencia catalítica asistida. Los resultados evidencian que la capacidad de remoción depende tanto de las propiedades adsorbentes del material como de su capacidad para generar especies reactivas (radicales libres) durante la irradiación. El TiO_2 fue el material con mejor desempeño integral, confirmando su potencial para aplicaciones de tratamiento asistido con irradiación solar de aguas contaminadas con colorantes.

Palabras clave: Compuestos orgánicos persistentes (COPs); procesos avanzados de oxidación (PAOs); adsorción; catalizadores; radiación ultrasónica; radiación UV–Visible.

Abstract

The contamination of water bodies by persistent organic compounds, such as synthetic dyes, represents a major environmental concern due to their high chemical stability, persistence, and potential toxicity. This study evaluated the performance of different natural and synthetic materials with adsorptive and/or catalytic properties for the removal of methylene blue, used as a model compound, through adsorption and irradiation-assisted treatments using a xenon lamp (UV–Visible) and ultrasonic irradiation with an immersion probe. Ten materials were investigated: Mg/Al layered double hydroxides (LDHs) calcined at 100 and 500 °C, titanium dioxide (TiO_2) treated at 100 and 500 °C, eggshell treated at 100 and 500 °C, powdered graphite, graphite rod, carbon felt chips, and carbon felt strips. Dye removal efficiency was determined by UV–Visible spectrophotometry at 665 nm. TiO_2 materials exhibited the highest removal efficiencies under xenon lamp irradiation, reaching 95.4% and 94.6% for the samples treated at 100 and 500 °C, respectively. The Mg/Al LDHs achieved removal efficiencies close to 86%, whereas the based carbon materials exhibited high adsorption capacities (86–89%) but a limited response under assisted irradiation treatments. The results demonstrate that dye removal efficiency depends not only on the adsorption properties of each material but also on its ability to promote the generation of reactive species during irradiation. Overall, TiO_2 exhibited the best performance, highlighting its potential as a promising material for the treatment of dye-contaminated

water through irradiation-assisted processes.

Keywords: Persistent organic pollutants (POPs); advanced oxidation processes (AOPs); adsorption; catalysts; ultrasonic irradiation; UV–Visible irradiation.

1. Introducción

La presencia de compuestos orgánicos persistentes (COPs) en los ecosistemas acuáticos es un desafío global, derivado principalmente de la estabilidad química que exhiben estas sustancias. Entre estos contaminantes, los colorantes de origen sintético, provenientes de la actividad textil, papelera, alimentaria y farmacéutica, representan una fuente crítica de deterioro hídrico. Debido a su compleja conformación aromática, estos compuestos pueden persistir en el agua por periodos que exceden los 1 o 2 años, evadiendo los tratamientos convencionales de depuración (Kavitha *et al*., 2025). Las consecuencias de esta contaminación incluyen el bloqueo de la luz solar a concentraciones de apenas 1 mg/L, lo cual interrumpe la fotosíntesis y desequilibra el ecosistema, además de representar un riesgo tóxico, mutagénico y carcinogénico para los organismos vivos (Oladoye *et al*., 2022; Kavitha *et al*., 2025).

Un contaminante modelo representativo de esta problemática es el azul de metileno, un colorante catiónico de amplia solubilidad y extrema persistencia (Khan *et al*., 2022). Aunque posee utilidad en diversos campos químicos y biológicos, su acumulación en el medio ambiente afecta negativamente a los seres acuáticos, especialmente en concentraciones que superan los 50 mg/L, convirtiendo su erradicación en una prioridad ecológica (Cwalinski *et al*., 2020; Oladoye *et al*., 2022). Su cuantificación suele realizarse por espectrofotometría UV-Visible gracias a la intensa absorción lumínica que lo caracteriza en esta región del espectro (Hulupi *et al*., 2023).

Históricamente, la descontaminación de estos efluentes se ha abordado mediante técnicas convencionales como la coagulación, el intercambio iónico, los procesos biológicos y la adsorción. Esta última destaca por su sencillez operativa y eficacia ante concentraciones bajas o moderadas del colorante (Foo y Hameed, 2010; Thommes *et al*., 2015). Múltiples investigaciones han aprovechado residuos agroindustriales y materiales lignocelulósicos, tales como la cascarilla de arroz (Moreno *et al*., 2012), la cáscara de yuca (Carrillo *et al*., 2019), residuos de cáñamo (Carchi Tandazo *et al*., 2023), biocarbón de lignina (Liu *et al*., 2021) y limoncillo modificado (Zein *et al*., 2023), para retener exitosamente el azul de metileno. No obstante, el principal inconveniente de la adsorción es que se limita a transferir el contaminante de la fase acuosa a una fase sólida, posponiendo el problema sin lograr una verdadera destrucción química. Para superar esta limitación técnica, los PAOs se perfilan como la alternativa más viable, ya que se basan en la generación de especies altamente reactivas, principalmente radicales hidroxilos (•OH), los cuales son capaces de fragmentar y mineralizar la materia orgánica compleja (Glaze *et al*., 1987; Wang *et al*., 2022). Dentro de los PAOs los métodos asistidos con irradiación como la fotocatálisis heterogénea se fundamenta en el uso de materiales semiconductores que, al ser estimulados por radiación lumínica (como la ultravioleta), promueven fuertes reacciones oxidativas (Fujishima y Honda, 1972; Chong *et al*., 2010; Schneider *et al*., 2014). De manera análoga, la sonocatálisis emplea ondas de ultrasonido para inducir cavitación acústica, un fenómeno que genera altas presiones y temperaturas extremadamente localizadas, propiciando la disociación del agua, la formación acelerada de radicales libres y mejorando la actividad catalítica general (Gogate y Pandit, 2004; Wang *et al*., 2023; Trinh *et al*., 2025).

La eficiencia de estos sistemas avanzados de tratamiento radica fundamentalmente en la correcta elección, síntesis y modificación de los materiales catalíticos. El dióxido de titanio (TiO_2) es el semiconductor fotocatalítico más explorado debido a su baja toxicidad y alta respuesta (Gaya y Abdullah, 2008), cuyo rendimiento puede optimizarse mediante la combinación de sus fases cristalinas, anatasa y rutilo, o a través del dopaje con diversos metales (Tatsuma *et al*., 1999; Kim *et al*., 2021; Mondal *et al*., 2025).

Además de los semiconductores tradicionales, la literatura reciente resalta la integración de soportes innovadores y co-catalizadores para potenciar significativamente el proceso. Los hidróxidos dobles laminares (HDL) basados en Mg/Al destacan por su amplia capacidad de intercambio aniónico, su efecto memoria y su enorme utilidad como soporte para conformar heteroestructuras estables y de alta eficiencia (Cavani *et al*., 1991; Mishra y Das, 2021). De igual forma, el aprovechamiento de materiales de desecho como la cáscara

de huevo, rica en carbonato de calcio, proporciona una superficie idónea para la adsorción inicial del contaminante catiónico y ayuda a estabilizar el pH del medio acuoso (Wei *et al*., 2009; Tsai *et al*., 2006). Por otro lado, la adición de materiales carbonosos conductores, como el grafito pulverizado y el fieltro de carbono, minimiza la recombinación de los pares electrón-hueco, permitiendo retener las moléculas del colorante e impulsando la generación de las especies reactivas necesarias (Ge *et al*., 2019; Khan *et al*., 2022; Zhang *et al*., 2024).

La presente investigación se centró en la evaluación de materiales con potencial catalítico para la degradación del azul de metileno como compuesto orgánico persistente modelo mediante sistemas asistidos con irradiación ultrasónica y solar simulada.

2. Metodología

2.1 Preparación de los materiales adsorbentes/catalíticos

Los materiales empleados fueron: hidróxido doble laminar de magnesio-aluminio (HDL Mg/Al), dióxido de titanio (TiO_2), cáscara de huevo, grafito de lápiz y fieltro de carbono. El HDL Mg/Al, el TiO_2 y la cáscara de huevo fueron sometidos a dos tratamientos térmicos diferentes; el primer tratamiento consistió en un secado en estufa a 100 °C durante 4 h, mientras que el segundo correspondió a una calcinación en mufla a 500 °C durante 4 h.

El grafito fue evaluado en dos presentaciones: grafito en polvo, obtenido mediante la trituración de minas de lápiz de grafito, y grafito en barra, empleando un trozo de la mina completa sin modificar su estructura. Asimismo, el fieltro de carbono fue acondicionado en dos morfologías distintas: virutas, obtenidas mediante el corte del material en fragmentos pequeños, y un trozo con el peso necesario para la muestra.

En total se evaluaron diez materiales: HDL Mg/Al 100 °C, HDL Mg/Al 500 °C, TiO_2 100 °C, TiO_2 500 °C, cáscara de huevo 100, cáscara de huevo 500 °C, grafito en polvo, grafito en barra, fieltro de carbono en virutas y fieltro de carbono en trozo.

2.2 Curva de calibración para la cuantificación del azul de metileno

Los escaneos de la absorción del colorante a diferentes concentraciones se corrieron mediante el software MetaSpec Pro empleando celdas de cuarzo a una longitud de onda de 200 a 760 nm.

Para la cuantificación del azul de metileno se elaboró una curva de calibración mediante espectroscopía UV-Visible. Se prepararon soluciones patrón con concentraciones de 0.5, 1, 2, 4, 6 y 8 ppm, cuyas absorbancias fueron determinadas utilizando un espectrofotómetro UV-Visible a una longitud de onda de 665 nm, correspondiente al máximo de absorción del colorante.

2.3 Preparación de la solución de azul de metileno

Se preparó una solución madre de 1 L de azul de metileno a una concentración de 30 ppm, pesando 0.030 g del colorante y aforando con agua destilada hasta completar el volumen correspondiente. Antes de iniciar los experimentos se tomó una muestra inicial (t_0), la cual fue diluida en una proporción 1:4, utilizando 0.5 mL de muestra y 1.5 mL de agua destilada, para su posterior lectura mediante espectroscopía UV-Visible.

Posteriormente, la solución preparada se distribuyó en diez vasos de precipitados, adicionando 100 mL de solución en cada uno. A cada vaso se incorporó 0.10 g de uno de los materiales evaluados.

2.4 Ensayos de remoción por contacto

Las suspensiones fueron colocadas bajo agitación constante en una parrilla de agitación a temperatura ambiente. Durante el experimento se realizaron muestreos cada 15 minutos durante la primera hora, y posteriormente cada 30 minutos hasta completar un tiempo total de 2 horas.

Las muestras obtenidas fueron analizadas mediante espectroscopía UV-Visible a 665 nm, realizando lectura directa de la absorbancia para determinar la disminución de la concentración del colorante y evaluar la capacidad de remoción por contacto de cada material.

2.5 Ensayos de degradación asistida por irradiación ultrasónica

Una vez finalizada la etapa de adsorción, las suspensiones fueron sometidas a irradiación ultrasónica durante 60 minutos. Durante este periodo se tomaron muestras cada 15 minutos, las cuales fueron filtradas para eliminar las partículas sólidas del catalizador.

Posteriormente, las muestras fueron diluidas en una proporción 1:4 (0.5 mL de muestra y 1.5 mL de agua destilada) y analizadas mediante espectroscopía UV-Visible a 665 nm, con el fin de cuantificar la remoción del azul de metileno inducida por irradiación ultrasónica en presencia de los diferentes materiales; los escaneos fueron analizados para identificar la posible degradación.

2.6 Ensayos de degradación asistida por radiación solar simulada

Para evaluar la degradación fotocatalítica se preparó una nueva solución de 500 mL de azul de metileno a 30 ppm para cada uno de los materiales evaluados y agregando 0.50g de catalizador. La solución fue colocada en un reactor fotoquímico (Techinstro Photochemical Reactor Setup) equipado con una lámpara de xenón.

Cada sistema contenía el material catalítico correspondiente y fue irradiado durante 60 minutos, realizando muestreos cada 15 minutos. Las muestras obtenidas fueron filtradas para retirar las partículas sólidas y posteriormente diluidas en una proporción 1:4, corriendo los escaneos en la región UV-Visible y realizando la cuantificación a 665 nm.

3. Resultados y discusión

3.1 Curva de calibración

La curva de calibración para la cuantificación del azul de metileno se muestra en la Figura 1. Los valores de absorbancia obtenidos fueron graficados en función de la concentración utilizando Excel, obteniéndose una regresión lineal con la ecuación: Y = 0.1368X−0.0434. La relación lineal obtenida entre la concentración y la absorbancia presentó un coeficiente de determinación cercano a 1, evidenciando la adecuada sensibilidad del método para cuantificar el colorante durante todas las etapas del experimento.

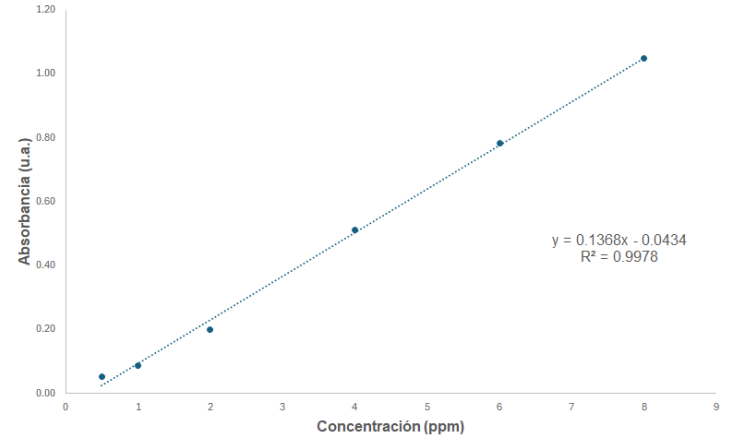


Figura 1. Curva de calibración del azul de metileno.

La ecuación de la recta obtenida permitió convertir las absorbancias registradas durante los ensayos de adsorción, irradiación ultrasónica e irradiación UV-Vis en concentración de azul de metileno. La linealidad (R^2) obtenida concuerda con el comportamiento descrito por la Ley de Beer-Lambert para evaluar procesos de degradación fotocatalítica de azul de metileno.

3.2 Remoción por contacto del azul de metileno

En la Figura 2 se presentan las cinéticas de remoción por contacto del colorante azul de metileno como una función de la cantidad de miligramos del colorante por gramo de material empleado (Q). En cada gráfico se comparan el comportamiento de cada material en sus diferentes presentaciones empleadas, en algunos casos temperatura y en otros el tamaño.

Todos los gráficos comparan la misma escala de los valores de Q, mostrando que los materiales de TiO_2, donde se puede observar que la capacidad máxima de remoción ocurre desde los 15 minutos con valores de alrededor de 20 mg del colorante azul de metileno por gramo del material; con forme pasa el tiempo se observa que se alcanzó el equilibrio en ese tiempo mostrando incluso una oscilación en la remoción y una pequeña liberación al medio. El resto de los materiales también muestran que alcanzan el equilibrio por contacto a los 15 minutos, pero con menores capacidades de remoción.

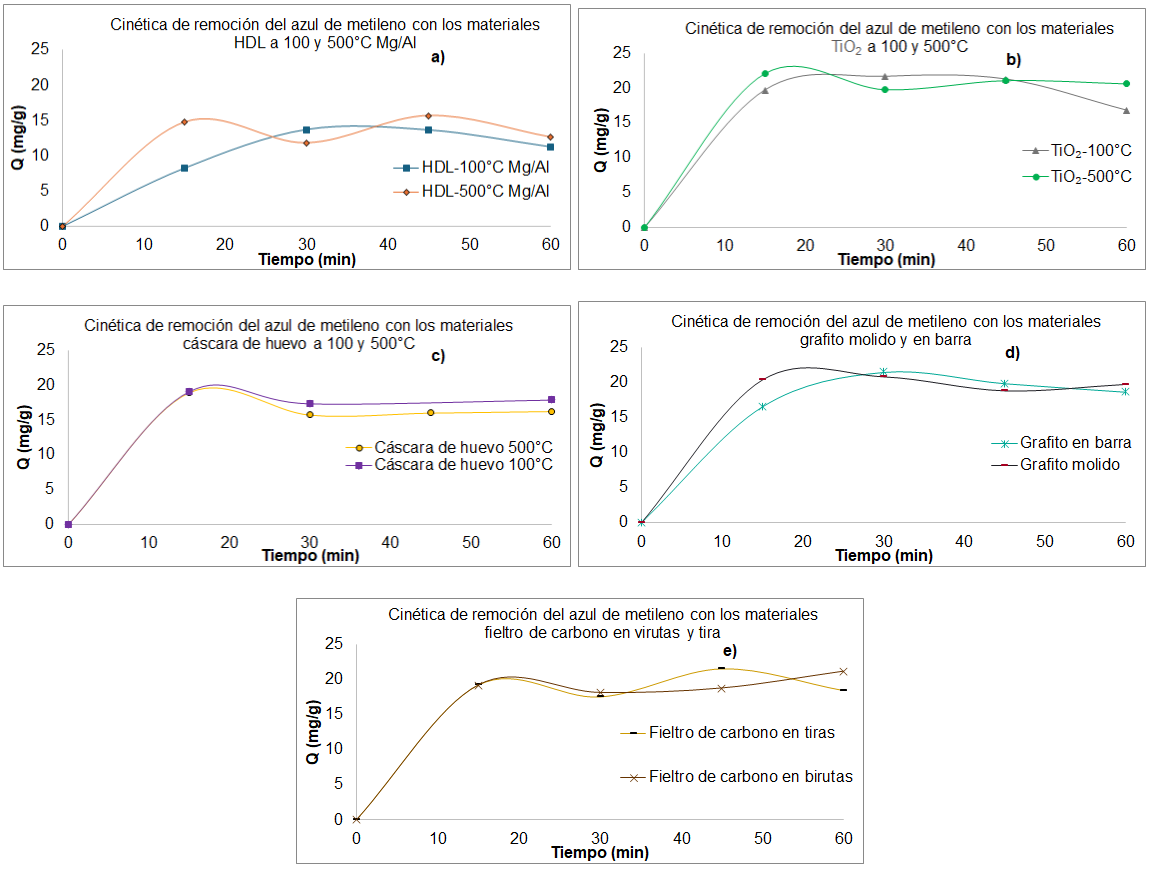


Figura 2. Cinética de remoción por contacto de azul de metileno para los materiales evaluados a) HDL a 100 y 500 °C Mg/Al, b) TiO_2 a 100 y 500 °C, c) Cáscara de huevo a 100 y 500 °C, d) Grafito molido y en barra, e) Fieltro de carbono en virutas y tira.

Todos los materiales evaluados mostraron capacidad para remover el colorante en la fase acuosa, sin embargo, se observaron diferencias entre ellos lo que evidencia que la naturaleza fisicoquímica de cada sólido influye directamente con la afinidad por el colorante.

Los mayores porcentajes de remoción por contacto correspondieron a TiO_2 500 °C (91%), TiO_2 100°C (90%), grafito en barra (89%), fieltro de carbono en tira (89%), fieltro de carbono en virutas (87%) y grafito molido (86%), cáscara de huevo 100 y 500 °C (79%), mientras que los hidróxidos dobles laminares presentaron las menores eficiencias, alcanzando únicamente 57% para HDL a 100 °C Mg/Al y 65% para HDL a 500 °C Mg/Al (Tabla 1).

El comportamiento del TiO_2, aunque este semiconductor es reconocido por su actividad fotocatalítica más que por su capacidad adsorbente, ambas muestras alcanzaron porcentajes de adsorción superiores al 90 % a los 15 minutos. Este comportamiento podría estar asociado a la elevada dispersión del material que favorece la interacción inicial con las moléculas del azul de metileno, tal como describen Carp *et al*. (2004) y Schneider *et al*. (2014).

La elevada capacidad remoción observada en los materiales de carbono concuerda con lo reportado por Rivera *et al*. (2011), quienes indican que las superficies grafíticas presentan una elevada afinidad por colorantes aromáticos. En el presente estudio, el fieltro de carbono y el grafito presentaron una rápida disminución de la concentración del colorante durante los primeros minutos de contacto que es característico en materiales con abundantes sitios activos superficiales.

La cinética de remoción del azul de metileno con cáscara de huevo tratada a 100 y 500 °C mostró una adsorción rápida durante los primeros minutos, seguida por una disminución progresiva de la velocidad hasta aproximarse al equilibrio. Esto se atribuye a la elevada disponibilidad inicial de sitios activos conforme dichos sitios se ocuparon, el proceso quedó limitado por una menor disponibilidad. Una tendencia similar fue reportada por Emine (2025), quien observó una adsorción inicial rápida seguida por una estabilidad cercana al equilibrio.

Las eficiencias cercanas a 79% obtenidas para ambas temperaturas indican que el tratamiento a 500 °C no generó una mejora en la capacidad adsorbente respecto a 100 °C. La remoción se relaciona principalmente con la matriz de carbonato de calcio y las interacciones superficiales con el azul de metileno catiónico. Juzsakova *et al*. (2023) reportaron igualmente eficiencias cercanas a 80% para materiales con cáscara de huevo.

Por otra parte, el incremento observado entre HDL a 100 y 500 °C sugiere que la temperatura de calcinación modificó favorablemente las propiedades superficiales del material. La formación parcial de oxohidróxidos Mg/Al incrementa la basicidad superficial y favorece la interacción con moléculas orgánicas como lo describen Cavani *et al*. (1991).

Estos resultados sugieren que los materiales evaluados al mostrar capacidad de remoción al contacto pueden contribuir al proceso inicial de degradación, ya que determina la cantidad de sitios de interacción disponibles del material para reaccionar posteriormente durante la irradiación.

3.3 Degradación del azul de metileno asistida por irradiación ultrasónica

3.3.1 HDL Mg/Al a 100 y 500 °C

La Figura 3 presenta la evolución de los espectros UV–Visible correspondientes a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando hidróxidos dobles laminares Mg/Al calcinados a 100 °C (Figura a) y 500 °C (Figura b) bajo irradiación ultrasónica. En ambos materiales se observa una disminución gradual de la intensidad de la banda principal del azul de metileno ubicada alrededor de 665–666 nm conforme aumenta el tiempo de sonicación desde 15 hasta 60 min, indicando una reducción progresiva de la concentración del colorante en solución.

Para el material HDL a 100 °C, la capacidad de adsorción alcanzó un valor de Q = 17.04 mg de azul de metileno/g de azul de metileno por gramo del material del material, obteniéndose el mayor porcentaje de remoción de 57% a los 30 min de tratamiento. El material HDL a 500 °C presentó una mayor capacidad de remoción, con un valor de Q = 19.56 mg de azul de metileno/g del material y una remoción de 65.2% a los 45 min. Aunque ambos materiales mostraron una buena capacidad de remoción, el HDL calcinado a 500 °C presentó una mayor afinidad por el azul de metileno.

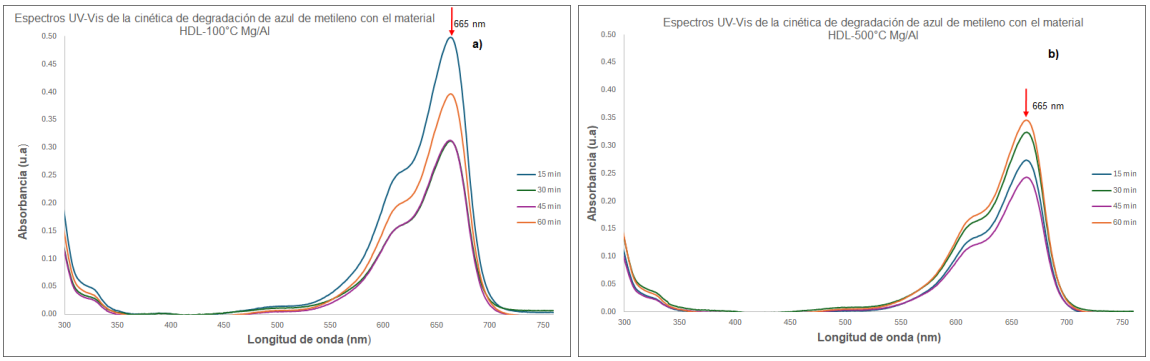


Figura 3. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material HDL a a) 100 y b) 500 °C Mg/Al irradiación ultrasónica asistida.

Los espectros UV–Visible evidencian que la aplicación de ultrasonido favoreció la disminución progresiva de la concentración del azul de metileno durante los 60 minutos de tratamiento; sin embargo, la magnitud de la remoción obtenida fue similar a la observada previamente mediante remoción por contacto, lo que indica que el ultrasonido no promovió una degradación significativa del colorante bajo las condiciones del experimento con este material. Este comportamiento concuerda con lo descrito por Gogate y Pandit (2004), quienes señalan que el principal efecto del ultrasonido en sistemas adsorbentes consiste en incrementar la transferencia de masa mediante la cavitación acústica, facilitando el transporte del contaminante hacia la superficie del sólido sin necesariamente inducir su oxidación completa.

El mejor desempeño del HDL a 500 °C respecto al HDL a 100 °C puede atribuirse a las modificaciones estructurales generadas durante la calcinación. A temperaturas cercanas a 500 °C ocurre la deshidroxilación parcial de la estructura tipo hidrotalcita y la formación de óxidos mixtos amorfos $MgO–Al_2O_3$, los cuales presentan una mayor basicidad superficial y una distribución más homogénea de sitios activos que favorecen la interacción con moléculas orgánicas (Cavani *et al*., 1991; Mishra & Das, 2021).

3.3.2 Dióxido de titanio (TiO_2) a 100 y 500 °C

La Figura 4 presenta el escaneo espectral completo UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción y degradación del azul de metileno utilizando dióxido de titanio calcinado a 100 °C Figura 4 (a) y 500 °C Figura 4 (b), bajo irradiación ultrasónica.

Para el material TiO_2 a 100 °C, la intensidad de absorción en esta longitud de onda disminuyó de forma pronunciada durante los primeros 30 minutos de tratamiento y posteriormente permaneció prácticamente constante hasta el final del ensayo. Este material alcanzó un porcentaje de remoción de 90% y una capacidad de adsorción de Q = 21.64 mg de azul de metileno/g del material a los 60 minutos (Tablas 1). Por su parte, el TiO_2 a 500 °C evidenció una cinética de remoción más rápida, ya que la absorbancia en la región visible disminuyó desde los primeros minutos de tratamiento, alcanzando una remoción de 91.8% y una capacidad de adsorción de Q = 22.07 mg de azul de metileno/g del material en tan solo 15 minutos (Tablas 1). Ambos materiales de dióxido de titanio presentaron las mayores eficiencias de remoción y los valores más altos de capacidad de adsorción bajo irradiación ultrasónica en comparación con el resto de los materiales evaluados.

ISSN 2395-9797
www.jovenesenlaciencia.ugto.mx

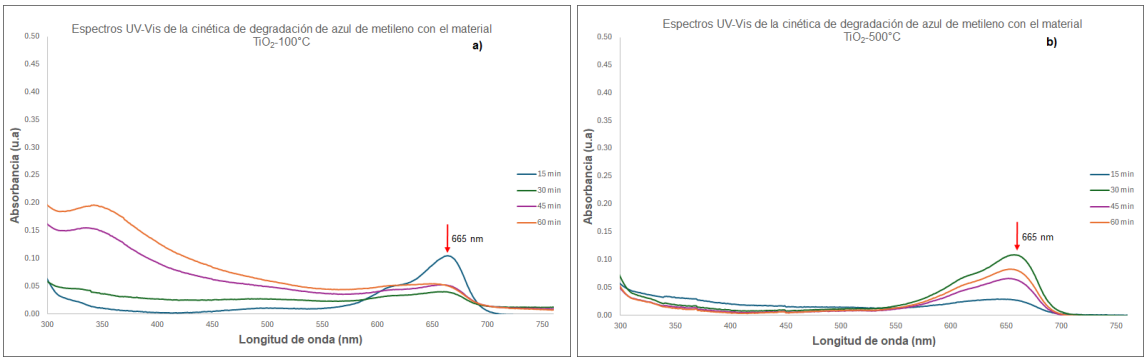


Figura 4. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material TiO_2 a a) 100 y b) 500 °C irradiación ultrasónica.

Analizando el espectro tanto en la región ultravioleta y visible en la figura 4 (a) se puede observar que conforme disminuye la banda de absorción máxima del azul de metileno, aparece una banda a 350 nm asociada a la presencia de especies aromáticas intermedias, la cual aumenta de manera gradual lo que sugeriría que el TiO_2 a 100 °C si está presentando actividad catalítica en la degradación del colorante. Lo anterior se puede deber a la acción combinada del tratamiento ultrasónico y a las propiedades catalíticas del TiO_2 que favorecen la generación de especies reactivas de oxígeno, principalmente radicales hidroxilos (•OH), que promueven la oxidación del azul de metileno y aceleran su degradación (Schneider *et al*., 2014; Wang *et al*., 2023; Chen *et al*., 2024).

Por otro lado, el TiO_2 tratado a 500 °C presenta un comportamiento diferente en donde la formación de intermediarios no es perceptible, lo que puede atribuirse a la mineralización más rápida del colorante y dada la predominancia de la fase anatasa, características que favorecen una degradación más eficiente y reducen la acumulación de especies intermedias (Chen & Mao, 2007; Hanaor & Sorrell, 2011; Schneider *et al*., 2014).

3.3.3 Cáscara de huevo a 100 y 500°C

La Figura 5 presenta el escaneo espectral completo UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando cáscara de huevo tratada a 100 °C (Figura 5a) y 500 °C (Figura 5b) en presencia de irradiación ultrasónica. En ambos materiales se observaron variaciones en la intensidad de la banda de mayor intensidad a 665 nm durante el tratamiento, reflejando cambios en la concentración del azul de metileno en solución.

La cáscara de huevo tratada a 100 °C alcanzó una remoción de 79.6% y una capacidad de adsorción de Q = 19.14 mg de azul de metileno/g del material a los 30 minutos, mientras que la cáscara de huevo tratada a 500 °C presentó una remoción de 78.8% y una capacidad de adsorción de Q = 18.94 mg de azul de metileno/g del material en el mismo tiempo de tratamiento (Tablas 1). Ambos materiales mostraron eficiencias de remoción prácticamente equivalentes, indicando que el incremento de la temperatura de tratamiento hasta 500 °C no produjo una modificación significativa en la capacidad de adsorción del material bajo irradiación ultrasónica.

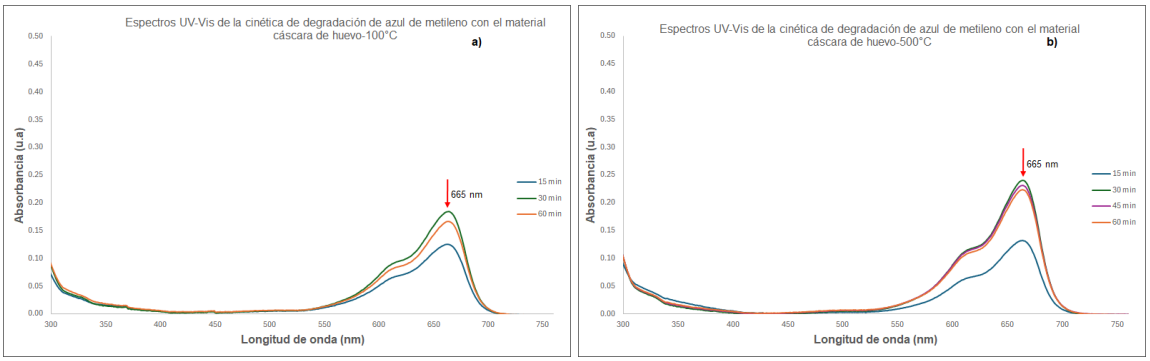


Figura 5. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material cáscara de huevo a a) 100 y b) 500°C irradiación ultrasónica asistida.

El análisis del espectro no evidencia la aparición de nuevas bandas de absorción en la región ultravioleta (200–400 nm), por lo que no se observaron indicios claros de degradación química del azul de metileno durante el tratamiento ultrasónico. La elevada eficiencia de remoción puede atribuirse principalmente a procesos de remoción sobre la matriz de carbonato de calcio ($CaCO_3$), especie predominante en el cascarón de huevo a 100 °C, donde el colorante es retenido mediante interacciones electrostáticas, absorción, intercambio iónico y/o enlaces de hidrógeno (Tsai *et al*., 2006; Wei *et al*., 2009).

Con respecto a la cáscara de huevo a 500 °C, en la que el tratamiento térmico a induce modificaciones en la estructura y en las propiedades superficiales del material, como la eliminación de materia orgánica y el incremento de la porosidad pero conservando la fase mineral calcita, ya que la descomposición significativa del $CaCO_3$ hacia óxido de calcio ocurre a temperaturas superiores (Rodríguez-Navarro *et al*., 2002), por lo cual el comportamiento es muy similar al material a 100 °C, lo que explica las diferencias limitadas observadas entre ambos tratamientos térmicos.

3.3.4 Grafito molido y en barra

La Figura 6 presenta el escaneo espectral completo UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando grafito molido (Figura 6 a) y grafito en barra (Figura 6 b) en presencia de irradiación ultrasónica. Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal a 665 nm. En ambos materiales se observaron variaciones en la intensidad de esta banda durante el tratamiento, reflejando cambios en la concentración del azul de metileno en solución.

El grafito molido alcanzó una remoción de 86.4% y una capacidad de adsorción de Q = 20.78 mg de azul de metileno/g del material a los 30 minutos, mientras que el grafito en barra presentó una remoción de 89.3% y una capacidad de adsorción de Q = 21.47 mg de azul de metileno/g del material en el mismo tiempo de tratamiento (Tablas 1). Aunque ambos materiales mostraron eficiencias de remoción elevadas, el grafito en barra presentó un desempeño ligeramente superior en el porcentaje de remoción.

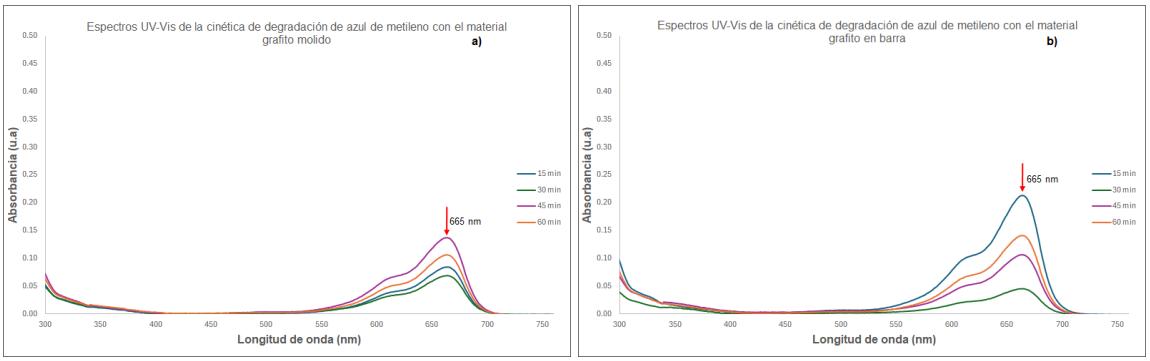


Figura 6. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material a) grafito molido y b) grafito en barra con irradiación ultrasónica asistida.

El análisis del espectro no evidenció la aparición de nuevas bandas de absorción en la región ultravioleta (200–400 nm), por lo que no se observaron indicios claros de degradación química del azul de metileno bajo irradiación ultrasónica. La elevada eficiencia de remoción puede atribuirse principalmente a procesos de adsorción, favorecidos por las interacciones π–π entre los planos grafíticos y los anillos aromáticos del azul de metileno, así como por la afinidad del colorante hacia la superficie carbonosa (Bansal & Goyal, 2005; Rivera-Utrilla *et al.*, 2011). El comportamiento ligeramente superior del grafito en barra podría relacionarse con una mayor estabilidad estructural durante el tratamiento ultrasónico, evitando la aglomeración de partículas y manteniendo disponibles los sitios de adsorción.

3.3.5 Fieltro de carbón en virutas y en tira

La Figura 7 presenta el escaneo espectral completo UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando fieltro de carbón en virutas (Figura 7a) y en tira (Figura 7b) en presencia de irradiación ultrasónica. Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal de 665 nm. En ambos materiales se observó una disminución de la intensidad de esta banda conforme avanzó el tratamiento, indicando una reducción de la concentración del azul de metileno en solución.
El fieltro de carbón en virutas alcanzó una remoción de 87.9% y una capacidad de adsorción de Q = 21.14 mg de azul de metileno/g del material a los 15 minutos, mientras que el fieltro de carbón en tira presentó una remoción de 89.6% y una capacidad de adsorción de Q = 21.53 mg de azul de metileno/g del material a los 45 minutos (Tablas 1). Ambos materiales mostraron altas eficiencias de remoción; sin embargo, el fieltro en tira alcanzó los mayores valores de remoción dado que demuestra una mayor área superficial especifica aumentando el tamaño entre las matrices carbonosas.

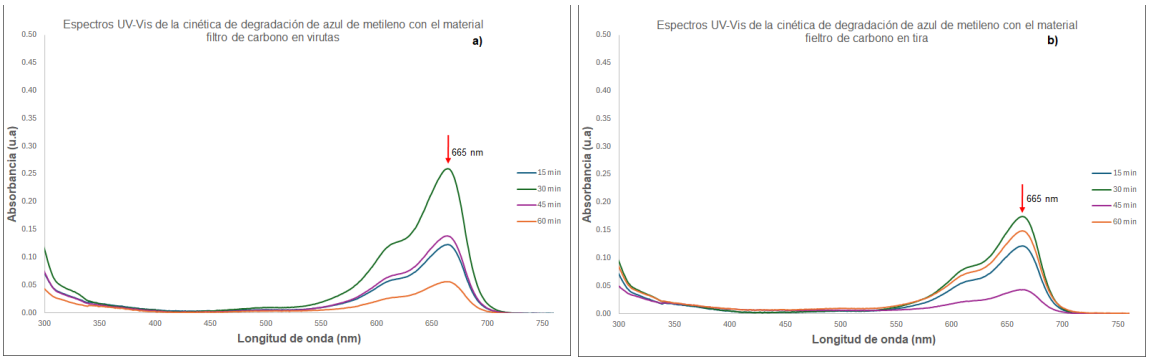


Figura 7. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material fieltro de carbón en a) virutas y b) en tira irradiación ultrasónica asistida.

El análisis del escaneo espectral no mostró la aparición de nuevas bandas en la región ultravioleta (200–400 nm), por lo que no se observaron evidencias de degradación química del azul de metileno. La elevada eficiencia de remoción puede atribuirse principalmente a procesos de adsorción, favorecidos por la estructura porosa y el entramado tridimensional de las fibras de carbono, que incrementan el área disponible para la retención del colorante mediante interacciones de Van der Waals e interacciones hidrofóbicas (Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006; Rivera-Utrilla *et al*., 2011). La estructura en tira confiere mayor estabilidad mecánica ante la cavitación, amortiguando los eventos de desorción brusca que sufrieron las virutas a los 30 minutos. Al carecer de propiedades semiconductoras, el material opera como un soporte de alta retención.

3.4. Degradación del azul de metileno asistida por radiación solar simulada

3.4.1 HDL Mg/Al a 100 y 500 °C

La Figura 8 presenta el escaneo espectral completo UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción y degradación del azul de metileno utilizando HDL Mg/Al calcinados a 100 °C (Figura 8a) y 500 °C (Figura 8b) en presencia de luz solar simulada (lámpara de xenón). Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal de 665 nm. En ambos materiales se observó una disminución de la intensidad de esta banda conforme avanzó el tratamiento, evidenciando una reducción de la concentración del azul de metileno en la solución.

El HDL Mg/Al a 100 °C presentó una disminución marcada de la concentración del colorante durante los primeros 30 minutos, alcanzando una remoción de 86.3% y una capacidad de adsorción de Q = 26.2 mg de

azul de metileno/g del material a los 30 minutos (Tablas 1). Por su parte, el HDL Mg/Al a 500 °C mostró ligeras variaciones en la intensidad de la banda de absorción durante el tratamiento; sin embargo, alcanzó una remoción de 86.4% y una capacidad de adsorción de Q = 25.9 mg de azul de metileno/g del material a los 45 minutos (Tablas 1). Ambos materiales presentaron eficiencias de remoción muy similares bajo luz solar simulada (lámpara de xenón), con capacidades de adsorción superiores a las obtenidas bajo irradiación ultrasónica.

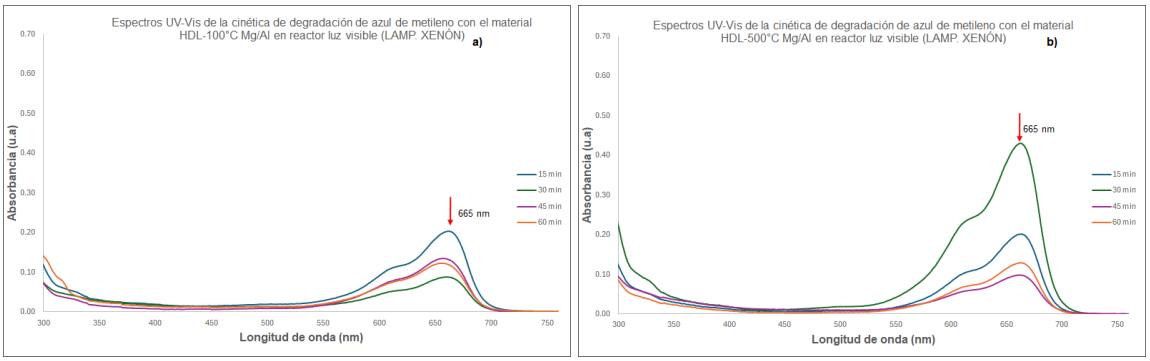


Figura 8. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material HDL a a) 100 y b) 500 °C Mg/Al en reactor solar simulada (LAMP. XENÓN).

El análisis del escaneo espectral completo evidenció variaciones en la región ultravioleta comprendida entre 300 y 400 nm, asociadas con la formación transitoria de especies intermedias durante la transformación del azul de metileno. A diferencia de los ensayos bajo irradiación ultrasónica, donde predominó el proceso de adsorción, la disminución de la banda principal del colorante junto con las modificaciones observadas en la región ultravioleta sugieren la participación de procesos fotocatalíticos favorecidos por la luz solar simulada, en los cuales se generan especies reactivas de oxígeno, principalmente radicales hidroxilo (•OH) y radicales superóxido ($O_2^{\bullet -}$), capaces de promover la degradación progresiva del colorante (Mishra & Das, 2021).

El comportamiento observado para los materiales calcinados puede atribuirse a las modificaciones estructurales inducidas por el tratamiento térmico. La calcinación alrededor de 500 °C provoca la deshidroxilación parcial de la estructura laminar y la formación de óxidos mixtos amorfos de MgO-Al_2O_3, los

cuales modifican la naturaleza y distribución de los sitios activos. Asimismo, el denominado efecto memoria característico de los HDL favorece la reconstrucción parcial de la estructura en medios acuosos, lo que puede contribuir al proceso de adsorción y degradación del azul de metileno durante el tratamiento (Cavani *et al*., 1991; Rives, 2001).

3.4.2 Dióxido de titanio (TiO_2) a 100 y 500°C

La Figura 9 presenta el escaneo espectral completo UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción y degradación del azul de metileno utilizando TiO_2 calcinado a 100 °C (Figura 9a) y 500 °C (Figura 9b) en presencia de luz solar simulada (lámpara de xenón). Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal de 665 nm. En ambos materiales, la absorbancia permaneció en valores muy bajos durante todo el tratamiento, indicando una elevada eficiencia en la remoción del azul de metileno.

El TiO_2 a 100 °C alcanzó una remoción de 95.4% y una capacidad de adsorción de Q = 28.68 mg de azul de metileno/g del material a los 60 minutos (Tablas 1). Aunque la banda de absorción principal presentó ligeras variaciones durante el ensayo, su intensidad se mantuvo considerablemente reducida respecto a la concentración inicial. Por su parte, el TiO_2 a 500 °C mostró un comportamiento similar durante todo el tratamiento, alcanzando una remoción de 94.6% y una capacidad de adsorción de Q = 28.38 mg de azul de metileno/g del material a los 60 minutos (Tablas 1). En ambos materiales también se observó una disminución progresiva de la absorbancia en la región ultravioleta (300–400 nm).

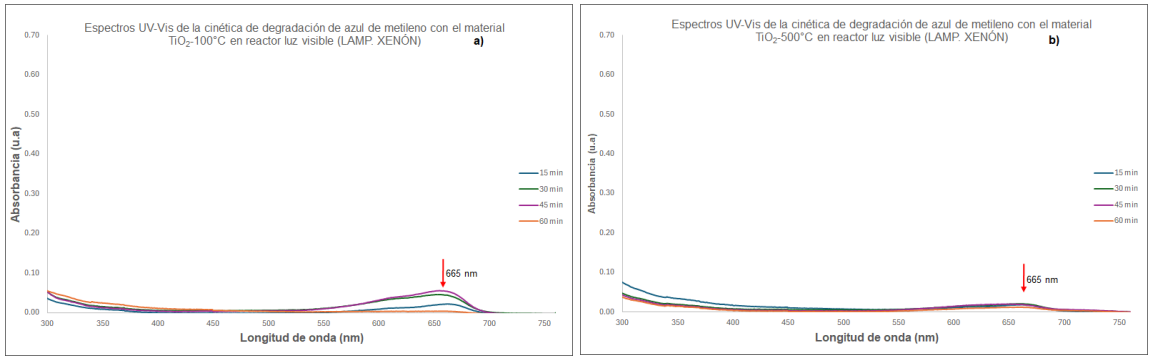


Figura 9. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material TiO2 a a) 100 y b) 500°C en reactor luz solar simulada (LAMP. XENÓN).

El análisis del escaneo espectral completo sugiere que la remoción del azul de metileno no estuvo asociada únicamente a procesos de adsorción, sino también a su degradación fotocatalítica. La disminución de la absorbancia en la región ultravioleta indica la transformación progresiva de la estructura molecular del colorante y la formación transitoria de especies intermedias durante el proceso de oxidación. Las ligeras fluctuaciones observadas en la banda principal pueden atribuirse a la coexistencia de fenómenos de adsorción, desorción y degradación sobre la superficie del catalizador, comportamiento ampliamente reportado durante la fotodegradación de colorantes orgánicos (Chong *et al*., 2010; Schneider *et al*., 2014).

El elevado desempeño de ambos materiales se atribuye a las propiedades fotocatalíticas del TiO_2, cuya irradiación con luz solar simulada promueve la generación de pares electrón hueco y, en consecuencia, la formación de especies reactivas de oxígeno, principalmente radicales hidroxilo (•OH) y radicales superóxido (O_2•$^-$), responsables de la oxidación del azul de metileno (Carp *et al*., 2004; Fujishima *et al*., 2008; Schneider *et al*., 2014). Las altas eficiencias de remoción obtenidas para ambos materiales (>94 %) indican que el tratamiento térmico entre 100 y 500 °C no produjo diferencias significativas en su actividad fotocatalítica bajo las condiciones experimentales evaluadas.

3.4.3 Cáscara de huevo a 100 y 500°C

La Figura 10 presenta el escaneo espectral UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando cáscara de huevo calcinada a 100 °C (Figura 10a) y 500 °C (Figura 10b) en presencia de luz solar simulada (lámpara de xenón). Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal de 665 nm. La cáscara a 100 °C alcanzó una remoción de 68.3 % y una capacidad de adsorción de Q = 20.49 mg de azul de metileno/g del material a los 45 minutos, mientras que la cáscara a 500 °C presentó una remoción de 64.5 % y una Q = 19.34 mg de azul de metileno/g del material a los 60 minutos (Tablas 1). En ambos materiales se observó una disminución gradual de la banda principal conforme avanzó el tratamiento.

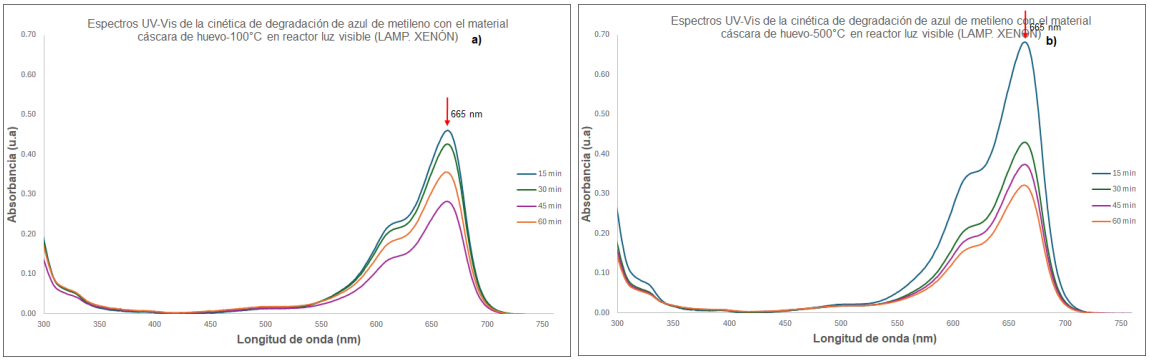


Figura 10. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material Cáscara de huevo a a) 100 y b) 500°C en reactor solar simulada (LAMP. XENÓN).

La remoción del azul de metileno se atribuye principalmente a procesos de adsorción sobre la superficie del carbonato de calcio, principal componente de la cáscara de huevo, esto favorece la interacción con compuestos catiónicos como el azul de metileno (Tsai *et al*., 2006; Rodríguez-Navarro *et al*., 2002). Aunque la luz solar simulada pudo favorecer transformaciones parciales del colorante, la cáscara de huevo no presentó un comportamiento fotocatalítico comparable al del TiO_2, lo que explica las menores eficiencias de remoción obtenidas (Emine, 2025; Juzsakova *et al*., 2023). Además, la calcinación a 500 °C no produjo una mejora significativa en el desempeño del material bajo las condiciones evaluadas (Wei *et al*., 2009).

3.4.4 Grafito molido y en barra

La Figura 11 presenta el escaneo espectral UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando grafito molido (Figura 11a) y grafito en barra (Figura 11b) en presencia de luz solar simulada (lámpara de xenón). Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal de 665 nm. El grafito molido presentó ligeras variaciones en la absorbancia durante los primeros 45 minutos, seguida de una disminución al finalizar el tratamiento, alcanzando una remoción de 61.8 % y una capacidad de adsorción de Q = 18.52 mg de azul de metileno/g del material a los 60 minutos. Por su parte, el grafito en barra mostró una disminución más uniforme de la banda principal, obteniendo una remoción de 66.5 % y una capacidad de adsorción de Q = 19.94 mg de azul de metileno/g del material en el mismo tiempo de tratamiento (Tablas 1).

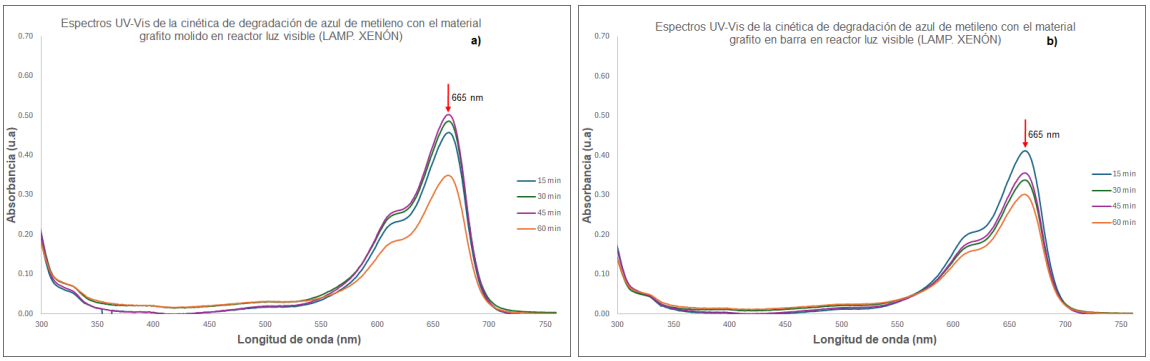


Figura 11. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con él a) material grafito molido y b) grafito en barra en solar simulada (LAMP. XENÓN).

El comportamiento espectral indica que la disminución de la concentración del azul de metileno estuvo asociada principalmente a procesos de adsorción sobre la superficie del grafito, sin evidencias claras de una degradación fotocatalítica del colorante. La ausencia de nuevas bandas en la región ultravioleta sugiere que no ocurrió una formación significativa de compuestos intermedios durante el tratamiento. La elevada afinidad del grafito por el azul de metileno puede atribuirse a las interacciones π–π entre los planos de carbono sp^2 y los anillos aromáticos del colorante, así como a las fuerzas de Van der Waals que favorecen su retención sobre la superficie del material (Geim & Novoselov, 2007; Rivera-Utrilla *et al*., 2011). El desempeño ligeramente superior del grafito en barra puede relacionarse con una mayor estabilidad estructural durante el tratamiento, permitiendo mantener una remoción más constante bajo luz solar simulada (lampara de xenón).

3.4.5 Fieltro de carbono en viruta y en tira

La Figura 12 presenta el escaneo espectral UV–Visible correspondiente a la cinética de remoción del azul de metileno utilizando fieltro de carbono en virutas (Figura 12a) y en tira (Figura 12b) en presencia de luz solar simulada (lampara de xenón). Para el seguimiento de la concentración del colorante se monitoreó la banda de absorción principal de 665 nm. El fieltro de carbono en virutas alcanzó una remoción de 73.2 % y una capacidad de adsorción de Q = 21.96 mg de azul de metileno/g del material a los 45 minutos, mientras que el fieltro de carbono en tira presentó una remoción de 65.9 % y una capacidad de adsorción de Q = 19.77 mg de azul de metileno/g del material a los 60 minutos (Tablas 1).

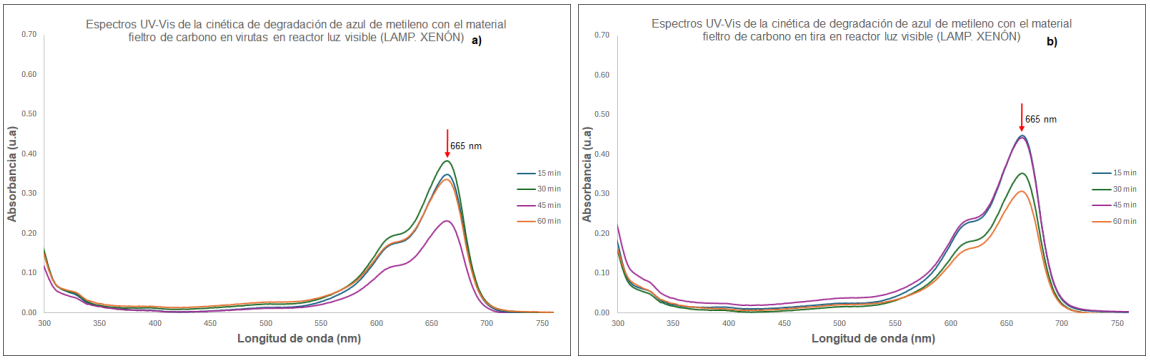


Figura 12. Espectros UV-Vis de la cinética de degradación de azul de metileno con el material fieltro de carbono en a) virutas y en b) tira en reactor solar simulada (LAMP. XENÓN).

El comportamiento espectral sugiere que la remoción del azul de metileno estuvo dominada por procesos de adsorción sobre la superficie del material, favorecidos por la elevada área superficial, la estructura porosa y la abundancia de sitios activos característicos de los fieltros de carbono (Bansal & Goyal, 2005; Marsh & Rodríguez-Reinoso, 2006; Rivera-Utrilla *et al*., 2011). Las ligeras fluctuaciones observadas en la absorbancia durante el ensayo pueden atribuirse al equilibrio dinámico entre adsorción y desorción del colorante sobre la

superficie del material. Asimismo, las diferencias de desempeño entre ambas presentaciones probablemente están relacionadas con su geometría y área superficial efectiva, factores que influyen en la transferencia de masa y en la disponibilidad de sitios de adsorción bajo luz solar simulada (lámpara de xenón) (Foo & Hameed, 2010; Rivera-Utrilla *et al*., 2011).

La Tabla 1 muestra el compilado de resultados de las mayores capacidades de remoción del azul de metileno en soluciones acuosas empleando los materiales adsorbentes/catalíticos sometidos a los tratamientos de remoción por contacto, irradiación ultrasónica y con luz solar simulada, así como el tiempo experimental (15, 30, 45 o 60 min) en el que cada material alcanzo el valor máximo.

Tabla 1. *Compilado de las mayores capacidades de remoción del azul de metileno en soluciones acuosas empleando los materiales adsorbentes/catalíticos sometidos a los tratamientos de remoción por contacto, irradiación ultrasónica y con luz solar simulada.*

Material	Tiempo* (min)	Remoción por contacto %≡Q (mg colorante/g de material)	Tiempo* (min)	Radiación ultrasónica %≡Q (mg colorante/g de material)	Tiempo* (min)	Luz solar simulada %≡Q (mg colorante/g de material)
HDL Mg/Al a 100 °C	30	57.0 ≡ 13.6	30	56.8 ≡ 13.71	30	86.3 ≡ 26.2
HDL Mg/Al a 500 °C	45	65.0 ≡ 15.70	45	65.2 ≡ 15.7	45	86.4 ≡ 25.9
TiO_2 100 °C	30	90.0 ≡ 21.7	60	90.0 ≡ 21.64	60	95.4 ≡ 28.68
TiO_2 500 °C	15	91.0 ≡ 22.07	15	91.8 ≡ 22.07	60	94.6 ≡ 28.38
Cáscara de huevo 100 °C	15	79.0 ≡ 19	30	79.6 ≡ 19.14	45	68.3≡20.49
Cáscara de huevo 500 °C	15	78.7 ≡ 18	15	78.8 ≡ 18.94	60	64.5≡19.34
Grafito molido	30	86.0 ≡ 20.7	30	86.4 ≡ 20.78	60	61.8≡18.52
Grafito barra	30	89.0 ≡ 21	30	89.3 ≡ 21.47	60	66.5 ≡19.94
Fieltro virutas	60	87.0 ≡ 21	15	87.9 ≡ 21.14	45	73.2 ≡ 21.96
Fieltro tira	45	89.0 ≡ 21.5	45	89.6 ≡ 21.53	60	65.9 ≡ 19.77

*Nota: *Tiempo a mayor remoción del colorante.*

Como se observa en la comparación de los valores en la tabla, los materiales adsorbentes/catalíticos (semiconductores) que presentaron las mayores capacidades de degradación bajo irradiación solar simulada son el TiO_2 a 100 y 500 °C, seguidos por los hidróxidos dobles laminares HDL Mg/Al a 100 y 500 °C. Estos

resultados nos indican que la radiación solar favoreció drásticamente la generación de especies reactivas capaces de oxidar el azul de metileno, incrementando la eficiencia del tratamiento respecto a la obtenida únicamente por contacto directo (donde los HDL partían de remociones del 57.0% y 65.0%, con capacidades de 13.6 y 15.7 mg de azul de metileno/g del material). Por otro lado, bajo irradiación ultrasónica, estos mismos semiconductores mantuvieron porcentajes y capacidades de remoción prácticamente idénticos a su etapa de adsorción inicial, indicando una menor activación sonocatalítica.

En relación con el grafito, el fieltro de carbono y la cáscara de huevo, estos materiales presentaron un comportamiento inverso con respecto a el TiO_2 y los HDL bajo irradiación ultrasónica y luz solar simulada. De manera específica, durante las etapas de contacto directo e irradiación ultrasónica alcanzaron porcentajes de remoción y capacidades elevadas (hasta un 89.6% y 21.53 mg de azul de metileno/g del material para el fieltro en tira); sin embargo, su eficiencia bajo luz solar simulada disminuyó notoriamente, registrando valores entre 61.8% y 73.2%. Este comportamiento confirma que su principal mecanismo de remoción corresponde a la interacción por contacto directo sobre la superficie y no a la generación de radicales libres asociada a una posible actividad catalítica. Si bien estos materiales poseen alta área superficial y buena conductividad eléctrica, carecen de una estructura semiconductora de bandas que les permita producir de manera efectiva pares electrón-hueco bajo luz solar simulada, limitando así su capacidad fotocatalítica. En conjunto, estos resultados evidencian que mientras la adsorción favorece el acercamiento de las moléculas a la superficie del material, se requiere de la actividad fotocatalítica propia de los semiconductores para determinar la degradación química del colorante y su potencial de mineralización.

4. Conclusiones

Los resultados obtenidos demostraron que la eficiencia en la remoción del azul de metileno depende tanto de las propiedades adsorbentes de los materiales como de su capacidad para promover procesos de degradación bajo irradiación asistida. El TiO_2 presentó el mejor desempeño bajo irradiación solar simulada (lámpara de xenón UV–Visible), alcanzando porcentajes de remoción superiores al 94%, lo que confirma su elevado potencial fotocatalítico para el tratamiento de aguas contaminadas con colorantes. Asimismo, los hidróxidos dobles laminares Mg/Al incrementaron considerablemente su eficiencia bajo irradiación solar simulada, alcanzando porcentajes de remoción superiores al 86% mientras que los materiales de carbono y la cáscara de huevo actuaron principalmente como adsorbentes, evidenciando que la naturaleza del material determina el mecanismo predominante de remoción.

La irradiación ultrasónica no produjo incrementos significativos en la remoción respecto a la adsorción, lo que sugiere que, bajo las condiciones experimentales empleadas, su principal efecto fue favorecer la transferencia de masa más que la degradación del colorante. Finalmente, aunque los cambios observados en los espectros UV–Visible permiten inferir la posible transformación del azul de metileno durante los tratamientos fotocatalíticos, la incorporación de análisis complementarios, como la Demanda Química de Oxígeno (DQO) y el Carbono Orgánico Total (COT), permitirá en futuras investigaciones corroborar el grado de mineralización alcanzado y diferenciar con mayor precisión entre los procesos de adsorción, degradación y oxidación completa del azul de metileno.

Bibliografía

Al-Khatib, I. A., *et al*. (2024). Recent advances in photocatalytic advanced oxidation processes for organic compound degradation: A review. *Desalination and Water Treatment*, 318, 100384.

Balu, S., Ganapathy, D., Arya, S., Atchudan, R., & Sundramoorthy, A. K. (2024). Advanced photocatalytic materials based degradation of micropollutants and their use in hydrogen production – A review. *RSC Advances*, 14, 14392–14424.

Bansal, R. C., & Goyal, M. (2005). Activated Carbon Adsorption. CRC Press.

Bognár, S., Jovanović, D., Despotović, V., Finčur, N., Putnik, P., & Šojić Merkulov, D. (2024). Advancing wastewater treatment: A comparative study of photocatalysis, sonophotolysis, and sonophotocatalysis for organics removal. *Processes*, 12(6), 1256.

Brillas, E., & Oliver, R. (2024). Development of persulfate-based advanced oxidation processes to remove synthetic azo dyes from aqueous matrices. *Chemosphere*, 355, 141766.

Carp, O., Huisman, C. L., & Reller, A. (2004). Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*, 32(1–2), 33–177.

Cavani, F., Trifirò, F., & Vaccari, A. (1991). Hydrotalcite-type anionic clays: Preparation, properties and applications. *Catalysis Today*, 11(2), 173–301.

Chen, X., & Mao, S. S. (2007). Titanium dioxide nanomaterials: Synthesis, properties, modifications and applications. *Chemical Reviews*, 107(7), 2891–2959.

Chen, X., *et al*. (2024). Sonocatalytic degradation of methylene blue using TiO_2/SiC composites under ultrasonic irradiation. *New Journal of Chemistry*, 48, 10089–10100. https://doi.org/10.1039/D4NJ00953C

Chong, M. N., Jin, B., Chow, C. W. K., & Saint, C. (2010). Recent developments in photocatalytic water treatment technology: A review. *Water Research*, 44(10), 2997–3027. https://doi.org/10.1016/j.watres.2010.02.039

Diebold, U. (2003). The Surface Science of Titanium Dioxide. *Surface Science Reports*, 48(5–8), 53–229.

Emine, K. (2025). Exploring the adsorption performance of eggshell powder for methylene blue removal from wastewater. *Black Sea Journal of Engineering and Science, 8*(5), 1548–1555. https://doi.org/10.34248/bsengineering.1746982

Foo, K. Y., & Hameed, B. H. (2010). Insights into the modeling of adsorption isotherm systems. *Chemical Engineering Journal*, 156(1), 2–10.

Fujishima, A., Zhang, X., & Tryk, D. A. (2008). TiO2 Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surface Science Reports*, 63(12), 515–582.

Geim, A. K., & Novoselov, K. S. (2007). The rise of graphene. Nature Materials.

Giraldo García, A. F., & Marroquín Mesa, V. A. (2014). Síntesis y refinamiento de la estructura de Dióxido de Titanio dopada con Cromo (Ti1-xCrxO2).

Goh, K. H., Lim, T. T., & Dong, Z. (2008). *Application of layered double hydroxides for removal of oxyanions: A review. Water Research*, 42(6–7), 1343–1368. https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.10.043

Google AI. (2026). Gemini [Modelo de lenguaje multimodal]. https://gemini.google.com

Hanaor, D. A. H., & Sorrell, C. C. (2011). Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials Science*, 46, 855–874.

Juzsakova, T., Salman, A. D., Abdullah, T. A., Rasheed, R. T., Zsirka, B., Al-Shaikhly, R. R., Sluser, B., & Cretescu, I. (2023). Removal of methylene blue from aqueous solution by mixture of reused silica gel desiccant and natural sand or eggshell waste. *Materials, 16*(4), 1618. https://doi.org/10.3390/ma16041618

Krishnan, A., *et al*. (2024). A review on transition metal oxides based photocatalysts for degradation of synthetic organic pollutants. *Journal of Environmental Sciences*, 139, 389–417.

Kwan, W. P., *et al*. (2021). Sonophotocatalytic degradation of organic pollutants using TiO_2-based catalysts. *Materials Today Bio, 12*, 100171.

Marsh, H., & Rodríguez-Reinoso, F. (2006). *Activated Carbon*. Elsevier.

Miyata, S. (1983). *Anion-exchange properties of hydrotalcite-like compounds*. Clays and Clay Minerals.

Rivera-Utrilla, J., Sánchez-Polo, M., Gómez-Serrano, V., Álvarez, P. M., Alvim-Ferraz, M. C. M., & Dias, J. M. (2011). Activated carbon modifications to enhance its water treatment applications. An overview. *Journal of Hazardous Materials*, 187, 1–23.

Rives, V. (2001). Layered Double Hydroxides: Present and Future. Nova Science Publishers.

Rodríguez-Navarro, A. B., *et al*. (2002). Estudios sobre la estructura cristalina y mineralógica del carbonato de calcio en cáscaras de huevo.

ISSN 2395-9797
www.jovenesenlaciencia.ugto.mx

Schneider, J., Matsuoka, M., Takeuchi, M., Zhang, J., Horiuchi, Y., Anpo, M., & Bahnemann, D. W. (2014). Understanding TiO_2 photocatalysis: Mechanisms and materials. *Chemical Reviews*, 114(19), 9919–9986. https://doi.org/10.1021/cr5001892

Tsai, W. T., Yang, J. M., Lai, C. W., Cheng, Y. H., Lin, C. C., & Yeh, C. W. (2006). Characterization and adsorption properties of eggshells and eggshell membrane. *Bioresource Technology*, 97, 488–493.

Wang, Y., *et al*. (2023). Advances in ultrasound-assisted synthesis of photocatalysts and sonophotocatalytic processes.

Wei, Z., Xu, C., & Li, B. (2009). Application of waste eggshell as low-cost solid catalyst for biodiesel production. *Bioresource Technology*, 100, 2883–2885.

Zawadzki, P. (2022). Visible light-driven advanced oxidation processes to remove emerging contaminants from water and wastewater: A review. *Water, Air, & Soil Pollution*, 233, 374.