

00521
67



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

En la Dirección General de Bibliotecas de
UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el
contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: JUAN ALBERTO

FECHA: 11-03-03

FECHA: 11-03-03

FIRMA: [Firma]

**TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL DE TIPO MIXTO E
INDUSTRIAL UTILIZANDO REACTIVO DE FENTON
ELECTROGENERADO**

T E S I S

Mancomunada

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

P R E S E N T A N:

**JUAN ALBERTO HERNÁNDEZ PARRA
CARLOS ERNESTO ROTH CARRANZA**



**EXAMENES PROFESIONALES
FACULTAD DE QUÍMICA**

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

MÉXICO, D.F.

2003



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado Asignado:

Presidente	Prof. Francisco Javier Garfias Vásquez
Vocal	Prof. Víctor Manuel Luna Pabello
Secretario	Prof. Alfonso Durán Moreno
1er. Suplente	Prof. Pedro Roquero Tejeda
2do. Suplente	Prof. Baldomero Pérez Gabriel

Sitio donde se desarrolló el tema:

Programa de Ingeniería Química Ambiental y Química Ambiental, Lab. 301-E, Facultad de Química, UNAM

Asesor del tema:



Dr. Alfonso Durán Moreno

Sustentantes:



Juan Alberto Hernández Parra



Carlos Ernesto Roth Carranza

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

AGRADECIMIENTOS

A la UNAM, por brindarnos la formación y ser cimiento de nuestras vidas profesionales.

A la Facultad de Química, por ser nuestra casa durante tanto tiempo.

A todos los profesores que compartieron sus conocimientos con nosotros.

Al PIQAYQA, por el apoyo otorgado para la realización de este trabajo.

Al Dr. Alfonso Durán Moreno, por sus enseñanzas, paciencia y amistad.

Al Dr. Bernardo Frontana, por sus recomendaciones y sugerencias para la realización de este trabajo.

Al Dr. Javier Garfías y al Dr. Víctor Luna, por sus recomendaciones en el mejoramiento de este trabajo.

A Aldo, por su invaluable ayuda en la parte experimental de este trabajo.

A Itza, Lore y Vi, por su amistad.

A Ariadna, por su ayuda en los análisis microbiológicos.

A ti padre, por tu orientación y apoyo incondicional y sincero.

A ti madre, que eres fuente inagotable de amor.

A ti abuelita y a ti tía Güereja, por tantos momentos de alegría .

A ti Paty, por tu amor y por la ilusión que le devolviste a mi vida. Alassie nar i hendu i centanet.

A ustedes Angie, Lupe, Alex, David, J. Luis y Ricardo, por tantos momentos de....y a saben.

A ti Cesar, por mostrarme que la verdadera amistad existe. Hantalë Meldonya.

A ustedes Ale, Angel, Lili, Naye, Mary, Alfredo, Beto, David, Guss, Martín , Omar, Rafa, y Willie, por darme la oportunidad de conocer a la gran banda PLM.

J.A.

A mis Padres, por todos los regalos, consejos, apoyo, Amor y comprensión que he recibido toda mi vida, Gracias por estar conmigo siempre.

A Emilio, Erika y Vero, que siempre se encuentran a mi lado.

A la familia Carranza, por el gran cariño que nos tenemos.

A Edgar, Héctor, Proteus y mis Tocayos, que estuvieron siempre en los momentos que más necesité de un amigo de corazón, Gracias.

A Todos aquellos que me ofrecieron su amistad y ayuda a lo largo de mi camino en la Facultad.

Carlos

A

ÍNDICE

RESUMEN	1
1 INTRODUCCIÓN	4
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	5
1.2 OBJETIVOS	9
1.3 METAS	10
1.4 HIPÓTESIS	10
2 FUNDAMENTOS	11
2.1 NORMATIVIDAD	11
2.2 CLASIFICACIÓN DE LOS PROCESOS DE TRATAMIENTO DE AGUAS	12
2.3 REACCIÓN DE FENTON	13
2.3.1 <i>Descripción de la Reacción de Fenton</i>	14
2.3.1.1 Oxidación avanzada	15
2.3.1.2 Coagulación-Floculación	15
2.3.1.3 Reacción de Fenton fotoasistida	16
2.3.1.4 Reacción térmica de Fenton	16
2.3.1.5 Origen y reactividad de los radicales hidroxilo	18
2.4 FUNDAMENTOS DE ELECTROQUÍMICA	19
2.4.1 <i>Electroquímica y Medio Ambiente</i>	20
2.4.2 <i>Ventajas y Desventajas Generales de los Procesos Electroquímicos</i>	22
2.4.3 <i>Electrólisis</i>	22
2.4.4 <i>Reacciones Electrónicas</i>	23
2.4.5 <i>Aplicación del Método de Electrofenton en el Tratamiento de Aguas Residuales</i>	25
2.4.6 <i>Factores que Influyen en el Sistema de Fenton Electrogenerado</i>	26
2.4.6.1 Efecto del pH	26
2.4.6.2 Efecto de la temperatura	28
2.4.6.3 Reacciones Presentes en la Celda	28
2.4.7 <i>Relación pE - pH</i>	30
2.5 MICROBIOLOGÍA	31
2.5.1 <i>Organismos Patógenos</i>	31
2.5.2 <i>Organismos Indicadores</i>	32
2.5.3 <i>Pruebas Microbiológicas</i>	34
2.5.4 <i>Cultivo de los Microorganismos</i>	35
2.5.5 <i>Coliformes Totales</i>	35
2.5.5.1 <i>Técnica de Fermentación de Tubos Múltiples</i>	35
2.5.5.2 <i>Técnica Para Cuenta en Placa</i>	36
2.5.6 <i>Coliformes Fecales</i>	36
2.5.7 <i>Escherichia coli</i>	36
2.5.8 <i>Salmonella y Shigella</i>	37
3 METODOLOGÍA	38
3.1 DETERMINACIÓN DE LA GENERACIÓN DE Fe^{2+}:H_2O_2	41

ÍNDICE DE TABLAS

3.2	DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN	41
3.3	TRATAMIENTO DE AGUA DE TIPO INDUSTRIAL CON LAS CONDICIONES DE EXPERIMENTACIÓN SELECCIONADAS	42
3.4	SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL.....	42
3.1	METODOLOGÍA DE MUESTREO	45
3.2	METODOLOGÍAS ANALÍTICAS	47
3.2.1	<i>Temperatura</i>	47
3.2.2	<i>pH</i>	47
3.2.3	<i>Turbiedad</i>	47
3.2.4	<i>Conductividad</i>	48
3.2.5	<i>Color</i>	48
3.2.6	<i>Demanda Química de Oxígeno</i>	48
3.2.7	<i>Sólidos Suspendedos Totales</i>	49
3.2.8	<i>Peróxido de Hidrógeno</i>	50
3.2.9	<i>Hierro II</i>	50
3.3	PRUEBAS MICROBIOLÓGICAS	51
3.3.1	<i>Preparación de los Medios de Cultivo</i>	51
3.3.2	<i>Técnica Para la Cuenta en Placa</i>	52
3.3.3	<i>Prueba de Coliformes</i>	53
3.3.4	<i>Prueba de coliformes fecales</i>	55
3.3.5	<i>Prueba de E. coli</i>	55
3.3.6	<i>Prueba de Salmonella y Shigella</i>	56
3.4	CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL CRUDA.....	56
3.5	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL PARA EL MÉTODO DE FENTON ELECTROGENERADO.....	56
3.5.3	<i>Tiempo de residencia</i>	60
3.6	PLAN DE EXPERIMENTOS PARA EL MÉTODO DE FENTON ELECTROGENERADO.....	60
3.6.1	<i>Determinación de la generación de $Fe^{2+} : H_2O_2$</i>	60
3.6.2	<i>Determinación de las condiciones de operación</i>	61
3.6.3	<i>Tratamiento de Agua Residual de Tipo Industrial</i>	62
3.6.4	<i>Sistema Piloto Experimental</i>	62
4	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	64
4.1	CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL CRUDA.....	64
4.2	DETERMINACIÓN DE LA GENERACIÓN DE $Fe^{2+} : H_2O_2$	66
4.3	DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN	68
4.4	TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL DE TIPO INDUSTRIAL CON LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN SELECCIONADAS	74
4.5	SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL.....	77
4.6	COSTOS DE OPERACIÓN	84
4.7	ELIMINACIÓN DE MICROORGANISMOS EN EL SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL.....	84
5	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	86
	BIBLIOGRAFÍA	89

ÍNDICE DE TABLAS

ANEXO A1 FUNDAMENTOS DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS EMPLEADAS ..I	
ANEXO A2 DIAGRAMAS DE FLUJO DE LAS TÉCNICAS ANALÍTICAS Y CURVAS DE CALIBRACIÓN	VII
ANEXO A3 REPORTE FOTOGRÁFICO	XX
A2.1 MUESTREO	XXI
A2.2 EQUIPO	XXII
A2.3 RESULTADOS.....	XXIV
ANEXO A4 TABLAS DE RESULTADOS	XXVI
ANEXO A5 CARACTERÍSTICAS DE LA CELDA	XXXVI

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Resultados obtenidos utilizando como pretratamiento el reactivo de Fenton y como pulimento..... una adsorción sobre carbón activado (González-Lorenzo, 2001)	7
Tabla 1.2. Producción de lodos y costos para diferentes agentes coagulantes utilizados y para el reactivo de Fenton (González-Lorenzo, 2001).....	8
Tabla 2.1. Poder de oxidación de oxidantes comunes (Nesheiwat y Swanson, 2000).	18
Tabla 2.2. Estudios previos de generación de reactivo de Fenton electroquímicamente.	27
Tabla 2.3 Organismos específicos propuestos para su uso como indicadores de contaminación humana (Metcalf y Eddy, 1991)	33
Tabla 2.4 Organismos indicadores usados en el establecimiento de criterios para diferentes usos del agua (Metcalf y Eddy, 1991).....	33
Tabla 2.5 Tipos y número de microorganismos típicamente encontrados en agua residual doméstica sin tratamiento (Metcalf y Eddy, 1991)	34
Tabla 3.1 Elementos del sistema piloto experimental	43
Tabla 3.2 Puntos de muestreo del sistema piloto experimental.....	44
Tabla 3.3 Normas mexicanas de referencia para la caracterización fisicoquímica.	45
Tabla 3.4 Cantidad de corriente necesaria para obtener la carga correspondiente en función del tiempo de reacción	59
Tabla 4.1 Características del agua cruda proveniente de la planta de tratamiento de agua residual de Ciudad Universitaria	65
Tabla 4.2 Cinética de generación de $Fe^{2+}:H_2O_2$	66
Tabla 4.3 Características promedio del agua tratada para determinar la corriente de tratamiento.....	69
Tabla 4.4 Características promedio del agua tratada para determinar el tiempo de tratamiento a 1.0 A.	73
Tabla 4.5 Características promedio del agua residual industrial tratada a 1.0 A.....	75
Tabla 4.6 Puntos de muestreo del sistema piloto experimental.....	77
Tabla 4.6 Remoción de microorganismos en el sistema piloto experimental.	85

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Efecto del pH en la reacción de Fenton (Walling, 1975) 28

Figura 2.2 Escala de potenciales reducción con respecto al electrodo de Hidrógeno 29

Figura 2.3 Reacciones electródicas que se llevan a cabo en la celda electroquímica..... 29

Figura 2.4 Diagrama simplificado pE - pH para Fe en agua (Manahan, 2000)..... 30

Figura 3.1 Etapas experimentales 39

Figura 3.2 Diagrama de flujo de las diferentes etapas de la metodología experimental 40

Figura 3.3. Diagrama esquemático de las celdas electroquímicas unitarias. 41

Figura 3.4. Diagrama esquemático de la celda electroquímica de 1.8 L 42

Figura 3.5 Diagrama esquemático del sistema piloto experimental. 44

Figura 4.1 Tendencia de generación de Fe^{2+} con respecto al tiempo 67

Figura 4.2 Tendencia de remoción de reacción del $KMnO_4$ (generación de H_2O_2) con respecto al tiempo 67

Figura 4.3 Porcentajes de remoción de DQO a diferentes valores de corriente. 69

Figura 4.4 Porcentajes de remoción de turbiedad a diferentes valores de corriente..... 70

Figura 4.5 Porcentajes de remoción de color a diferentes valores de corriente..... 71

Figura 4.6 Porcentajes de remoción de los parámetros fisicoquímicos de la corriente seleccionada. 72

Figura 4.7 Porcentajes de remoción promedio de los parámetros fisicoquímicos para la determinación del tiempo de tratamiento. 73

Figura 4.7 Porcentajes de remoción promedio de los parámetros fisicoquímicos para el tratamiento de agua residual industrial. 76

Figura 4.8 Comportamiento de DQO en los puntos del sistema piloto experimental. 80

Figura 4.9 Comportamiento de SST en los puntos del sistema piloto experimental..... 81

Figura 4.10 Comportamiento de color en los puntos del sistema piloto experimental..... 82

Figura 4.11 Comportamiento de turbiedad en los puntos del sistema piloto experimental. 83

RESUMEN

En la UNAM, en la Facultad de Química y en el Instituto de Ingeniería, en los últimos tres años (2000-2002) se han realizado trabajos de investigación básica y aplicada que han mostrado que el método de Fenton es técnica y ambientalmente viable para el tratamiento de aguas residuales altamente contaminadas como es el caso de los lixiviados de rellenos sanitarios (Ramírez-Zamora y col., 2000), de las aguas conducidas por el Gran Canal y el Río Churubusco (González-Lorenzo, 2001; Aranda, 2001; Durán-Moreno y col., 2002) y para sosas gastadas (Orta *et al.*, 2001). En dichos trabajos se ha mostrado que los lodos producidos durante el tratamiento de las aguas con dicho método son más fácilmente manejables y menos abundantes que los producidos con el método clásico de coagulación – floculación con sales minerales y/o polímeros orgánicos (Malpica, 2002). Además se ha demostrado plenamente que el reactivo de Fenton ofrece dos grandes ventajas sobre métodos fisicoquímicos convencionales: Tiene un efecto desinfectante tanto en las aguas residuales como en los lodos producidos y elimina nitrógeno amoniacal (Bae *et al.*, 1997). No obstante las ventajas enunciadas anteriormente, la implementación del reactivo de Fenton tiene dos grandes inconvenientes: El pH debe ajustarse a 3.5 y deben agregarse dosis de peróxido de hidrógeno superiores a 25 mg/L, de acuerdo con los trabajos previos (Lin, 1999; González-Lorenzo, 2001; Aranda, 2002). Estas condiciones de reacción encarecen sensiblemente el proceso. Una alternativa para evitar el uso directo de soluciones de peróxido de hidrógeno es producirlo vía electroquímica pretendiendo hacer más económico el método de Fenton, lo anterior es el objeto del presente trabajo.

El costo relativamente elevado de \$0.7/m³ de agua tratada (González-Lorenzo, 2001) del reactivo de Fenton se debe al peróxido de hidrógeno que debe adicionarse en una dosis de 25 mg H₂O₂/L de agua a tratar. Por lo tanto, en este trabajo se busca encontrar una solución al problema económico del reactivo de Fenton produciendo electroquímicamente tanto el ion Fe²⁺ como el peróxido de hidrógeno. En caso de lograr formar ambas especies en una sola celda electroquímica, los costos de operación del proceso serían únicamente los

asociados al potencial eléctrico que deberá aplicarse y al reemplazo eventual de los electrodos de hierro que serán consumidos.

Se han encontrado reportes de trabajos que han abordado la electrogeneración del reactivo de Fenton (Pratap y Lemley, 1994; Do y Chen, 1996; Brillas *et al.*, 1998; Chou *et al.*, 1999; Huang *et al.*, 1999; Lin y Chang, 2000). En ellos se ha estudiado ya sea la producción electroquímica de iones de hierro (ferrosos o férricos) o la producción de peróxido de hidrógeno. Sólo en uno de los artículos revisados se ha reportado la generación simultánea de ambas especies (Brillas *et al.*, 1999). Por otra parte, la gran mayoría de los trabajos científicos reportan resultados de investigación básica obtenidos con el estudio de la transformación de moléculas modelo en soluciones sintéticas. Los pocos trabajos que se han reportado sobre la depuración de aguas residuales reales con el reactivo de Fenton generado electroquímicamente han sido elaborados con celdas electroquímicas de volúmenes pequeños funcionando por lotes (Pratap y Lemley, 1994; Do y Chen, 1996; Brillas *et al.*, 1998; Chou *et al.*, 1999), por tal motivo se plantea la construcción de un sistema piloto experimental a régimen continuo.

En este trabajo se utilizó una celda sin dividir de 1.8 L de volumen útil, la cual contiene un ánodo de "acero dulce" (98% de hierro) con un área efectiva de 289.4 cm² y un cátodo de grafito de un área efectiva de 35.8 cm² con alimentación de aire, los electrodos se encuentran conectados por un cable de cobre a una fuente de poder, la cual proporciona hasta 15 A.

Para poder determinar las mejores condiciones en la depuración de aguas residuales utilizando el método Fenton electrogenerado, se determinaron tanto en el agua residual cruda como en el agua tratada los siguientes parámetros fisicoquímicos: DQO, color, turbiedad, SST, siendo la DQO el parámetro clave. Mientras que para probar su efecto desinfectante durante el tratamiento de agua residual se realizaron las pruebas microbiológicas de: Cuenta de coliformes totales, coliformes fecales, *Escherichia coli*, *Salmonella* y *Shigella*. Los resultados obtenidos en la depuración de agua residual en el sistema piloto experimental fueron porcentajes de remoción de: 73.0% para la DQO, 94.5% para la turbiedad y 100 % para el color. En cuanto a los resultados obtenidos para las

RESUMEN

pruebas microbiológicas se obtuvieron los siguientes resultados: 100% de eliminación de coliformes totales, coliformes fecales, *Escherichia coli*, *Salmonella* y *Shigella*. Por cada m³ de agua tratada se produjeron 0.6 kg de lodos, los cuales requieren de un tratamiento posterior para su disposición ya que tienen un alto contenido de hierro. Este trabajo demostró que es técnicamente viable el empleo del reactivo de Fenton electrogenerado para la depuración y desinfección de agua residual de tipo mixto e industrial.

1 INTRODUCCIÓN

El problema de la contaminación ambiental en México se ha agudizado a través de los años, de tal manera, que actualmente los niveles de contaminación han llegado a ser alarmantes. Por tal motivo, es necesario realizar acciones que contribuyan al mejoramiento del ambiente y lograr una mejor calidad de vida para todos los habitantes.

Actualmente los problemas ambientales más graves en la ciudad de México son la contaminación del aire y del agua; estos problemas en su gran mayoría son debidos a la gran cantidad de industrias que se encuentran operando en la ciudad emitiendo grandes cantidades de gases de chimenea y generando toneladas de aguas residuales cuyo destino final es el drenaje de la ciudad de la misma forma que las aguas residuales domésticas.

Tomando en cuenta que una de las grandes preocupaciones de los habitantes de la ciudad es la escasez del agua, es necesario que exista un aprovechamiento total de este recurso, sobre todo tomando en cuenta los grandes consumos que existen en la Ciudad de México (6,220,800 m³/día en el año 2001) (GDF, 2001). El poder de recuperación de los mantos acuíferos es cada vez menor y es necesario buscar alternativas para permitir la recarga de estos. Estas alternativas pueden ser planteadas y desarrolladas por ingenieros químicos.

Los ingenieros químicos poseen los conocimientos suficientes de termodinámica, fisicoquímica, balances de materia y energía, entre otros, para poder resolver los problemas de contaminación ambiental de una manera eficiente, por tal motivo es importante que avancemos en el estudio y combate de la contaminación ambiental para poder mantener un desarrollo sustentable.

El presente trabajo representa una contribución de los esfuerzos que realiza la Facultad de Química en la resolución de problemas ambientales nacionales. En este trabajo de investigación se desarrolló una técnica de laboratorio para la obtención del reactivo de

Fenton a partir de un proceso de electrogeneración, con el cual se reducirán los costos del tratamiento de aguas residuales con el mismo reactivo.

Con base en estudios previos de tratamiento de agua residual utilizando el reactivo de Fenton (González-Lorenzo, 2001; Orta *et al.*, 2001; Aranda, 2002; Durán-Moreno y col., 2002), se puede afirmar que es un método efectivo para obtener agua tratada de excelente calidad, tanto su descarga final en los cuerpos de agua existentes o para su reutilización. Este método de tratamiento proporciona diversas ventajas al combinar los métodos de coagulación-floculación, que provoca la formación de flóculos atrapando las partículas suspendidas, las cuales posteriormente precipitan en forma de lodo el cual es fácilmente retenido, y la oxidación avanzada, que permite descomponer grandes moléculas contaminantes para aumentar su degradabilidad o incluso llegar hasta compuestos que no sean capaces de modificar las características del agua, además es un efectivo método de desinfección, tanto del agua como de los lodos generados por la coagulación-floculación.

A continuación se observa la finalidad de la realización de este trabajo, el análisis del mecanismo por el cual la reacción de Fenton se lleva a cabo, así como los diferentes factores que pueden interferir en dicha reacción. Analizar de igual manera el diseño de la celda electroquímica, las evidencias experimentales y los métodos de análisis empleados en la producción de los elementos necesarios para que la reacción de Fenton se lleve a cabo y finalmente se presentan los resultados y conclusiones.

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Existen diferentes procesos para el tratamiento de aguas residuales, clasificándose éstos de manera general en físicos, fisicoquímicos y biológicos. Estos procesos suelen seleccionarse de acuerdo con el tipo de agua residual que se requiera tratar. También se selecciona por la utilización para que se requiera del agua una vez tratada quedando de esta manera definida la calidad con la cual se deberá obtener el agua después del proceso de tratamiento seleccionado.

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

Los diferentes tipos de agua, se pueden dividir en cuatro grandes grupos, que son: Industrial, Municipal, Doméstica y Mixta.

Las aguas de tipo industrial, son aquellas provenientes de los diferentes procesos industriales, en ella se encuentran principalmente grandes cantidades de sólidos disueltos, compuestos orgánicos de grandes moléculas y una enorme diversidad de compuestos inorgánicos, cabe mencionar que muchos de los componentes anteriormente mencionados son tóxicos, incluso en pequeñas cantidades. Este tipo de agua suele ser no biodegradable y para su tratamiento se suelen utilizar procesos fisicoquímicos.

Las aguas de tipo doméstico, se caracterizan por contener sólidos de gran tamaño, grandes cantidades de material orgánico, pequeñas cantidades de grasas, aceites y componentes inorgánicos. En este tipo de aguas, se incluyen todas aquellas generadas en casa habitación, es importante señalar que las aguas de tipo doméstico contienen grandes cantidades de microorganismos y agentes patógenos. El tratamiento generalmente seleccionado para este tipo de agua son los procesos de tipo biológico, ya que los contaminantes que contiene son en su mayoría fácilmente degradables.

Las aguas de tipo mixto, son la mezcla de los dos tipos anteriores, de manera que la selección del tratamiento depende del lugar en donde se genere el agua residual.

En el caso de la Ciudad de México, las aguas residuales que se producen son de tipo mixto, como se reporta por la Comisión Nacional del Agua en el informe preliminar del proyecto "Estudio de factibilidad del saneamiento del Valle de México", el cual fue elaborado en 1995 (CNA, 1995). Los drenajes del Distrito Federal colectan las descargas de industrias, comercios y casas habitación, así como las precipitaciones pluviales, de manera que toda el agua residual del D.F. es mezclada.

Para poder proponer un tren de tratamiento de agua residual de tipo mixto, es necesario tomar en cuenta que existen componentes en los efluentes industriales que inhiben la actividad de los microorganismos en los procesos biológicos (Andreozzi *et al.*, 1999),

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

además debe tomarse en cuenta que es necesaria la desinfección del agua tratada (Aranda, 2002). Los trenes de tratamiento combinan procesos biológicos, físicos y fisicoquímicos, dentro de estos últimos, los procesos de oxidación avanzada, son muy recomendables para tratar este tipo de efluentes. Sin embargo el costo asociado a este tipo de tratamiento es muy alto debido al requerimiento de instalaciones complejas y un consumo elevado de reactivos y energía, lo que provoca que los gastos de operación sean también elevados y por tanto se utilicen procesos menos eficientes, pero mas baratos.

En estudios previos realizados en la Facultad de Química y en el Instituto de Ingeniería de la UNAM, se han mostrado las ventajas técnicas de la utilización del reactivo de Fenton ($\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$) como un método de pretratamiento de aguas residuales del Valle de México. Dichas estudios han estado enfocados a producir a partir de aguas residuales un agua que pueda ser susceptible de ser reinyectada artificialmente en el acuífero del Valle de México. En la Tabla 1.1 se muestra la calidad del agua que puede ser obtenida aplicando dicho pretratamiento (González-Lorenzo, 2001).

Tabla 1.1. Resultados obtenidos utilizando como pretratamiento el reactivo de Fenton y como pulimento una adsorción sobre carbón activado (González-Lorenzo, 2001).

Parametro	Agua cruda	Método de Fenton	Adsorción sobre carbón activado 1:100
DQO (mgO ₂ /L)	389.5	166	61
Color (Pt-Co)	189 566	46.5	27
Turbiedad (UNT)	130 179	5.21	2.9
SST (mg/L)	155	21.5	-
pH	4	3.62	6.39
Lodos producidos (g/L)		0.17	-

Así mismo, dicho pretratamiento fue comparado con el tratamiento convencional de coagulación – floculación con base en dos factores esenciales para seleccionar uno u otro pretratamiento: La producción de lodos y el costo asociado al tratamiento (considerando únicamente los reactivos) (Tabla 1.2). Con el método de Fenton se produce un 10% menos de lodos que con el Pax XL60. Sin embargo, el costo asociado al uso del reactivo de Fenton

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

es 6 veces más elevado con respecto al del Pax XL60. No obstante estos costos, el método de Fenton ofrece dos ventajas esenciales con respecto al método de coagulación-floculación: Elimina nitrógeno amoniacal y sirve como desinfectante del medio.

Tabla 1.2. Producción de lodos y costos para diferentes agentes coagulantes utilizados y para el reactivo de Fenton (González-Lorenzo, 2001).

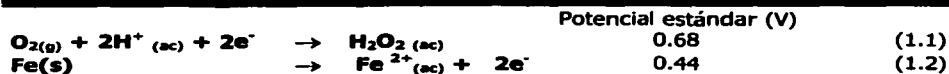
Agentes coagulantes	Producción de lodos (kg S.L. m ³ de agua residual)	Costos (\$ m ³)
Pax 16	0.16	0.11
Pax XL60	0.19	0.12
Technifloc	0.22	0.18
Al ₂ (SO ₄) ₃	0.21	0.11
Ferrix	0.05	0.07
Tanfloc	0.13	0.26
Fenton	0.17	0.7

Los procesos electroquímicos representan una alternativa de tratamiento efectiva para la destrucción de contaminantes tóxicos y orgánicos biorefractarios, teniendo la oxidación y la electro-oxidación indirecta con pares metálicos redox y la electrogeneración de fuertes oxidantes como los procesos más comunes (Brillas *et al.*, 1998; Harrington y Pletcher, 1999).

Con base en las dos tablas anteriores, se concluye que la clave para que el reactivo de Fenton represente realmente una opción competitiva con los procesos de coagulación-floculación es el aspecto económico. El costo relativamente elevado del reactivo de Fenton se debe al peróxido de hidrógeno que debe adicionarse en una dosis de 25 mg H₂O₂/L de agua a tratar. Por lo tanto, en este trabajo se busca encontrar una solución al problema económico del reactivo de Fenton produciendo electroquímicamente tanto el ion Fe²⁺ como el peróxido de hidrógeno. En caso de lograr formar ambas especies en una sola celda electroquímica, los costos de operación asociados al proceso serían únicamente los asociados al potencial eléctrico que deberá aplicarse. Las reacciones electroquímicas involucradas son las siguientes (Brown, 1993):

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN



En el capítulo 2 se presentarán los fundamentos relacionados con la generación y aplicación del reactivo de Fenton en la depuración de soluciones acuosas. En el capítulo 3 se presenta la metodología y técnicas analíticas utilizadas. Los resultados y discusión de los mismos se presentan en el capítulo 4. Finalmente, en el capítulo 5 se presentan las conclusiones y recomendaciones producto de este trabajo.

1.2 OBJETIVOS

El principal objetivo de este trabajo fue:

Probar la generación de las especies involucradas en la reacción de Fenton utilizando una celda electroquímica para el tratamiento de aguas residuales mixto e industrial.

Para comprobar la eliminación de contaminantes se realizaron pruebas fisicoquímicas como: DQO, turbiedad, color, sólidos suspendidos totales, las cuales fueron seleccionadas por su fácil aplicación, reproducibilidad y por ser los parámetros afectados por coagulación-floculación.

Para comprobar el efecto desinfectante del reactivo de Fenton se realizaron pruebas microbiológicas para determinar:

Coliformes totales, coliformes fecales, *E. Coli*, *Salmonella* y *Shigella*.

Los objetivos particulares de este trabajo son:

- ◆ Desarrollar a nivel laboratorio una celda electroquímica capaz de producir a partir de electrodos de hierro y de grafito las especies involucradas en la reacción de Fenton.
- ◆ Realizar las pruebas confirmatorias de la generación de las especies generadas experimentalmente.

- Realizar la caracterización físicoquímica del agua residual cruda y el agua tratada por el método de Fenton generado electroquímicamente.
- Realizar la caracterización microbiológica del agua residual cruda y el agua tratada por el método de Fenton generado electroquímicamente en un sistema continuo.

1.3 METAS

Para lograr los objetivos propuestos y verificar la hipótesis planteada se propone alcanzar las siguientes metas:

- Realizar una búsqueda bibliográfica que permita fundamentar y montar las técnicas analíticas para la cuantificación de Fe^{2+} y el peróxido de hidrógeno en solución acuosa.
- Evaluar experimentalmente en pruebas por lotes, la factibilidad de utilizar la celda construida en la depuración de agua residual de Ciudad Universitaria y en agua residual industrial.
- Evaluar experimentalmente la factibilidad de utilizar la celda construida en la depuración de agua residual de tipo mixto en un piloto a nivel laboratorio funcionando a régimen continuo.
- Evaluar experimentalmente la capacidad de eliminación de microorganismos con la celda electroquímica.

1.4 HIPÓTESIS

Si una celda electroquímica con electrodos de hierro y de grafito se llena con agua residual y se aplica una diferencia de potencial, se obtendrán en solución las especies involucradas en la reacción de Fenton ($\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$), generando radicales hidroxilo que depurarán el agua mediante la combinación de mecanismos de coagulación-floculación y de oxidación avanzada.

2 FUNDAMENTOS

En este capítulo se presentará brevemente la normatividad mexicana en lo que a la materia de las aguas residuales se refiere, así mismo se revisarán los mecanismos de reacción del método de Fenton, su aplicación en el tratamiento de aguas residuales y su generación vía electroquímica y finalmente se describirán sucintamente las técnicas analíticas, mismas que permitirán evaluar las diferentes características que tienen las aguas residuales antes y después de su tratamiento con el reactivo de Fenton electrogenerado.

2.1 NORMATIVIDAD

Las Normas Oficiales Mexicanas ECOL, las cuales se dividen de la siguiente manera:

- En Materia del Agua
- En Materia de Residuos Peligrosos
- En Materia de Contaminación Atmosférica
- En Materia de Ruido
- En Materia de Recursos Naturales
- En Materia de Pesca
- En Materia de Impacto Ambiental

Actualmente es necesario que las aguas tratadas tengan una cierta calidad antes de poder usarlas y conserven características bien definidas para poder descargarlas en un cuerpo de agua. Las normas oficiales mexicanas que contemplan lo anterior son:

- NOM-001-ECOL-1996. Norma Oficial Mexicana NOM-001-ECOL-1996, Que Establece los Límites Máximos Permisibles de Contaminantes en las Descargas Residuales en Aguas y Bienes Nacionales (D. O. F. 6 de enero de 1997)
- NOM-002-ECOL-1996. Norma Oficial Mexicana NOM-002-ECOL-1996, Que Establece los Límites Máximos Permisibles de Contaminantes en las Descargas de

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

Aguas Residuales a los Sistemas de Alcantarillado Urbano o Municipal (D. O. F. 3 de junio de 1998)

- NOM-003-ECOL-1997. Norma Oficial Mexicana NOM-003-ECOL-1997 Que Establece los Límites Máximos Permisibles de Contaminantes para las Aguas Residuales Tratadas que se Reusen en Servicios al Público. (D. O. F. 21 de septiembre de 1998)

Al momento de elaborar este trabajo aún se encontraba en proyecto la norma NOM-004-ECOL-2001 “Protección ambiental.- Lodos y biosólidos.- Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final.”.

Es importante señalar que a pesar de contemplar los cuerpos de agua en los que se pudiese tener descarga de agua residual, no contempla la DQO como parámetro importante para asegurar que dichas descargas no afectarán al ambiente, esto aunado al hecho de que la calidad y las características de las aguas tratadas para reúso varían de acuerdo con la utilización que se le dé.

2.2 CLASIFICACIÓN DE LOS PROCESOS DE TRATAMIENTO DE AGUAS

El principal objetivo del área de tratamiento de aguas es el de desarrollar, promover e implementar tecnologías y/o procesos capaces de eliminar aquellas impurezas en el agua hasta obtener la calidad adecuada para el propósito que se le destine. Los procesos de depuración del agua se pueden clasificar en tres categorías: físicos, biológicos y fisicoquímicos, los cuales son aplicados en diferentes niveles de depuración que pueden ser: primaria, secundaria o terciaria. Esta última clasificación de tratamientos solamente toma en cuenta los rendimientos de depuración de cada proceso.

Los procesos físicos integran todas las operaciones unitarias físicas para dar un tratamiento inicial sin la presencia de reacciones o microorganismos en actividad. Este tratamiento es importante, ya que previene obstrucciones o taponaduras que pudiesen dañar el equipo o disminuir la eficiencia de los procesos posteriores (Metcalf y Eddy, 1991).

Existe una gran variedad de tratamientos fisicoquímicos. Los principales procesos de este tipo son:

- ◆ **Coagulación-Floculación**
- ◆ **Precipitación química**
- ◆ **Procesos de membrana**
- ◆ **Adsorción**
- ◆ **Intercambio iónico**

Los procesos anteriores responden cada vez mas a la necesidad de eliminar contaminantes que por su tamaño y características fisicoquímicas no son susceptibles de ser eliminados por procesos físicos o biológicos (Metcalf y Eddy, 1991).

Cabe mencionar que algunos de los procesos anteriores son indispensables para poder lograr un correcto funcionamiento de los tratamientos biológicos, los cuales constituyen la tecnología de base para la eliminación de la contaminación orgánica de las aguas.

Los procesos biológicos, pueden ser clasificados en dos grandes grupos: aerobios y anaerobios, estos últimos pueden ser clasificados como de biomasa fija o de biomasa en suspensión. Estos procesos de tratamiento de aguas deben complementarse con un proceso de tratamiento de lodos, donde aparecerán los elementos eliminados de las aguas (Metcalf y Eddy, 1991).

2.3 REACCIÓN DE FENTON

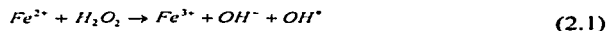
La reacción de Fenton fue descubierta por H.J.H. Fenton en 1894, cuando reportó que la oxidación de ácido málico por peróxido de hidrógeno era promovida fuertemente por el ion ferroso. Históricamente, la reacción de Fenton tenía un interés desde un punto de vista de mecanismo sintético y por su relevancia en reacciones enzimáticas y el daño causado a las células por los radicales libres. Sin embargo, la aplicación de la reacción de Fenton en el tratamiento de aguas tanto industriales como municipales contaminadas con compuestos

orgánicos, no biodegradables o herbicidas comenzó a utilizarse cerca de los años 70's (Huang *et al.*, 1993; Pignatello y Chapa, 1994; Tang y Tassos, 1977; Nesheiwat y Swanson, 2000; González, 2001). Recientemente se han reportado trabajos con variaciones de producción del reactivo de Fenton que incluyen procesos fotoquímicos y electroquímicos. Este trabajo se enfoca en este último rubro considerando la generación de ambas especies *in situ*.

2.3.1 Descripción de la Reacción de Fenton

La reacción de Fenton envuelve dos componentes que son el catalizador y el oxidante. El catalizador puede ser Fe(II) o Fe(III), sin embargo es preferible el hierro ferroso. El agente oxidante comúnmente usado es el peróxido de hidrógeno.

Al entrar en contacto el peróxido de hidrógeno con las sales ferrosas, se genera el radical hidroxilo; la ecuación clásica de la reacción de Fenton es la siguiente.



La eficiencia de la reacción está limitada principalmente por la generación de los radicales hidroxilo y las reacciones que se pueden llevar a cabo dependen de los contaminantes que se encuentran en los diferentes tipos de agua (Pignatello, 1992; Kang y Chang, 1997; Lin y Lo, 1997; Lloyd *et al.*, 1997; Kang y Hwang, 2000; Nesheiwat y Swanson, 2000; Chamarro *et al.*, 2001).

Este método presenta dos modalidades: La reacción "oscura" o térmica y la fotocatalítica o catálisis fotoasistida. Además incluye dos procesos en un solo paso, estos son: Oxidación Avanzada y Coagulación - Floculación. (Sun y Pignatello, 1993; Kang y Chang, 1997; González-Lorenzo, 2001; Aranda, 2001).

2.3.1.1 Oxidación avanzada

Es muy difícil tratar los efluentes orgánicos tóxicos o recalcitrantes utilizando procesos con microorganismos, de tal manera que es necesario utilizar una oxidación química para poder degradar estos contaminantes de una manera eficiente. Los procesos de oxidación avanzada suelen ser combinados con otros tipos de tratamientos, con el fin de disminuir los costos de inversión y de operación.

Los métodos de oxidación química son variados, así como los oxidantes utilizados en estos, como son: Rayos ultravioleta, ozonización, electrogeneración de iones cloro, entre otros. Estos métodos son utilizados de acuerdo con las características que se deseen modificar en el agua a tratar, algunas de las cuales son remoción de: DQO, DBO, COD, Turbiedad, Color, eliminación y/o degradación de algún contaminante específico. (Sudho *et al.*, 1986; Do y Yeh, 1996; Chamarro *et al.*, 2001).

Uno de los métodos más eficientes para poder realizar oxidación avanzada, es precisamente el tratamiento por reactivo de Fenton (Bidga, 1995). El radical hidroxilo formado, puede reaccionar y destruir una gran cantidad de compuestos, tales como: ácidos, alcoholes, aldehídos, aromáticos, aminas entre otros, sin mencionar el gran poder desinfectante que posee (Nesheivat y Swanson, 2000; Aranda, 2001).

2.3.1.2 Coagulación-Floculación

El proceso de Coagulación - Floculación, es ampliamente utilizado cuando se tienen efluentes con grandes cantidades de contaminantes en suspensión biodegradables o no.

Este proceso consiste principalmente en agregar compuestos orgánicos y/o sales metálicas al agua a tratar para conseguir una desestabilización de partículas pequeñas y en estado coloidal con la finalidad de formar agregados de un tamaño que permita la formación de flóculos que puedan separarse por sedimentación o flotación y así eliminar los contaminantes.

Entre los agentes coagulantes/floculantes inorgánicos más ampliamente utilizados se encuentran las sales de aluminio y de hierro.

2.3.1.3 Reacción de Fenton fotoasistida

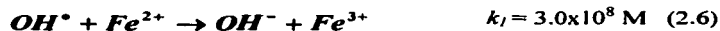
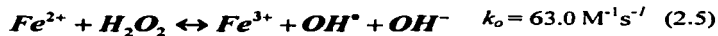
La reacción de Fenton fotoasistida se lleva a cabo irradiando la solución, con lo cual se puede lograr la reducción fotoquímica de Fe(III) a Fe(II), teniendo de esta manera una variante del método tradicional de Fenton. Lo anterior puede llevarse a cabo debido a que la reducción fotoquímica de Fe(III) a Fe(II) se encuentra dentro de su espectro de absorción, desde longitudes de onda entre 280 y 420 nm, esto es, que comprende parte de la región UV y parte de la región visible del espectro electromagnético.

La luz absorbida por una molécula puede resultar en una excitación electrónica, la cual provoca que exista un incremento en la habilidad de las moléculas para perder o ganar electrones. Esto hace al estado excitado más apropiado como un agente oxidante o reductor, de manera que la irradiación provoca que el Fe(III) pueda actuar como un agente oxidante con algunos compuestos, tales como aminas, alcoholes y ácidos carboxílicos o pueda ser regenerado el Fe(II) para ser reincorporado al ciclo de la reacción de Fenton aumentando la eficiencia del proceso al disponer de una mayor cantidad de Fe(II) en la solución (Huston y Pignatello, 1999; Brillas *et al.*, 1992; Nesheiwat y Swanson, 2000; González-Lorenzo, 2001; Aranda, 2001).

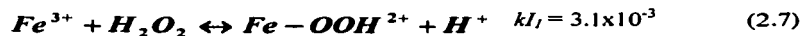


2.3.1.4 Reacción térmica de Fenton

La generación de los radicales hidroxilo inicia cuando entran en contacto el peróxido de hidrógeno y los iones ferrosos, los radicales hidroxilo, pueden entonces, reaccionar con compuestos orgánicos o con otro ion ferroso de acuerdo con el siguiente mecanismo.



El Fe(III) descompone catalíticamente el H₂O₂ en O₂ y H₂O. El mecanismo clásico de cadena de radicales propuesto para sistemas de Fe(III) (Gallard y De Laat, 2000), que envuelven radicales hidroxilo y radicales hidroperoxilo es el siguiente incluyendo las ecuaciones 2.5 y 2.6



En presencia de peróxido en exceso, la cantidad de Fe²⁺ es pequeña en comparación con Fe³⁺, debido a que la reacción 2.8 es generalmente mucho más lenta que la reacción 2.6. El radical hidroxilo reacciona rápidamente y no selectivamente con la mayoría de los compuestos orgánicos.

El reactivo de Fenton genera radicales hidroxilo que son una especie química muy oxidante (Tabla 2.1), sin embargo hay especies que muestran resistencia a la oxidación por la reacción de Fenton. Estas especies son pequeños alcanos clorados (tetracloroetano, tricloroetano), n-parafinas y pequeñas cadenas de ácidos carboxílicos (maléico, oxálico, acético, malónico). (Hsiao y Nobe, 1993; Chamarro *et al.*, 2001).

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

2.3.1.5 Origen y reactividad de los radicales hidroxilo

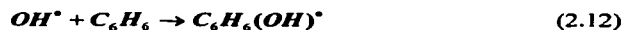
Algunos metales presentan propiedades especiales para transferir oxígeno, lo cual requiere del empleo de peróxido de hidrógeno. Por ejemplo, el más común de estos es el hierro, el cual al reaccionar con el peróxido de hidrógeno forma radicales altamente reactivos. (González-Lorenzo, 2001). Los radicales hidroxilo (OH^*) y los radicales hidroperoxilo (HOO^*) formados son oxidantes muy poderosos y son especies de corta vida. Los radicales hidroxilo (OH^*) son la segunda especie más reactiva, sólo abajo del fluoruro (Tabla 2.1).

Tabla 2.1. Poder de oxidación de oxidantes comunes (Nesheiwat y Swanson, 2000).

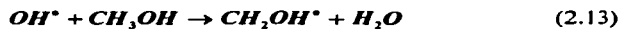
Especies Reactivas	Poder de Oxidación Relativo (CE = 1.0)
Fluoruro	2.23
Radical hidroxilo	2.06
Oxígeno atómico	1.78
Peróxido de hidrógeno	1.31
Radical perhidroxil	1.25
Ion permanganato	1.24
Acido hipobromoso	1.17
Óxido de cloro	1.15
Acido hipocloroso	1.10
Acido hipoyodoso	1.07
Cloro	1.00
Bromuro	0.80
Yoduro	0.54

Muchos mecanismos para la reacción del radical hidroxilo son posibles. Sin embargo, dos mecanismos son más eficientes en la destrucción de compuestos orgánicos.

En el mecanismo de adición de oxígeno, el radical hidroxilo se agrega a un compuesto insaturado para formar un radical libre como producto:



En la extracción de hidrógeno, se forman un radical libre orgánico y agua:



La oxidación de un compuesto con un anillo aromático como lo es el fenol, es un ejemplo clásico del uso del reactivo de Fenton para reducir la toxicidad de un efluente industrial. En el proceso, son producidos ácido carboxílico y ácido dicarboxílico, y si la oxidación se lleva hasta completarse, se forman CO₂ y agua. Las estructuras con anillo aromático sustituido, pueden ser oxidadas también con el reactivo de Fenton hasta los ácidos carboxílico y dicarboxílico, y teóricamente hasta CO₂ y agua.

De esta manera los compuestos tóxicos o con estructuras de anillos no biodegradables pueden ser menos tóxicos o más susceptibles a la degradación biológica.

2.4 FUNDAMENTOS DE ELECTROQUÍMICA

La electroquímica permite tanto la eliminación como la generación de especies químicas y utiliza como “materia prima” del proceso un reactivo limpio, la energía eléctrica, basando esta característica en procesos electródicos que promueven reacciones de oxidación y reducción.

De esta manera es posible desarrollar un método para la generación electroquímica del reactivo de Fenton (Fe²⁺/H₂O₂), presentando una alternativa de disminución de costos y simplificación de proceso.

La electrogeneración del reactivo de Fenton ha sido estudiado extensivamente (Sudoh *et al.*, 1986; Tzedakis *et al.*, 1989; Hsiao y Nobe, 1993; Brillas *et al.*, 1996). El método típico de electrogeneración puede ser dividido en dos tipos. El primero es la electrogeneración de H₂O₂ combinado con iones ferrosos en solución ácida. En este sistema el peróxido puede ser producido por medio de grafito, carbón reticulado o vítreo, incluso utilizando cátodos de carbón-PTFE (Do y Chen 1994; Panizza y Cerisola, 2001), mediante la reducción del oxígeno a peróxido de hidrógeno. Sin embargo, su desventaja se ha investigado y es

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

atribuida a su baja eficiencia en solución ácida (Do y Chen, 1993). El segundo tipo es la electrogeneración de Fe^{2+} a partir de un ánodo de sacrificio de hierro en combinación con H_2O_2 agregado al sistema (Pratap y Lemley, 1994). En ambos procesos la producción de lodos férricos es una característica, y se pueden tratar de reciclar, esto se logra mediante la electrolización de los mismos para obtener iones ferrosos; este último proceso es necesario sólo para trabajar a condiciones extremadamente ácidas ($\text{pH}<1$).

En este trabajo se trata de electrogenerar las 2 especies que dan origen al reactivo de Fenton. Para tal efecto es necesaria la utilización de electrodos de grafito y hierro metálico, los cuales trabajan como cátodo y ánodo respectivamente. La celda electroquímica opera a temperatura ambiente y presión atmosférica, lo cual da una simplicidad en el manejo de la misma. Otros factores a considerar en la celda es el nivel de acidez de la solución, mismo que ya se ha determinado con valor óptimo de operación de $\text{pH}=3.5$ (González-Lorenzo, 2001), y la constante saturación del agua con oxígeno, esto con la finalidad de garantizar la constante producción de peróxido de hidrógeno.

2.4.1 Electroquímica y Medio Ambiente

Las oportunidades para la tecnología electroquímica se han incrementado desde la década de los ochenta. Esto resultó de las restricciones legales y la presión social para reducir las emisiones de contaminantes a la atmósfera, descargas a los cuerpos de agua así como la disposición de sólidos en sitios de relleno. De esta manera el objetivo para el futuro deberá ser la tecnología de "Cero Efluentes".

La tecnología electroquímica puede contribuir en muchas maneras a una mejor relación con el ambiente. Estas posibilidades incluyen:

- Generación mas limpia de energía
- Síntesis limpia y selectiva: La electrólisis se mantiene como un proceso poco usado para la síntesis de compuestos químicos orgánicos e inorgánicos. Puede reemplazar

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

reactivos tóxicos y peligrosos, evitar efluentes de difícil manejo, y casi siempre usa condiciones poco riesgosas.

- Generación de químicos "*in situ*": La electrólisis puede convenientemente ser escalada dentro de un amplio rango de posibilidades. Esto da oportunidad de diseñar pequeñas unidades para la generación de "*in situ*" de químicos, evitando la transportación de estos si es que se tratan de reactivos peligrosos.
- Mejoramiento de la calidad de agua: Existen procesos para la remoción de sales, bacterias, metales y material orgánico.
- Reciclado de corrientes de proceso: Se puede enfocar a regenerar reactivos, recuperar ácidos y bases o para remover iones metálicos u orgánicos del proceso.
- Tratamiento de efluentes: Existen celdas y sistemas para la remoción de iones metálicos y orgánicos de efluentes antes de descarga.

Todo este abanico de tecnología está basado en cada aspecto de electroquímica fundamental y aplicada. De hecho, el desarrollo de procesos exitosos depende en gran medida de:

- Identificación de oportunidad
- La selección apropiada de la tecnología electroquímica
- Un conocimiento de las muchas nuevas celdas y componentes disponibles comercialmente

En la actualidad, las políticas de desarrollo sustentable demandan mayor cuidado hacia el ambiente. La electroquímica ofrece una opción limpia para resolver problemas en las industrias, ya sea tratando los desechos o efluentes y otra que es desarrollando nuevos procesos más limpios, lo que se conoce como protección ambiental de procesos integrados. Este término se refiere básicamente al reciclaje de material valioso y a la sustitución de procesos que produzcan demasiados desechos por tecnología electroquímica que puede llegar a producir pequeños desechos o ninguno.

2.4.2 Ventajas y Desventajas Generales de los Procesos Electroquímicos

Ventajas:

1. **Versatilidad.** El proceso puede ser una oxidación o reducción, directa o indirecta, se puede trabajar para separar fases, concentrar o diluir, e inclusive se pueden diseñar procesos biocidas. Las técnicas electroquímicas pueden servir para tratar gases, sólidos y líquidos en grandes o pequeñas cantidades.
2. **Eficiencia energética.** Los procesos electroquímicos generalmente requieren de bajas cantidades de energía, por ejemplo, requiere menos que en un proceso de incineración normal. Los factores que pueden afectar la eficiencia en los electrodos pueden ser prevenidas diseñando en función de la corriente, caídas de voltaje y evitando reacciones secundarias.
3. **Automatización.** Las variables que rigen el funcionamiento de los electrodos como potencial y corriente, pueden ajustarse y facilitar la automatización del proceso.
4. **Costos.** Un diseño adecuado de la celda y los equipos de servicio puede llegar a hacer muy simple y barato el proceso.

Desventajas:

1. **Naturaleza heterogénea.** Las reacciones se llevan a cabo en la interfase del electrodo electrolito, que hace a estos procesos dependientes del área de contacto y de procesos de transferencia de masa.
2. **La estabilidad y duración de los materiales de los electrodos frente a medios agresivos.**

2.4.3 Electrólisis

Contrariamente a las reacciones redox espontáneas, que resultan en la conversión de energía química en energía eléctrica, la electrólisis es el proceso en el cual la energía eléctrica se usa para provocar una reacción química no espontánea.

En cuanto a sus aspectos cuantitativos, Faraday desarrolló inicialmente su tratamiento. Él observó que la masa del producto formado (o de reactivo consumido) en el electrodo era

proporcional a la cantidad de electricidad transferida al electrodo y la masa molar de la sustancia en cuestión..

En experimentos de electrólisis generalmente se mide la corriente (en amperes, A) que pasa a través de una celda electrolítica en un intervalo de tiempo dado. La relación entre la carga (en Coulombs, C) y la corriente es:

$$1C = 1A \times 1s \quad (2.14)$$

esto es, un Coulomb es la cantidad de carga eléctrica que pasa en cualquier punto del circuito en 1 segundo cuando la corriente es 1 A. (Brown, 1991)

Para este caso aplica la siguiente forma: La reacción en el ánodo forma un ion ferroso cuando el hierro sede un electrón. Para oxidar una mol de Fe se debe aportar el numero de Avogrado (6.02×10^{23}) de electrones al cátodo. Por otra parte la estequiometría de la reacción catódica muestra que la reducción de una molécula de oxígeno produce una molécula de peróxido. Entonces la formación de un mol de H_2O_2 resulta de la transferencia de dos moles de electrones al ánodo.

2.4.4 Reacciones Electródicas

- ◆ La reacción electródica puede llevar ya sea a la oxidación o reducción de especies en solución.
- ◆ Las especies electroactivas (y el producto) pueden ser inorgánicas, orgánicas o una biomolécula, pueden tener carga, ser neutrales o pueden ser un gas, un sólido o solubles en el sistema de interés.
- ◆ El cambio químico global puede ser alcanzado por una reacción electródica directa o indirectamente cuando una reacción primaria de transferencia del electrón ocurre entre el electrodo y una especie portadora de la carga (un catalizador para el cambio químico de interés).
- ◆ El medio es usualmente acuoso pero puede también estar basado en un disolvente aprótico u otro disolvente orgánico o mezcla de disolventes. Similarmente los electrodos pueden ser escogidos entre varios materiales incluyendo un metal, carbón, un

óxido, una cerámica conductora, etc. y puede ser usado en una , dos o tres formas dimensionales.

El punto inicial para entender las reacciones electródicas es reconocer que el cambio químico en la superficie del electrodo ocurre vía secuencia de pasos fundamentales. Los procesos y complicaciones que ocurran como etapas en los procesos electródicos globales se pueden clasificar como:

- ◆ Transporte de materia desde el seno de la solución hasta la capa adyacente a la interfase por:
 - Migración bajo el efecto del campo eléctrico.
 - Difusión provocada por la diferencia de concentración debido al consumo de reactivo.
 - Convección si existe algún movimiento macroscópico espontáneo (convección natural) o externo (convección forzada).

- ◆ Adsorción de iones o moléculas en la interfase
- ◆ Desolvatación
- ◆ Transferencia de carga o reacción en el electrodo
- ◆ Adsorción o desorción de los productos de la reacción electroquímica
- ◆ Transporte de materia o eliminación de los productos de la superficie del metal por:
 - Migración; difusión y convección hacia el seno de la solución o hacia el interior del metal (solo amalgamas)
 - Formación de burbujas de gas
 - Incorporación a la estructura cristalina del electrodo

Es necesario tomar en cuenta que la velocidad del proceso global de transformación electroquímica estará controlada por la etapa más lenta. Existen dos situaciones extremas:

- 1.- Control por transporte de materia (Control difusional)
- 2.- Control por reacción electroquímica (Control cinético)

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

Las reacciones redox involucran transporte de masa del reactivo hacia la superficie y del producto lejos de la misma en adición a la transferencia del electrón en la superficie. La mayoría de las reacciones electródicas son mucho más complejas y pueden también involucrar:

- i) Adsorción del reactivo, intermedios y/o productos en la superficie del electrodo
- ii) Reacciones químicas acopladas ya sea en solución como intermediarios que son transportados lejos de la superficie del electrodo o mientras los intermediarios son adsorbidos sobre la superficie
- iii) La formación de nuevas fases, como la de una estructura cristalina en la superficie del cátodo
- iv) Múltiple transferencia de electrón. Usualmente las reacciones de transferencia multi-electrón tienen lugar en secuencias donde las transferencias de electrones son separadas por etapas químicas principalmente. Las reacciones de transferencia de electrones entre intermediarios en solución ocurrirán a lo largo de la transferencia heterogénea del electrón en la superficie del electrodo.

Algunas reacciones como la síntesis de compuestos orgánicos, son muy complejas para esperar tener el conocimiento detallado de la ruta de la reacción, hay reacciones que requieren bastantes rupturas de enlaces así como la formación de otros y transferencia de electrones, los mecanismos de este tipo involucrarían reacciones químicas, en la superficie del ánodo (Bockris y Amulya, 1997).

2.4.5 Aplicación del Método de Electrofoenton en el Tratamiento de Aguas Residuales

Recientemente la reacción de Fenton ha sido objeto de estudio desde el punto de vista de tratamiento de agua residual, tratamiento de lodos, remediación de suelos, entre otras aplicaciones.

La electrogeneración del reactivo de Fenton, ya sea combinándolo con otro tratamiento previo o posterior, ha mostrado tener entre otras ventajas mejores costos, con respecto al método tradicional. En su gran mayoría, la electrogeneración del reactivo de Fenton se basa

en la producción de uno de los dos componentes de la reacción y agregar posteriormente de la manera habitual el otro componente.

Algunos de los estudios que se han realizado utilizando la electrogeneración del reactivo de Fenton se pueden observar en la tabla 2.2.

El reactivo de Fenton electrogenerado es un método eficiente para conseguir:

- Degradación de contaminantes orgánicos.
- Reducción de toxicidad.
- Aumento de biodegradabilidad.
- Remoción de olor y color.
- Desinfección eficiente.

2.4.6 Factores que Influyen en el Sistema de Fenton Electrogenerado

Los factores que influyen en el método de Fenton electrogenerado, son muy similares a aquellos que afectan al método de Fenton tradicional.

2.4.6.1 Efecto del pH

El pH inicial es un factor importante que tiene una gran importancia e influencia en el desarrollo de las características de un proceso electroquímico. Se ha reportado que el pH óptimo para la reacción de Fenton se encuentra alrededor de 3 (Barbeni *et al.*, 1987; Watts *et al.*, 1990; Sedlak y Andren, 1991; Kuo, 1992; Zepp *et al.*, 1992; Potter y Roth, 1993; Venkatadri y Peters, 1993; Lin y Peng, 1995). A estas condiciones de pH óptimo, la remoción de COD para el proceso es de alrededor de 80%. Sin embargo, se ha encontrado que es posible tener buenos resultados a pH hasta de 6. La eficiencia sobre el lado básico es atribuida a la transición de hierro para formar un ion ferroso hidratado hasta una especie férrica coloidal. Esta última forma del hierro descompone catalíticamente el peróxido de hidrógeno en oxígeno y agua, sin formar radicales hidroxilo (González-Lorenzo, 2001).

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

Tabla 2.2. Estudios previos de generación de reactivo de Fenton electroquímicamente.

Tipo de agua	Tipo de tratamiento	Observaciones	Referencia
Riego con herbicidas	Electrogenación de Fe	Reactor batch 400ppm de Fe	Pratap y Lemley (1994)
Riego con herbicidas	Electrogenación de Fe Adición de H ₂ O ₂	Reactor batch 400ppm de Fe	Pratap y Lemley (1994)
Residual y sintética con hexamina	Electrogenación de Fe Adición de H ₂ O ₂	Agregan sales de hierro como lodos para obtener Fe	Chou, Huang, Lee, Huang y Huang (1999)
Industrial de una planta petroquímica	Electrogenación de Fe Adición de H ₂ O ₂	Utilizan un ánodo de titanio reticulado y desecho de hierro y un cátodo de acero sostenido reticulado	Huang, Chou, Peng, Huang y Cheng (1999)
Sintética con anilina	Electrogenación de H ₂ O ₂	Agregan O ₂ directamente al cátodo.	Brillas, Bastida, Llosa y Casado(1995)
Sintética con anilina	Electrogenación de H ₂ O ₂ Adición de Fe	Realizan el mismo experimento además con UV a 360 nm	Brillas, Mur y Casado (1996)
Sintética con clorofenol	Electrogenación de H ₂ O ₂	Comparan diferentes métodos de oxidación avanzada	Brillas, Sauleda y Casado (1998)
Sintética con clorofenol	Electrogenación fotoasistida de H ₂ O ₂ Adición de Fe	Luz UV 360 nm	Brillas, Sauleda y Casado (1998)
Sintética con fenol	Electrogenación de H ₂ O ₂ Adición de Fe	Comparan diferentes condiciones utilizando electrodos tratados y sin tratar. La prueba de variación con Fe la realizaron con pH = 3	Do y Chen (1996)
Lixiviados de rellenos sanitarios	Electrogenación de Fe Adición de H ₂ O ₂	Comparación de diferentes condiciones en donde se encuentra que la cantidad de H ₂ O ₂ agregada influye considerablemente con el tiempo. Después del tratamiento con electro Fenton se propone un ultimo tratamiento en un reactor de aireación	Lin y Chang (2000)
Sintética con clorobenceno o fenol	Electrogenación de H ₂ O ₂ Adición de Fe	Utilizan un reactor a flujo continuo	Hsiao y Nobe (1993)

En el proceso de electrogeneración del reactivo de Fenton, el pH óptimo es similar al encontrado para el método clásico de Fenton (Figura 2.1). Esta similaridad de pH óptimo, puede entenderse porque los iones Fe y el peróxido de hidrógeno generados por el proceso electroquímico tienen el mismo poder oxidativo que el reactivo de Fenton. (Lin y Chen, 1997).

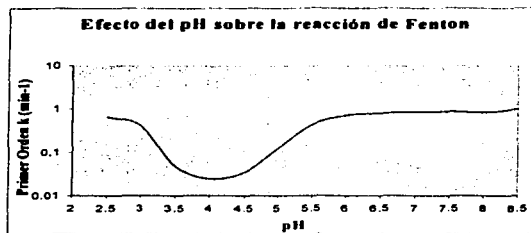


Figura 2.1. Efecto del pH en la reacción de Fenton (Walling, 1975)

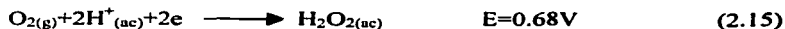
2.4.6.2 Efecto de la temperatura

Un incremento en la temperatura provoca un incremento en la razón de oxidación, este efecto se puede observar de manera notable a temperaturas entre los 5°C y 20°C. Sin embargo cuando la temperatura aumenta por arriba de 40°C, la eficiencia de utilización del peróxido de hidrógeno disminuye. Este decremento es provocado por la descomposición del peróxido de hidrógeno en oxígeno y agua (Do y Yeh, 1996; Nesheiwat y Swanson, 2000; González, 2001).

2.4.6.3 Reacciones Presentes en la Celda

◆ Cátodo: (-) Reducción

El electrodo que participa en la reacción es el de grafito, reduce en su superficie al oxígeno disuelto en el seno acuoso para producir peróxido de hidrógeno.

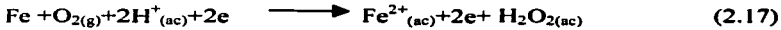


◆ **Anodo: (+) Oxidación**

El electrodo participante es el de hierro, el cual se oxida para generar iones ferrosos, los cuales quedan en solución y listos para reaccionar con el H_2O_2 .



La reacción global y balanceada queda:



La reacción involucrada es espontanea y para comprobarlo se utilizan los potenciales de electrodo antes citados.

$$E^{\circ}_{celda} = 0.68 - 0.44 = 0.24 \quad (2.18)$$

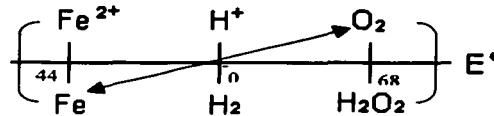


Figura 2.2 Escala de potenciales reducción con respecto al electrodo de Hidrógeno

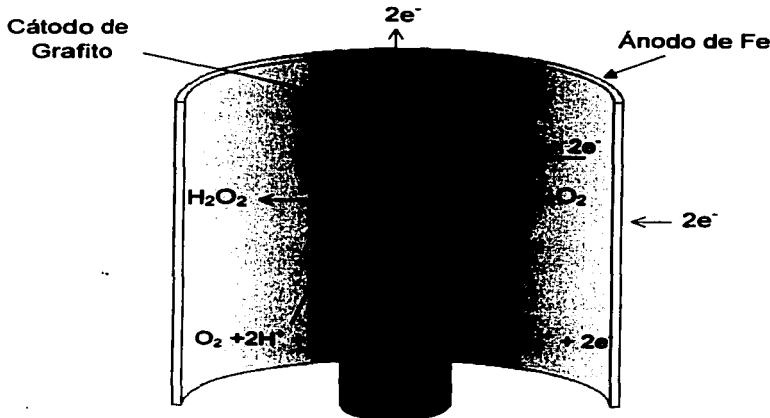


Figura 2.3 Reacciones electródicas que se llevan a cabo en la celda electroquímica

2.4.7 Relación pE - pH

Una herramienta que resulta útil en la interpretación de las reacciones de óxido - reducción, son los diagramas pE – pH (diagramas de Pourbaix), ya que los datos de potencial estándar comúnmente tabulados en la literatura, sólo se refieren a valores limitados de pH. Estos diagramas, desarrollados y sistematizados por Marcel Pourbaix en el Centro Belga de Estudios de la Corrosión, permiten situar las regiones termodinámicamente más probables de potencial, pH y concentración de iones metálicos, que corresponden a diferentes comportamientos electroquímicos de un metal. Cuando se estudia la corrosión, por ejemplo, los metales presentan diversos equilibrios químicos y electroquímicos en agua, de manera que resulta necesario tomar en cuenta el efecto del pH del medio sobre una reacción y es preciso elaborar diagramas pE - pH para cada metal en particular. Según el tipo de reacción, los diferentes estados de equilibrios y las gráficas que los representan pueden quedar incluidos en tres tipos generales: equilibrio independiente del pH, equilibrio independiente del potencial y equilibrio dependiente del pH y el potencial. Sin embargo no es generalmente posible obtener valores de pE acertados por medición potenciométrica directa en sistemas acuosos naturales (Manahan, 2000).

Para el caso en estudio, el diagrama es de equilibrio dependiente del pH y el potencial, dado que se trata de la oxidación del Fe en medio acuoso.

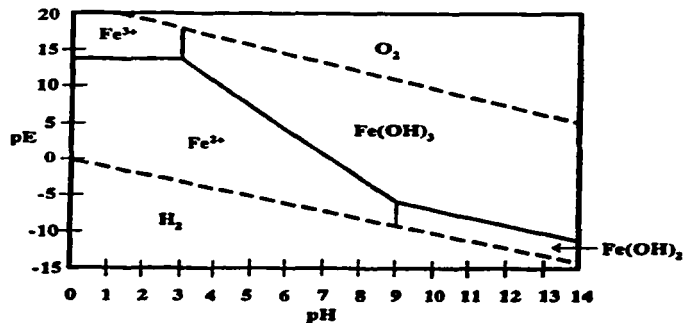


Figura 2.4 Diagrama simplificado pE - pH para Fe en agua (Manahan, 2000)

2.5 MICROBIOLOGÍA

Los microorganismos poseen ciertas características que los hace distintos de las plantas y los animales, de tal manera que fue necesario clasificarlos en un reino diferente del animal y vegetal, de esta forma fue que estos se incluyeran en un reino separado, el protista.

Los miembros del reino protista se distinguen de las plantas verdaderas y los animales por su organización simple: son unicelulares y cuando llegan a ser pluricelulares, no desarrollan tejidos diferenciados.

Los protistas se pueden subdividir en la siguiente forma:

- 1) Protista superiores. Células de estructura similar a la de las plantas y animales.
- 2) Protista inferiores. Células de estructura grandemente simplificada.
- 3) Las bacterias forman el grupo de microorganismos más importante, y son indispensables para el ciclo de nutrimentos del ecosistema. Las bacterias patógenas (causantes de enfermedades) han sido objeto de mayor atención (Henry y Heinke, 1996).

2.5.1 Organismos Patógenos

Los organismos patógenos encontrados en aguas residuales pueden ser descargados por conductos humanos quienes pueden ser infectados por enfermedades o son portadores de una enfermedad particular.

La detección de agentes patógenos en el agua es difícil, económicamente costosa y poco práctica en los análisis rutinarios del agua. En su lugar, el agua se valora empleando un sustituto, que actúa como indicador de contaminación fecal. Puesto que los organismos no patógenos también habitan en gran número en el intestino y están siempre presentes en las heces, junto con los agentes patógenos que pudiera haber, pueden servir como indicadores de contaminación fecal (Henry y Heinke, 1996).

2.5.2 Organismos Indicadores

Debido a que el número de organismos patógenos presentes en el agua residual son bastantes y difíciles de incubar e identificar, los organismos coliformes, los cuales son más numerosos y fáciles de determinar, son comúnmente usados como organismos indicadores. El tracto intestinal del hombre contiene un incontable número de bacterias conocidas como organismos coliformes. Sin embargo, la presencia de organismos coliformes es tomada como una indicación de que organismos patógenos pueden estar presentes, y la ausencia de estos organismos coliformes es tomada como una indicación de que el agua se encuentra libre de organismos que producen enfermedades.

Otros organismos que también son propuestos para su uso como indicadores de contaminación se encuentran en la tabla 2.3. Se han desarrollado pruebas que pueden diferenciar entre coliformes totales, coliformes fecales, y estreptococos fecales. Los organismos indicadores han sido usados para establecer criterios para varios usos del agua como se puede ver en la tabla 2.4 (Metcalf y Eddy, 1991).

Las principales características de un buen organismo indicador de contaminación microbiológica son:

- ◆ Su ausencia indica la inexistencia de patógenos entéricos (o intestinales);
- ◆ La densidad de los organismos indicadores está relacionada con la probabilidad de la presencia de patógenos;
- ◆ En el medio de los organismos indicadores sobreviven un poco más que los patógenos. Es evidente que no existe un organismo ideal indicador de esta naturaleza. Sin embargo, la presencia de coliformes totales, coliformes fecales, estreptococos fecales y *Clostridium perfringens* se considera como indicio de contaminación por heces, y por muchos años se ha empleado para valorar la calidad del agua (Henry y Heinke, 1996).

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

Tabla 2.3 Organismos específicos propuestos para su uso como indicadores de contaminación humana (Metcalf y Eddy, 1991)

Organismo Indicador	Características
Bacterias Coliformes	Especies gram negativas que pueden fermentar lactosa con producción de gas (o producir colonias distintivas dentro de 24 ± 2 h a 48 ± 3 h de incubación en un medio conveniente) a $35 \pm 0.5^\circ\text{C}$. El grupo de coliformes totales incluye cuatro géneros en la familia Enterobacteriaceae. Estos son <i>Escherichia</i> , <i>Klebisella</i> , <i>Citrobacter</i> , y <i>enterobacter</i> . Del grupo, el género de <i>Escherichia</i> (la especie <i>E. coli</i>) aparecen como las mas representativas de contaminación fecal.
Bacterias Coliformes Fecales	El grupo de bacterias de coliformes fecales es establecido en base a la habilidad de producir gas (o colonias) a elevadas temperaturas de incubación ($44.5 \pm 0.2^\circ\text{C}$ por 24 h ± 2 h)
<i>Klebisella</i>	La población de coliformes totales incluyen el género <i>Klebisella</i> . La <i>Klebisella</i> termotolerante es también incluida en el grupo de coliformes fecales. Este grupo es cultivado a $35 \pm 0.5^\circ\text{C}$ por 24 h.
<i>E. coli</i>	La <i>E. coli</i> es uno de la población de bacterias coliformes y es el más representativo de todos los géneros de coliformes de fuentes fecales.
Estreptococos Fecales	Este grupo ha sido usado en conjunción con los coliformes fecales para determinar las fuentes recientes de contaminación fecal (hombre o animales de granja). En muchas ocasiones no es posible distinguir los verdaderos estreptococos fecales con los procedimientos analíticos usuales, por lo que se ha desechado su uso como organismo indicador.
Enterococos	Dos clases de estreptococos fecales- <i>S. faecalis</i> y <i>S. faecium</i> - son los miembros mas humano-específicos del grupo de estreptococos fecales. Por la eliminación de las otras clases a través de los procedimientos analíticos, estas dos clases son conocidas como enterococos y pueden ser aisladas y enumeradas. Los enterococos son generalmente encontrados en bajas cantidades que otros organismos indicadores; sin embargo, estos sobreviven mejor en agua de mar.
<i>Clostridium perfringens</i>	Esta es una espora – formando bacterias anaerobias persistentes, y esta característica la hace un indicador deseable cuando se emplea desinfección, cuando la contaminación pudo haber ocurrido en el pasado, o cuando el intervalo entre el análisis es prolongado.
<i>P. aeruginosa</i> y <i>A. hydrophila</i>	Estos organismos suelen estar presentes en los drenajes en grandes cantidades. Ambos pueden ser considerados organismos acuáticos y pueden ser recuperados en agua en ausencia de fuentes inmediatas de contaminación fecal.

Tabla 2.4 Organismos indicadores usados en el establecimiento de criterios para diferentes usos del agua (Metcalf y Eddy, 1991)

Uso del Agua	Organismo Indicador
Agua potable	Coliformes totales
Agua dulce para recreación	Coliformes fecales, <i>E. coli</i> y Enterococos
Agua salada para recreación	Coliformes fecales, Coliformes totales y Enterococos
Areas de crecimiento de crustáceos	Coliformes totales y Coliformes fecales
Irrigación agrícola	Coliformes totales (para agua tratada)
Desinfección de efluentes de agua residual	Coliformes totales y Coliformes fecales

2.5.3 Pruebas Microbiológicas

Datos representativos del tipo y número de microorganismos comúnmente encontrados en el agua residual son reportados en la tabla 2.5. La variación relativamente grande en el intervalo de valores reportados es característica del agua residual analizada (Metcalf y Eddy, 1991).

Tabla 2.5 Tipos y número de microorganismos típicamente encontrados en agua residual doméstica sin tratamiento (Metcalf y Eddy, 1991)

Organismo	Concentración, numero/mL
Coliformes totales	$10^3 - 10^5$
Coliformes fecales	$10^4 - 10^5$
Estreptococos fecales	$10^3 - 10^4$
Enterococos	$10^2 - 10^3$
<i>Shigella</i>	Presente
<i>Salmonella</i>	$10^0 - 10^2$
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	$10^1 - 10^2$
<i>Clostridium perfringens</i>	$10^1 - 10^3$
<i>Micobacterium tuberculosis</i>	Presente
Quistes de protozoos	$10^1 - 10^3$
Quistes de giarda	$10^{-1} - 10^2$
Quistes de cryptosporidium	$10^{-1} - 10^1$
Huevos de helminto	$10^{-2} - 10^1$
Virus entéricos	$10^1 - 10^2$

Con el fin de verificar el poder desinfectante del reactivo de Fenton electrogenerado se realizaron diversas pruebas microbiológicas, de las cuales a continuación se mencionan brevemente su fundamento y algunos conceptos generales.

Por su minúsculo tamaño los microorganismos no pueden estudiarse como individuos, sino que es necesario manejarlos como colonias. Para ello es necesario cultivarlos, es decir favorecer su multiplicación *in vitro*, en ambientes especiales que proporcionen los nutrimentos necesarios para su crecimiento y multiplicación. En estos ambientes se debe eliminar a todos aquellos agentes que interfieren en el estudio de microorganismos de

interés, es por eso que antes de realizar dichas pruebas, todo el material que se utilice debe ser esterilizado (Henry y Heinke, 1996).

Los diferentes medios de cultivo comerciales, han sido desarrollados para el crecimiento selectivo de microorganismos, los cuales encuentran en estos medios las condiciones óptimas para su reproducción.

2.5.4 Cultivo de los Microorganismos

El cultivo es el procedimiento mediante el cual se promueve el crecimiento de los microorganismos, éste se logra proporcionándoles, las condiciones ambientales adecuadas: Nutrientes, pH, temperatura y aeración. Otros factores que deben ser controlados incluyen la concentración de sal y la presión osmótica del medio y factores especiales tales como la luz para los organismos fotosintéticos (Jawetz *et al*, 1972).

2.5.5 Coliformes Totales

El grupo coliforme incluye a todas las bacterias aerobias y anaerobias facultativas, gram negativas, no esporuladas, de forma de bacilo corto, que fermentan la lactosa con producción de gas en 48 horas a 35 °C (SARH, 1980). El grupo coliforme así definido se caracteriza por producir aldehídos a partir de la fermentación de la lactosa. Este grupo se compone de *Escherichia coli*, *Enterobacter aerogenes*, *Citrobacter freundii* y bacterias afines (APHA, 1992).

2.5.5.1 Técnica de Fermentación de Tubos Múltiples

La técnica de fermentación de tubos múltiples está basada en el principio de dilución a extinción. Para usar la técnica de NMP se utilizan series de tubos, los cuales constan de tres diluciones por lo menos y por cada dilución debe haber 3 ó 5 tubos.

2.5.5.2 Técnica Para Cuenta en Placa

La técnica para cuenta en placa está basada en el mismo principio que la técnica de fermentación en tubos múltiples. En esta técnica, se utilizan series de placas o cajas, las cuales constan de tres diluciones por lo menos y por cada dilución debe haber 3 cajas.

2.5.6 Coliformes Fecales

Los coliformes fecales son más específicos ya que permiten detectar de forma confiable a la *Escherichia coli*, bacteria considerada como indicador de una peligrosa contaminación de tipo fecal por la posible presencia de patógenos excretados.

La diferenciación entre coliformes totales y coliformes fecales se basa en su capacidad o incapacidad para crecer a 44.5 ± 0.5 °C (Henry y Heinke, 1996).

Esta subdivisión se basa en la suposición de que *Escherichia coli* y otras cepas estrechamente relacionadas son de origen fecal, mientras que *Enterobacter aerogenes* y sus relativos más cercanos no son de origen fecal directo.

Estos organismos están relativamente ausentes si la contaminación no es de origen fecal. El tiempo de supervivencia del grupo coliforme fecal en agua es más corto que el de los coliformes no fecales, por consiguiente una densidad alta de coliformes fecales indica una contaminación relativamente reciente. Los coliformes fecales generalmente no se multiplican fuera de los intestinos de los animales de sangre caliente (SARH, 1980).

2.5.7 *Escherichia coli*

La *escherichia coli* es el tipo de coliforme más frecuente y predominante en el intestino humano. No obstante, se han aislado *E. coli* productores de enfermedades en todo el mundo (Henry y Heinke, 1996).

2.5.8 *Salmonella* y *Shigella*

En los humanos se presentan tres formas de salmonelosis: Gastroenteritis aguda, septicemia (envenenamiento de la sangre) y fiebres entéricas. La causa de estas complicaciones son diversas especies de *Salmonella* (Henry y Heinke, 1996).

La shigelosis también conocida como disentería bacilar o diarrea aguda, al igual que la fiebre tifoidea, es una afección asociada a higiene deficiente, hacinamiento excesivo y abastecimiento de agua riesgoso. Varias especies del género *Shigella* son patógenas para los humanos (Henry y heinke, 1996).

Aunque la mayoría de las epidemias de shigelosis se transmiten por alimentos contaminados o por contagio de persona a persona, también pueden ser transportadas por el agua. Los brotes de transmisión hídrica son, a menudo, consecuencia de la interrupción del tratamiento de agua, de la contaminación de un buen suministro de aguas por excretas transportadas por inundaciones, por conexiones cruzadas entre conducciones de agua contaminada y de agua potable, por suministros de agua no tratada o por el paso de aguas residuales a los canales (Henry y Heinke, 2001).

3. METODOLOGÍA

En el presente capítulo se presenta la metodología experimental empleada para la evaluación de la utilización de una celda electroquímica para la generación de los reactivos involucrados en la reacción de Fenton y su aplicación en el tratamiento de agua residual de tipo mixto, tanto en un sistema de tratamiento por lotes como en continuo, y de tipo industrial empleando un sistema de tratamiento por lotes.

Para poder determinar las condiciones de tratamiento del agua residual se realizaron cuatro etapas experimentales. Las tres primeras etapas fueron desarrolladas en un sistema por lotes y la última de ellas en un sistema en continuo.

El agua residual de tipo mixto fue obtenida de la Planta de Tratamiento de Agua Residual de Ciudad Universitaria (PTARCU), este tipo de agua fue utilizada para el desarrollo de la segunda y cuarta etapa, mientras que el agua de tipo industrial proveniente de una lavandería industrial, fue utilizada únicamente en la tercera etapa de la experimentación.

En la figura 3.1, se puede observar en forma de diagrama de bloques, las distintas etapas de que consistió la evaluación descrita anteriormente.

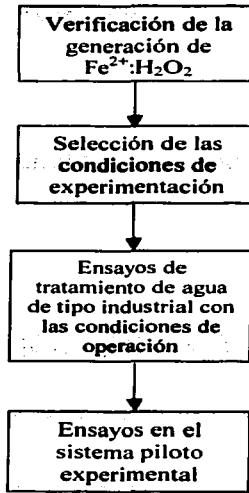


Figura 3.1 Etapas experimentales

En la figura 3.2 se detallan dichas etapas experimentales.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

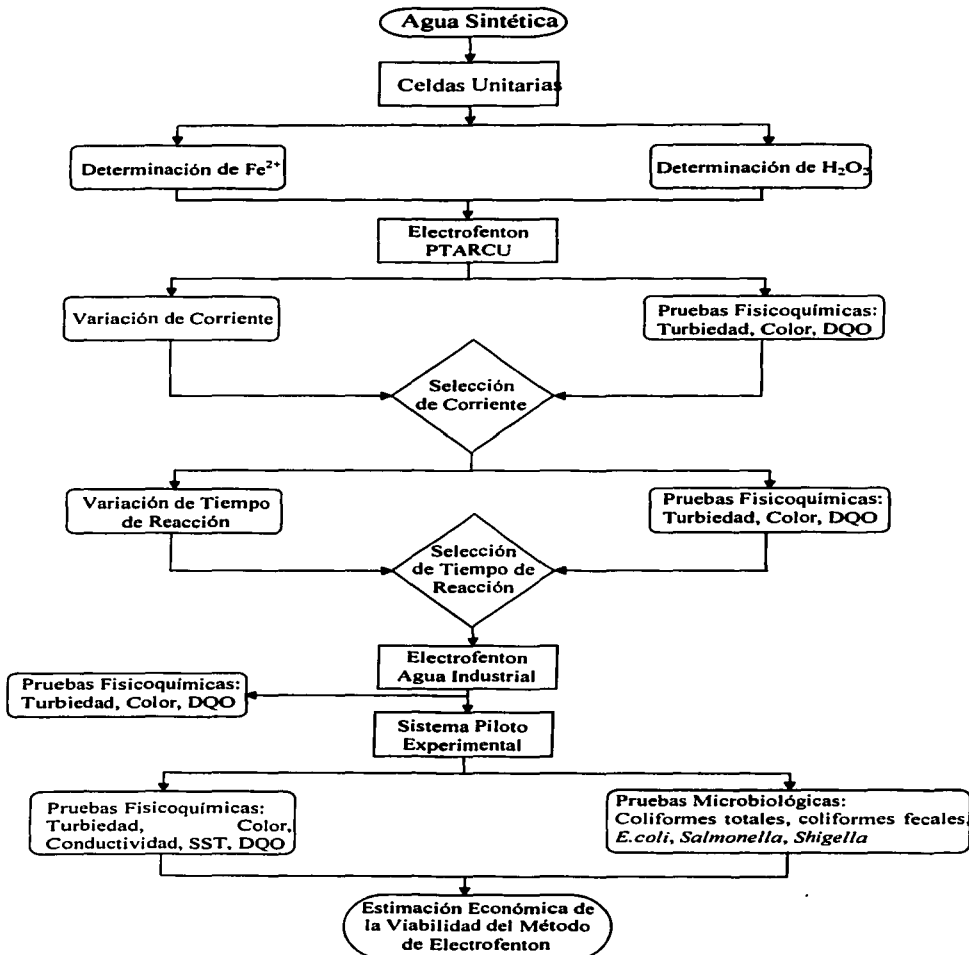


Figura 3.2 Diagrama de flujo de las diferentes etapas de la metodología experimental

3.1 DETERMINACIÓN DE LA GENERACIÓN DE Fe^{2+} : H_2O_2

En la primera etapa de la metodología experimental, para tener evidencias de la generación de las dos especies necesarias para que la reacción de Fenton se lleve a cabo, se realizaron las pruebas fisicoquímicas por duplicado correspondientes del agua sintética utilizada para determinar la generación de Fe^{2+} : H_2O_2 , probando con diferentes tiempos de reacción en celdas unitarias (Figura 3.3).

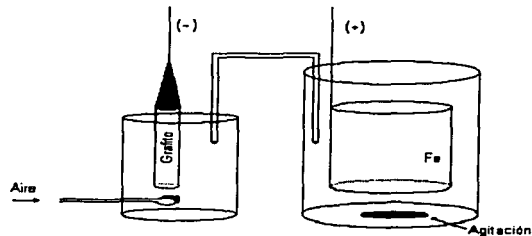


Figura 3.3. Diagrama esquemático de las celdas electroquímicas unitarias.

3.2 DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN

En la segunda etapa, una vez que se hubo comprobado la generación de las especies involucradas Fe^{2+} : H_2O_2 , se procedió a determinar las condiciones de operación de la celda electroquímica, esto se llevó a cabo realizando pruebas variando el amperaje aplicado a la celda electroquímica en un sistema por lotes (Figura 3.4), y una vez determinado el amperaje se buscó el tiempo de reacción óptimo para a la cantidad de corriente seleccionada, cabe señalar que ambas determinaciones se realizaron de manera independiente y consecutiva. Las determinaciones fisicoquímicas se realizaron al igual que en la etapa anterior por duplicado, determinando con esto las condiciones de experimentación.

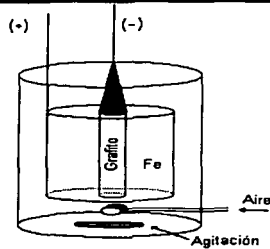


Figura 3.4. Diagrama esquemático de la celda electroquímica de 1.8 L

3.3 TRATAMIENTO DE AGUA DE TIPO INDUSTRIAL CON LAS CONDICIONES DE EXPERIMENTACIÓN SELECCIONADAS

En esta etapa experimental, se realizaron experimentos de depuración del agua de tipo industrial. Las condiciones experimentales fueron las mismas que se determinaron previamente en la etapa experimental anterior. Esto se debió a las limitaciones de amperaje que podía ser aplicado a la celda electroquímica (electrodeposición de hierro en el electrodo de grafito).

3.4 SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL

La última etapa de la experimentación fue la evaluación de un sistema en régimen continuo para el tratamiento de agua residual de tipo mixto, por lo cual se construyó un sistema piloto experimental (figura 3.5) a escala de laboratorio, en este sistema piloto se incluyen algunos equipos que no fueron utilizados en las anteriores etapas por lotes.

El sistema piloto experimental utilizado en este trabajo, se compone de los siguientes elementos:

- ◆ **Celda o Reactor Electroquímico:** Esta celda consiste en un vaso de vidrio Pyrex de 1.8 L de volumen útil, el cual contiene los electrodos de grafito y de hierro en un arreglo concéntrico, además de un sistema de alimentación de aire al electrodo de

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

grafito y ha sido provisto con dos entradas diametralmente opuestas, una inferior y otra superior, por las cuales entra el agua cruda y sale el agua tratada respectivamente.

- ◆ **Sedimentadores:** Se utilizaron dos sedimentadores, de tipo circular y de una capacidad de 3.25 L c/u. En ellos se separan por gravedad los lodos producidos en la celda o reactor electroquímico, dichos lodos se recolectan en el fondo. Ambos sedimentadores tienen una salida en la parte superior para el agua clarificada.
- ◆ **Filtro de Arena:** El agua clarificada se recibe en un filtro de arena cilíndrico (arena sílica, diámetro promedio), el cual utiliza tezontle como soporte.
- ◆ **Bombas Peristálticas:** Este sistema piloto cuenta con una bomba peristáltica, la cual alimenta el agua cruda.
- ◆ **Bombas de Diafragma:** El sistema experimental cuenta con una bomba de diafragma que es utilizada para el sistema de alimentación de aire con que cuenta la celda electroquímica.

Tabla 3.1 Elementos del sistema piloto experimental

Elemento	Dimensiones (m)	Volumen (L)	Tiempo de Residencia (min)
Celda o Reactor Electroquímico	H=0.18 D=0.12	2.0	30
Sedimentadores	H=0.65 D=0.07	3.25	49
Filtro de Arena	H=1.10 D=0.05	1.5	23
Altura del lecho de Arena	0.79	1.07	----

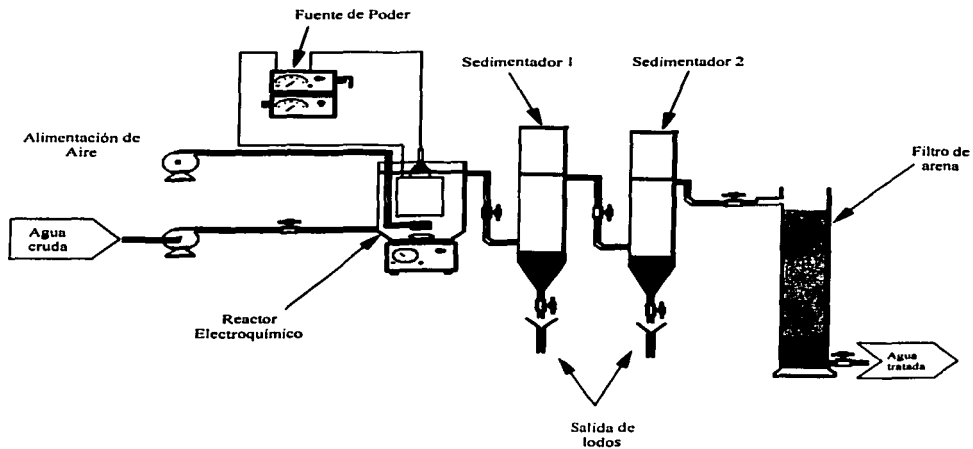


Figura 3.5 Diagrama esquemático del sistema piloto experimental.

La evaluación del sistema piloto experimental se realizó tomando muestras de la entrada de agua residual y las distintas etapas de las que se compone el tren de tratamiento hasta la salida del agua tratada. En la tabla 3.2 se puede observar a manera de resumen los puntos de muestreo del sistema piloto experimental.

Tabla 3.2 Puntos de muestreo del sistema piloto experimental.

Orden de Muestreo	Ubicación
1	Influente de agua cruda
2	Reactor electroquímico
3	Salida del reactor electroquímico
4	Salida primer sedimentador
5	Salida segundo sedimentador
6	Salida filtro de arena

Las condiciones de operación del sistema piloto experimental se seleccionaron previamente de acuerdo con los resultados obtenidos en las etapas experimentales por lotes realizadas

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

anteriormente. Todas las pruebas realizadas con este sistema se llevaron a cabo con las condiciones óptimas seleccionadas.

Todos los análisis del agua cruda y tratada se realizaron con las técnicas analíticas recomendadas por las normas técnicas mexicanas que se presentan en la tabla 3.3 y por los métodos estándar (APHA, 1992).

Tabla 3.3 Normas mexicanas de referencia para la caracterización fisicoquímica.

Norma	Título	Fecha de publicación en SEDOF
NMX-AA-003-1980	Aguas residuales - Muestreo	25 de marzo de 1980
NMX-AA-042-1987	Calidad del Agua - Determinación del Número Más Probable (NMP) de Coliformes Totales, Coliformes Fecales (Termotolerantes) Y <i>Escherichia Coli</i> Presuntiva	22 de Junio de 1987
NMX-AA-007-SCFI-2000	Análisis de Agua - Determinación de la Temperatura en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de Prueba	18 de Diciembre de 2000
NMX-AA-008-SCFI-2000	Análisis de Aguas - Determinación de pH – Método de Prueba	18 de Diciembre de 2000
NMX-AA-093-SCFI-2000	Análisis de Agua - Determinación de la Conductividad Electrolítica - Método De Prueba	18 de Diciembre de 2000
NMX-AA-030-SCFI-2001	Análisis de Agua - Determinación de la Demanda Química de Oxígeno en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de Prueba	17 de Abril de 2001
NMX-AA-034-SCFI-2001	Análisis de Agua - Determinación de Sólidos y Sales Disueltas en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método De Prueba	01 de Agosto de 2001
NMX-AA-038-SCFI-2001	Análisis de Agua - Determinación de Turbiedad en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas – Método de Prueba	01 de Agosto de 2001
NMX-AA-045-SCFI-2001	Análisis de Agua - Determinación de Color Platino Cobalto en Aguas Naturales, Residuales y Residuales Tratadas - Método de Prueba	01 de Agosto de 2001

3.1 METODOLOGÍA DE MUESTREO

El objetivo del muestreo es recolectar una porción de material lo suficientemente pequeña en volumen, para ser transportada y manejada convenientemente en el laboratorio, mientras

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

represente correctamente a dicho material. Estas muestras deben ser manejadas de tal forma que no habrá cambios significativos en la composición antes que se realicen las pruebas.

Las aguas residuales que se estudiaron fueron colectadas en la planta de tratamiento de Ciudad Universitaria. Esta agua residuales son consideradas de tipo mixto porque resultan de la mezcla de agua residual de tipo doméstico e industrial.

En el caso del agua residual de tipo industrial, el agua proviene de la compañía "Lavatip", dicha empresa es una lavandería dedicada por completo a dar este servicio a casas de banquetes.

El punto de muestreo seleccionado para el caso del agua proveniente de PTARCU, fue el colector principal una vez que se han eliminado del agua los sólidos gruesos, mientras que para el agua proveniente de la lavandería el punto de muestreo seleccionado fue una cisterna a la cual llega toda el agua residual de los diferentes procesos de lavado. El muestreo, en ambos casos, se realizó de acuerdo a la norma mexicana NMX-AA-003-1980.

Los pasos a seguir para el muestreo fueron los siguientes:

Se tomaron muestras en el centro del colector. Se seleccionó el lugar en donde el flujo es turbulento a fin de asegurar un buen mezclado. En el caso del agua de tipo industrial la toma de muestras se llevó a cabo en el centro de la cisterna. En ambos casos, se emplearon bidones de plástico de 20 L de capacidad, los cuales fueron enjuagados repetidas veces con el agua por muestrear antes de efectuar el muestreo. Las muestras se conservaron en refrigeración a una temperatura de 277 K (4°C). El intervalo entre la extracción de la muestra y su análisis fue menor de 24 horas.

Con la finalidad utilizar agua con las mismas características y no alterar los resultados, la cantidad recolectada en cada muestreo fue la suficiente para llevar a cabo varias series experimentales, por tal motivo, se recolectaron como mínimo 20 L de agua para el sistema por lotes y 60 L de agua para el sistema en continuo.

3.2 METODOLOGÍAS ANALÍTICAS

A continuación se mencionan los parámetros evaluados en el agua recolectada y tratada en las diferentes etapas del desarrollo experimental.

- *Temperatura*
- *pH*
- *Turbiedad*
- *Conductividad*
- *Color*
- *Demanda química de oxígeno*
- *Sólidos sedimentables totales*

3.2.1 Temperatura

Sumergir el termómetro de mercurio para uso rutinario, en posición centrada en el recipiente. Imprimir ligeros movimientos circulares hasta que la lectura del termómetro se estabilice.

3.2.2 pH

En la determinación del pH de la muestra problema se utilizó un potenciómetro ORION 720-A, previamente calibrado. Se determina el pH de la muestra por inmersión directa del electrodo del potenciómetro.

3.2.3 Turbiedad

Para la determinación de este parámetro se utilizó un turbidímetro Orbeco-Hellige 996. La metodología consiste únicamente en seleccionar la escala mas adecuada para la determinación que se lleve a cabo, llenar la celda del equipo con 20 mL de muestra

problema, agitar vigorosamente e introducirla en el aparato, el cual está calibrado y ajustado a cero desde fábrica.

3.2.4 Conductividad

En la determinación del pH de la muestra problema se utilizó un potenciómetro ORION 720-A, previamente calibrado. Se determina la conductividad de la muestra por inmersión directa del electrodo del potenciómetro.

3.2.5 Color

En la determinación de color se recurrió a un aparato especializado en la determinación de color, el cual fue un colorímetro HANNA HI93727.

La calibración se realiza con un blanco de agua destilada. Posteriormente se introduce la celda de tal forma que la marca de esta coincida con la cuña marcada en el equipo y se efectúa la lectura.

3.2.6 Demanda Química de Oxígeno

El parámetro más importante del desarrollo experimental es la Demanda Química de Oxígeno (DQO), ya que fue a partir de este parámetro que se determinó la eficiencia de los procesos de tratamiento siendo por lo tanto, el parámetro determinante en la selección de las condiciones de tratamiento.

Se utiliza para la determinación de la DQO un equipo de análisis Spectroquant NOVA 60, para ello es necesario colocar en la celda 0.3mL de la solución A, y 2.85mL de la solución B (Merck, método No 023), agitar por medio de balanceo. Añadir con pipeta 2mL de la muestra cuidadosamente en la cubeta, cerrar firmemente con tapa roscada y mezclar intensamente. (Con cuidado ya que la cubeta se calienta mucho).

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

Calentar la cubeta de reacción durante 2 horas a 148 °C. Después de enfriar durante unos 10 minutos, agitar otra vez la cubeta por balanceo.

Dejar enfriar hasta temperatura ambiente. Finalmente, colocar la cubeta en el compartimento para cubetas del equipo, el cual nos dará la lectura directa del DQO.

El equipo antes descrito fue utilizado únicamente en el desarrollo de las pruebas preliminares, ya que para el resto de la experimentación se utilizó la técnica micro de reflujo cerrado, utilizando dicromato de potasio como agente oxidante.

Esta técnica consiste en tomar 2 mL de muestra (agua residual cruda o tratada) en un tubo de ensayo y agregar 3 mL de una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4)/sulfato de plata (Ag_2SO_4) y 1 mL de la solución de digestión; se tapa firmemente y se agita perfectamente con cuidado, ya que se calienta, posteriormente se meten los tubos de las muestras con un blanco de agua destilada a la estufa a 165°C (NMX-AA-030-SCFI-2001) para llevar a cabo la digestión a reflujo cerrado durante 30 min.

Una vez terminada la digestión se dejan enfriar los tubos hasta temperatura ambiente y se efectúa el análisis colorimétrico, el cual se realizó en un espectrofotómetro Spectronic 21D, empleado para ello una longitud de onda de 600 nm.

3.2.7 Sólidos Suspendidos Totales

En función de la cantidad de sólidos presentes, se toma una cantidad de muestra que contenga aproximadamente 25 mg de sólidos suspendidos. La muestra filtrada se seca en la estufa a una temperatura de 376 K - 378 K (103 - 105 °C) hasta peso constante; se enfría hasta temperatura ambiente en un desecador y se determina su masa (APHA, 1992).

3.2.8 Peróxido de Hidrógeno

Para el peróxido de hidrógeno se realizó una determinación indirecta de la presencia de éste utilizando KMnO_4 .

La técnica consistió en tomar una muestra suficiente de la solución de KMnO_4 de una de las celdas unitarias, para realizar un análisis colorimétrico, el cual se realizó en un espectrofotómetro Spectronic 21D, empleado para ello una longitud de onda de 525nm, se ajusta a cero con un blanco y se lee la absorbancia de cada muestra problema.

Para determinar la concentración de KMnO_4 se elaboró previamente una curva de calibración utilizando muestras de concentración conocida, para ello se utilizó una solución de KMnO_4 previamente estandarizada con un patrón primario (SSA, 2000).

3.2.9 Hierro II

Para realizar la determinación de hierro II se utilizó el método de fenantrolina. Para lo cual se utilizó un espectrofotómetro Spectronic 21D, empleando una longitud de onda de 515 nm.

La técnica consiste en colocar una alícuota de 25 mL en un matraz aforado de 50 mL y agregar 0.5 mL de clorhidrato de hidroxilamina al 10%, 2.5 mL de o-fenantrolina al 0.1% y 4.0 mL de acetato de sodio al 10%. A continuación se completa hasta la marca y se lee la absorbancia en el espectrofotómetro previamente ajustado a cero con un blanco.

Al igual que en el caso del KMnO_4 , para la determinación de Hierro II, también se construyó una curva de calibración utilizando muestras de concentración conocida.

3.3 PRUEBAS MICROBIOLÓGICAS

La metodología empleada para estas pruebas está basada en la norma mexicana NMX-AA-042-1987 " Calidad del Agua - Determinación del Número Más Probable (NMP) de Coliformes Totales, Coliformes Fecales (Termotolerantes) Y *Escherichia Coli* Presuntiva" (publicada en el D.O.F. el 28 de Agosto de 1987) en los métodos estándar para el análisis de agua potable y residual (APHA, 1992 y 1998).

La esterilización es una etapa primordial para obtener resultados satisfactorios, por tal motivo es necesario que todo el material de vidrio, el agua de dilución y los medios de cultivo sean esterilizados, para tal efecto, se utilizó un autoclave Equipar Thermolyne, la cual utiliza el sistema de esterilización de calor húmedo. El efecto esterilizante se logra a una temperatura de 121°C y una presión de 1.5 psi (1.1 kg/cm²) durante un período de 15 min.

Cabe señalar que fueron utilizadas cajas de Petri desechables estériles para la realización de estas pruebas por lo cual no fue necesario esterilizarlas.

El agua de dilución es preparada, agregando 1g de Peptona a un litro de agua destilada. Para cada dilución que se vaya a preparar se vierten 100 mL de agua de dilución en un matraz Erlenmeyer de 250 mL y se tapa con un tapón de algodón y gasa para evitar cualquier contaminación. Esta agua de dilución debe esterilizarse junto con el resto del material.

3.3.1 Preparación de los Medios de Cultivo

De acuerdo con lo mencionado anteriormente, las pruebas que se realizaron fueron las siguientes:

- Coliformes totales
- Coliformes fecales

- *Escherichia coli*
- *Salmonella*
- *Shigella*

Para lo cual fueron empleados diversos medios de cultivo selectivos para cada microorganismo, dichos medios fueron preparados de acuerdo a las especificaciones del fabricante.

3.3.2 Técnica Para la Cuenta en Placa

Trabajar en condiciones estériles (desinfectar la mesa y trabajar cerca de la llama de un mechero). Usar una pipeta estéril diferente para transferir cada dilución. Cuando se tome la muestra, no introducir la pipeta más de 2.5 cm debajo de la superficie de la muestra o dilución.

Colocar con la pipeta el volumen de muestra o dilución seleccionada en una caja de Petri estéril. Preparar por lo menos otras dos cajas por cada dilución de muestra usada.

Verter de 10 a 12 mL del medio fundido a 44 - 46 °C dentro de la caja. Mezclar por rotación, moviendo suavemente en forma de ocho, teniendo cuidado de no mojar el borde de la caja. Dejar solidificar durante 10 minutos, sobre una superficie plana; después invertir la caja y colocarla en la incubadora.

Contar todas las colonias. Si la cuenta debe aplazarse temporalmente, almacenar las cajas a 5 - 10°C durante un período menor a 24 horas, pero procurar evitar esto. Es preferible utilizar un equipo cuentacolonia.

Generalmente no es deseable sembrar más de 1 mL de agua en una placa; sin embargo, cuando el número total de colonias desarrolladas en la caja de 1 mL es menor a 30, es necesario usar un volumen mayor de muestra. Con esta excepción, sólo placas que

muestren de 30 a 300 colonias deben considerarse en la determinación de la cuenta en placa.

Registrar la cuenta de bacterias por mililitro mediante la multiplicación del número promedio de colonias en caja placa por la dilución usada.

Registrar como cuenta estándar en placa por mL. Si todas las placas tienen más de 300 colonias, usar la placa que tenga la cuenta más cercana a 300 colonias. Si ninguna de las placas tiene colonias reportar la cuenta como menor a 1 multiplicada por la dilución más baja (SARH, 1980).

3.3.3 Prueba de Coliformes

La prueba estándar para el grupo de coliformes se puede realizar utilizando ya sea la técnica de tubos múltiples o la técnica de filtro de membrana. El procedimiento completo de la fermentación de tubos múltiples para coliformes totales involucra tres fases, identificadas como prueba presuntiva, confirmativa y completa. La prueba presuntiva está basada en la habilidad del grupo de los coliformes de fermentar caldo lactosado y producir gas. La prueba confirmativa consiste en el crecimiento de cultivos de bacterias coliformes de la prueba presuntiva en un medio que suprime el crecimiento de otros organismos. La prueba completa está basada en la habilidad de los cultivos que han crecido en la prueba confirmativa de fermentar nuevamente caldo lactosado. Para análisis de rutina de agua residual, solamente las pruebas presuntivas son realizadas (Metcalf y Eddy, 1991).

- Prueba Presuntiva

La cantidad y concentración del medio están de acuerdo con el volumen de muestra.

Inocular una serie de tubos de fermentación que tengan caldo lactosado o caldo lauril triptosa, con cantidades apropiadas de la muestra que se va a analizar (múltiplos y

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

submúltiplos de 1 mL). Mezclar con cuidado. Incubar a 35 ± 0.5 °C los tubos de fermentación inoculados.

Examinar cada tubo a las 24 ± 2 horas. Agitándolos suavemente antes de examinarlos. Los tubos que presenten formación de gas se consideran positivos. Los tubos que no presenten formación de gas se reincuban otras 24 ± 2 horas.

La formación de gas dentro de 48 ± 3 horas, constituye una prueba presuntiva positiva y da un indicio de la presencia de coliformes.

La ausencia de gas al final de 48 ± 3 horas, indicará una prueba negativa, es decir ausencia de coliformes y por lo tanto el análisis quedará concluido (SARH, 1980).

- Prueba Confirmativa

Los tubos positivos de la prueba presuntiva se resiembran con un asa de siembra o con un aplicador de madera, en caldo lactosado bilis verde brillante (LBvB) y se incuban a 35 ± 0.5 °C.

Examinar cada tubo a las 24 ± 2 horas. Los tubos que presentan formación de gas se consideran positivos. Los que no presenten formación de gas se incuban otras 24 ± 2 horas.

La formación de gas dentro de 48 ± 3 horas, constituye una prueba confirmativa de la presencia de coliformes.

La ausencia de gas al final de 48 ± 3 horas, indicará la ausencia del grupo coliforme.

Cuando hay 3 o más tubos positivos por cada dilución (mínimo 3 diluciones), a las 24 horas de la prueba presuntiva, se pueden sembrar sólo los tubos positivos de las dos últimas diluciones (las que tienen menos muestra), para hacer la prueba confirmativa;

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

para efectuar las lecturas se considerarán positivos en la prueba confirmativa tubos positivos de las diluciones no resembradas, aunque den negativos los que si se resembraron para la confirmativa.

En caso de que se vuelvan positivos los tubos negativos de 24 h de la prueba presuntiva, entonces sí se deben resembrar todos los tubos que hayan cambiado a positivos a las 48h.

Si se tiene menos de 3 tubos por cada dilución en la prueba presuntiva, o si se realizaron menos de 3 diluciones, se deben resembrar todos los tubos para la prueba confirmativa (SARH, 1980).

- Prueba Completa

De los tubos positivos de LBvB resembrar con un asa por estrias en cajas con medio EAM, medio gelosa Endo, incubar a 35 ± 0.5 °C y hacer observaciones a las 24 ± 2 horas. Sembrar una o más cajas por cada tubo positivo. La presencia de colonias típicas (nucleadas con o sin brillo metálico), se considera como una prueba positiva (SARH, 1980).

3.3.4 Prueba de coliformes fecales

Esta prueba se realiza utilizando como medio de cultivo una mezcla de caldo EC y agar bacteriológico usando la técnica para cuenta en placa incubando a 44.5 ± 0.5 °C por un período de 48 ± 3 horas.

3.3.5 Prueba de *E. coli*

Esta prueba se realiza utilizando como medio de cultivo agar EMB, usando la técnica para cuenta en placa incubando a 35.0 ± 0.5 °C por un período de 48 ± 3 horas.

3.3.6 Prueba de Salmonella y Shigella

Esta prueba se realiza utilizando como medio de cultivo agar para *Salmonella* y *Shigella*, usando la técnica para cuenta en placa incubando a 35.0 ± 0.5 °C por un período de 48 ± 3 horas.

3.4 CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL CRUDA

Los parámetros de comparación de todo tratamiento de agua son sin duda las características del agua tratada con respecto del agua cruda, por tal motivo los análisis tanto fisicoquímicos como microbiológicos realizados al agua cruda, proporcionarán el material suficiente para poder llegar a una conclusión acerca del trabajo experimental

3.5 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL PARA EL MÉTODO DE FENTON ELECTROGENERADO

La primera parte del presente trabajo fue realizada con agua sintética a nivel laboratorio y en régimen discontinuo en celdas unitarias, las cuales, contenían volúmenes útiles de 0.8 y 0.2 L respectivamente, en la primera de ellas se colocó un electrodo de hierro con un área efectiva de 289.4 cm^2 , contaba además con un agitador magnético para asegurar la homogeneización de la mezcla, la segunda contenía un electrodo de grafito con un área efectiva de 6.6 cm^2 y alimentación de aire suficiente sobre el electrodo para asegurar la producción de peróxido de hidrógeno, el cual además proporcionaba la agitación necesaria para mantener la mezcla homogénea. Ambas celdas se encontraban unidas por un puente salino de agar-agar, el cual contenía KNO_3 como electrolito.

Una de las variables que más influyen en la eficiencia de este experimento es el paso de corriente a través del puente salino, el cual permite un paso de corriente de 0.2 A, haciendo las veces de resistencia, motivo por el cual es necesario vigilar la temperatura del puente salino con el fin de mantener la consistencia del agar y evitar que el puente salino se deshaga. Se consideraron como variables de estudio la concentración de Hierro II y

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

KMnO_4 , de acuerdo con la reacción del peróxido de hidrógeno con el permanganato de potasio, la reacción se lleva a cabo en medio ácido, por tal motivo el pH se fijó en 3.5.

La técnica experimental fue la siguiente: Se utilizó agua desionizada, previamente puesta a temperatura ambiente, a $\text{pH} = 3.5$, ajustado por adición de ácido sulfúrico 0.1 N o hidróxido de sodio 0.1 N bajo agitación constante a 100 r.p.m. Se agregan 2 mL de KMnO_4 0.1N a la celda de 0.2 L y se coloca dentro de ella el dispersor de aire y el electrodo de grafito, este último se conecta a la fuente de poder al polo negativo. En la celda de 0.8 L se coloca el electrodo de hierro y se conecta a la fuente de poder en el polo positivo.

La segunda parte de este trabajo fue realizada con agua residual de tipo mixto a nivel laboratorio y a régimen discontinuo en una celda sin división de volumen útil de 1.8 L, la cual contaba con alimentación de aire y un agitador magnético para asegurar la homogeneización de la mezcla reaccionante.

Las variables que influyen en el tratamiento incluyen a aquellas relacionadas con el método Fenton, las características del agua a tratar y las condiciones de la celda electroquímica. Se consideraron como variables de estudio la cantidad de corriente y el tiempo de reacción. Se ha reportado que el pH óptimo para la reacción de Fenton se encuentra alrededor de 3.5 (Barbeni *et al.*, 1987; Watts *et al.*, 1990; Sedlak y Andren, 1991; Kuo, 1992; Potter y Roth, 1993; Venkatadri y Peters, 1993; Lin y Peng, 1995), por tal razón el pH del agua se fijó a 3.5.

La técnica experimental fue la siguiente: A 1.8 litros de agua residual cruda, previamente puesta a temperatura ambiente, se le ajusta el pH a 3.5 por adición de ácido sulfúrico 0.1N o hidróxido de sodio 0.1N bajo agitación constante a 100 r.p.m. Posteriormente se sumerge el electrodo de hierro con un área efectiva de 289.4 cm^2 , dicho electrodo es cilíndrico, de manera que pueda ser colocado en el centro el electrodo de grafito, el cual tiene un área efectiva de 35.8 cm^2 , finalmente se ajusta la corriente.

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

La tercera etapa experimental de este trabajo fue realizada con agua residual de tipo industrial a nivel laboratorio y a régimen discontinuo en una celda sin división de volumen útil de 1.8 L, la cual contaba al igual que la etapa anterior con alimentación de aire y un agitador magnético para asegurar la homogeneización de la mezcla reaccionante. De igual manera, tanto las variables como las condiciones de operación fueron las mencionadas anteriormente.

La cuarta y última etapa de este trabajo fue realizada con el sistema piloto experimental, el cual se llevó a cabo con agua residual de tipo mixto a régimen permanente como ya se ha mencionado con anterioridad utilizando la misma celda de 1.8 L y las mismas variables de operación tal como se describe en las etapas anteriores, adicionalmente se agregan al sistema dos sedimentadores y un filtro de arena.

La técnica experimental fue la siguiente: A 60 L de agua residual cruda a temperatura ambiente, se le ajusta el pH a 3.5 por adición de ácido sulfúrico 0.1N o hidróxido de sodio 0.1N bajo agitación constante a 100 r.p.m. Posteriormente se ajusta el flujo de acuerdo con el tiempo de residencia fijado para el reactor electroquímico tal como se utilizó en las etapas previas, finalmente se ajusta la corriente.

3.5.1 Selección de Electroodos

El criterio de selección de los electrodos se basa en las siguientes premisas:

Electrodo de grafito: Se necesitaba un electrodo inerte el cual llevara a un término medio la electrólisis del oxígeno y que no llevara a obtener como producto agua pura. Es posible utilizar un electrodo de platino en lugar del electrodo propuesto, sin embargo el costo elevado de este material y el hecho que puede conducir hasta el producto final de la reacción electroquímica hace quede descartado.

Electrodo de hierro: Para este se utilizó un acero dulce (de carácter comercial) ya que presenta un 98% de hierro. El hierro a pesar de que la disponibilidad de este material es

muy alta, su comercialización como material puro es muy rara, normalmente se encuentra como aleaciones con otros materiales.

3.5.2 Estimación de la corriente teórica

Para calcular la corriente necesaria que se debe aplicar a la celda se parte de la cantidad conocida de peróxido de hidrógeno necesario (González-Lorenzo, 2001) para un litro de agua, y del volumen a tratar.

La celda tiene una capacidad de 1.8 L por lo tanto la cantidad de H₂O₂ requerida es:

$$1.8L \cdot \left(\frac{25mgH_2O_2}{L} \right) = 45mgH_2O_2 \quad (3.1)$$

El peso molecular del peróxido es de 34 g/mol, con base en la Ley de Faraday “*La masa de producto formado o consumido en la reacción es proporcional a la cantidad de electricidad transferida al mismo*”; se sabe que para producir una mol de H₂O₂ se requieren 2F, los Coulombs necesarios se calculan con la siguiente expresión.

$$C = \frac{0.045gH_2O_2}{\left(\frac{1F}{96500C} \right) \left(\frac{1molH_2O_2}{2F} \right) \left(\frac{34gH_2O_2}{1molH_2O_2} \right)} = 255.441C \quad (3.2)$$

Como la fuente de poder utilizada proporciona sólo unidades de A, la carga fue seleccionada utilizando la tabla 3.4.

Tabla 3.4 Cantidad de corriente necesaria para obtener la carga correspondiente en función del tiempo de reacción

Corriente (A)	Tiempo (min)
4	64
3.5	73
3	85
2.5	102
2	128
1.5	170
1	255
0.5	511

Estos valores se obtuvieron utilizando la siguiente ecuación:

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

$$C = A * \text{min} * \frac{60s}{1\text{min}} * \frac{1C}{1A_s} \quad (3.3)$$

Para la generación de iones ferrosos no es necesario volver a calcular esto, ya que la reacción es estequiométrica y los mismos dos Faradios que generan al mol de peróxido también generarán 1 mol de Fe^{2+} . La cantidad de hierro oxidado es la siguiente:

$$\text{mg Fe}^{2+} = 255.441C \left(\frac{1F}{96500C} \right) \left(\frac{1\text{molH}_2\text{O}_2}{2F} \right) \left(\frac{55.85\text{gH}_2\text{O}_2}{1\text{molH}_2\text{O}_2} \right) = 73.92\text{mg} \quad (3.4)$$

Cabe mencionar que estos cálculos son de referencia teórica para estimar el tiempo de generación de las especies en cuestión, ya que el tiempo de residencia se obtiene con base en barridos de amperaje con los cuales también es posible determinar el punto de mayor eficiencia.

3.5.3 Tiempo de residencia

Como ya se mencionó anteriormente el tiempo de residencia del agua en la celda es determinado experimentalmente mediante una secuencia de barridos de amperaje contra los valores residuales de Color, turbiedad y DQO en los tiempos de generación de las químicas involucradas antes presentadas, con lo cual se encuentra el amperaje óptimo. Posteriormente, con el amperaje óptimo se realiza un análisis A vs t, determinando así el tiempo óptimo de depuración del agua.

3.6 PLAN DE EXPERIMENTOS PARA EL MÉTODO DE FENTON ELECTROGENERADO

3.6.1 Determinación de la generación de $\text{Fe}^{2+}:\text{H}_2\text{O}_2$

Para poder asegurar que en la celda se obtienen las especies necesarias ($\text{Fe}^{2+}:\text{H}_2\text{O}_2$) para que la reacción de Fenton se lleve a cabo es importante determinar su generación. Así en la primera etapa de este método, se determinó la generación de ambos reactivos.

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

Se utilizaron celdas unitarias para la generación tanto de peróxido de hidrógeno, como de hierro II, las celdas se encuentran unidas por un puente salino de agar-agar. De acuerdo con la literatura en el peróxido de hidrógeno reacciona con el permanganato de potasio en medio ácido (Bermejo, 1991). Sin embargo, debido a la inestabilidad del peróxido de hidrógeno resulta poco confiable la determinación de éste después del tiempo de reacción, por tal motivo se agregó el permanganato de potasio a la solución con la finalidad de que el peróxido de hidrógeno generado reaccionase con el permanganato presente en la solución, de tal manera que se pudiera determinar la generación de peróxido de hidrógeno por la pérdida de permanganato de potasio.

Se efectuaron 3 corridas experimentales, en todas ellas se determinaron la concentración de KMnO_4 y Fe^{2+} . Antes de realizar dichas determinaciones, se realizaron pruebas para determinar si alguna condición externa podría intervenir en la generación de las dos especies mencionadas.

3.6.2 Determinación de las condiciones de operación

Una vez determinada la generación de las especies involucradas en la reacción de Fenton, se realizaron varios ensayos con diferentes corrientes y en un amplio intervalo de tiempo.

Con el objetivo de determinar las mejores condiciones se realizaron corridas experimentales con agua residual de tipo mixto en un intervalo de valores de corriente de 0.2 a 1.0 A y con el tiempo de generación de especies químicas involucradas antes presentados, a media hora y 1 hora de operación. En todas las corridas se analizaron tanto en el agua residual cruda y en el agua tratada los siguientes parámetros:

- *Turbiedad*
- *Color*
- *Demanda química de oxígeno*

Basándose en el análisis de los resultados, se determinó la mejor alternativa de amperaje con la que se obtiene una mayor eficiencia de depuración.

Posteriormente, con el amperaje seleccionado se realiza un análisis de su actividad depurativa en intervalos de tiempo más estrechos ($c/5$ min. durante una hora), durante los cuales se realizan los mismos análisis que el paso anterior y de esta manera se obtiene el tiempo óptimo de trabajo en la celda.

3.6.3 Tratamiento de Agua Residual de Tipo Industrial

Para determinar la viabilidad del reactivo de Fenton electrogenerado aplicado al tratamiento de agua residual de tipo industrial, se realizaron ensayos utilizando las condiciones de tratamiento seleccionadas para el agua residual de tipo mixto.

De acuerdo con lo anterior el tratamiento del agua residual industrial utilizando el reactivo de Fenton electrogenerado se llevó a cabo a 1.0 A y en un intervalo de tiempo de 5 a 60 minutos. En todas las corridas se analizaron tanto en el agua residual cruda y en el agua tratada los siguientes parámetros:

- *Turbiedad*
- *Color*
- *Demanda química de oxígeno*

3.6.4 Sistema Piloto Experimental

Con base en los resultados obtenidos en las etapas experimentales anteriores se determinaron las condiciones de operación para el sistema piloto diseñado para trabajar en continuo.

Las variables y las condiciones de operación de dicho sistema piloto son las mismas que en el sistema por lotes, de tal manera que únicamente se agregan al proceso los sistemas de

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

separación de lodos, manteniendo con esto una corriente de 1.0 A y un tiempo de residencia de 30 minutos en el reactor electroquímico y se realizaron adicionalmente pruebas microbiológicas. En todas las corridas se analizaron tanto en el agua residual cruda y en el agua tratada los siguientes parámetros:

- *Turbiedad*
- *Color*
- *Conductividad*
- *Demanda química de oxígeno*
- *SST*
- *Coliformes totales*
- *Coliformes fecales*
- *Escherichia coli*
- *Salmonella*
- *Shigella*

4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados, el análisis y la discusión de los mismos, correspondientes a cada una de las etapas experimentales, así como la caracterización del agua residual cruda.

Para comprender mejor los resultados, estos se presentan divididos en tres apartados:

- Generación de $\text{Fe}^{2+}:\text{H}_2\text{O}_2$
- Tratamiento de agua en un sistema por lotes
- Tratamiento de agua en un sistema continuo

En el primer apartado se muestran los resultados de la primera etapa experimental en la cual se determinaron los siguientes parámetros: Concentración de KMnO_4 y concentración de Fe^{2+} .

Se decidió presentar los resultados obtenidos en cada etapa experimental, por separado pues su metodología fue distinta y se consideró interesante analizar por separado lo que sucedió con estos parámetros.

Posteriormente se encuentran los resultados de las pruebas microbiológicas, las cuales solamente corresponden a la última etapa experimental.

Finalmente se presenta el análisis de los resultados generales de la electrogeneración del reactivo de Fenton y su aplicación al tratamiento de agua residual de tipo mixto e industrial y la discusión de los resultados.

4.1 CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL CRUDA

Con la caracterización del agua residual cruda proveniente de la Planta de Tratamiento de Agua de Ciudad Universitaria se pueden comparar las características del agua tratada para

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

dar seguimiento a la eficiencia del reactivo de Fenton electrogenerado en la remoción de los parámetros estudiados.

En la tabla 4.1 se presentan los resultados de los análisis de los parámetros fisicoquímicos del agua proveniente de la Planta de Tratamiento de Agua de Ciudad Universitaria (PTARCU) en cada uno de los muestreos realizados. Los parámetros que se midieron fueron: pH, temperatura, DQO, color, turbiedad, en la última fila se presentan los valores promedio de 11 muestreos.

Tabla 4.1 Características del agua cruda proveniente de la planta de tratamiento de agua residual de Ciudad Universitaria

Agua Residual Cruda Planta de Tratamiento de Agua de Ciudad Universitaria						
Muestreo	pH	Temp. (°C)	DQO (mg O ₂ /L)	Turbiedad (UTN)	Color (Pt-Co)	Objetivo
1	8.3	21	212	39.3	550	Selección de corriente
2	8.3	22	239	24.0	310	Selección de corriente
3	8.3	22	277	10.7	550	Selección de corriente
4	8.1	20	195	40.7	120	Selección de corriente
5	8.3	21	152	11.2	100	Selección de corriente
6	8.4	20	151	13.5	190	Selección de tiempo de reacción
7	8.3	22	160	13.3	220	Selección de tiempo de reacción
8	8.3	20	216	14.3	170	Selección de tiempo de reacción
9	8.3	20	412	69	350	Sistema piloto experimental
10	8.4	20	356	60.8	360	Sistema piloto experimental
11	8.2	20	310	67.9	370	Sistema piloto experimental
Promedio	8.3	21	244	33.2	299	

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

A partir de los resultados presentados en la tabla 4.1, se pueden observar valores muy elevados de DQO, turbiedad y color. Esto indica que se tratan de aguas muy contaminadas, con un alto contenido de materia orgánica, muy turbia y con mucho color. Dado que el pH promedio fue de 8.3, para la realización de los ensayos con el reactivo de Fenton electrogenerado fue necesario acidificar el agua a un pH de 3.5 con ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.1 N.

4.2 DETERMINACIÓN DE LA GENERACIÓN DE $Fe^{2+}:H_2O_2$

En la tabla 4.2 se presentan los resultados promedio de los parámetros de las corridas experimentales, que tuvieron como objetivo determinar la generación de las especies Fe^{2+} y H_2O_2 , esta tabla se complementa con la figura 4.1 y 4.2 en las que se presentan las tendencias de generación de Fe^{2+} y remoción de $KMnO_4$. La temperatura a la que se trabajó fue de 21°C.

Tabla 4.2 Cinética de generación de $Fe^{2+}:H_2O_2$

Experimento	Tiempo (s)	$KMnO_4$ (mmol L)	Fe^{2+} (mg L)
Inicio	0	3.52E+01	0.000
Inicio	0	3.53E+01	0.000
1	300	2.78E+01	0.900
1	300	2.79E+01	0.899
2	600	2.45E+01	0.905
2	600	2.45E+01	0.906
3	900	2.09E+01	0.937
3	900	2.10E+01	0.939
4	1200	1.74E+01	0.946
4	1200	1.75E+01	0.948
5	1500	1.18E+01	0.957
5	1500	1.17E+01	0.956

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

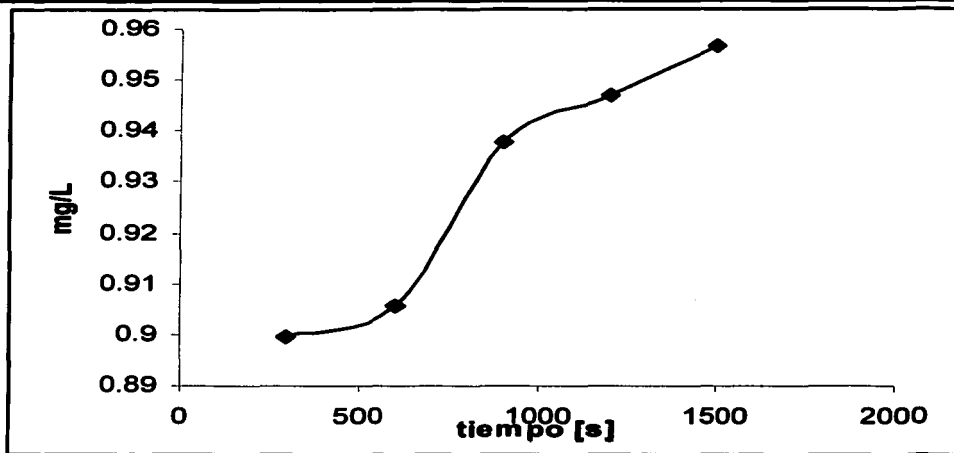


Figura 4.1 Tendencia de generación de Fe²⁺ con respecto al tiempo

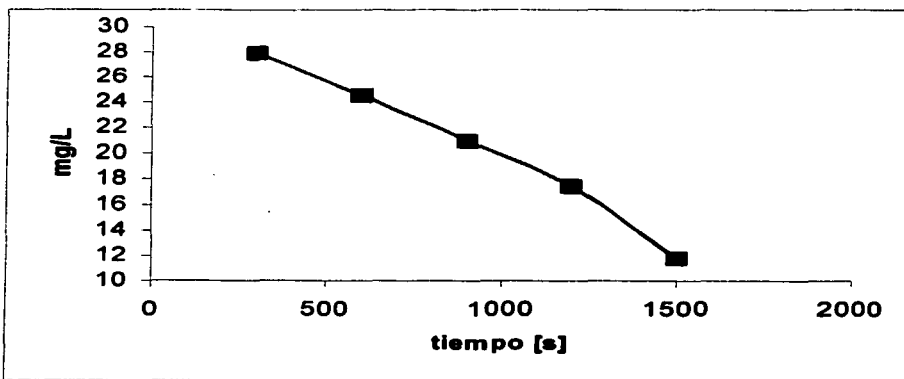


Figura 4.2 Tendencia de remoción de reacción del KMnO₄ (generación de H₂O₂) con respecto al tiempo

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 4.1 se puede observar como la producción de Fe^{2+} es muy rápida al inicio y posteriormente sólo aumenta ligeramente, lo anterior se debe a la rápida transición existente de Fe^{2+} a Fe^{3+} de tal manera que existe una cantidad creciente de Fe^{3+} , mientras que el Fe^{2+} permanece casi constante.

En la figura 4.2 se observa como la concentración inicial de KMnO_4 disminuye de forma gradual y de manera casi constante, lo que indica que existe producción de H_2O_2 de tal manera que al reaccionar con el KMnO_4 , éste es removido de acuerdo con la estequiometría de la reacción.

Con base en estos resultados se puede decir que existen evidencias suficientes para asegurar que las especies necesarias para que la reacción de Fenton se lleve a cabo se generan apropiadamente.

4.3 DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN

En la etapa anterior se determinó si las especies ($\text{Fe}^{2+}:\text{H}_2\text{O}_2$) requeridas para que la reacción de Fenton se lleve a cabo, eran electrogeneradas utilizando un electrodo de grafito con alimentación de aire y un electrodo de hierro, de acuerdo con los resultados obtenidos, a partir de esta etapa se utilizará una celda sin dividir y los electrodos antes mencionados.

En la tabla 4.3 se presentan los resultados promedio de los parámetros fisicoquímicos de las corridas experimentales, que tuvieron como objetivo determinar las mejores condiciones de corriente, esta tabla se complementa con las figuras 4.3 a 4.5 en las que se presentan los porcentajes de remoción de estos parámetros para las corrientes de prueba. La temperatura a la que se trabajó fue de 22°C .

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Tabla 4.3 Características promedio del agua tratada para determinar la corriente de tratamiento

Corriente (A)	Tiempo (min)	DQO (mg O ₂ /L)	Turbiedad (NTU)	Color (PCU)
0.2	21.3	191	29.80	495
0.2	30.0	191	15.90	455
0.2	60.0	150	12.36	430
0.4	10.6	236	43.00	550
0.4	30.0	144	46.80	550
0.4	60.0	173	11.35	170
0.6	7.1	220	58.90	550
0.6	30.0	137	36.90	550
0.6	60.0	126	10.65	240
0.8	5.3	133	17.38	200
0.8	30.0	106	2.48	0
0.8	60.0	85	2.61	20
1.0	4.3	123	22.55	250
1.0	30.0	55	24.85	20
1.0	60.0	46	1.35	0

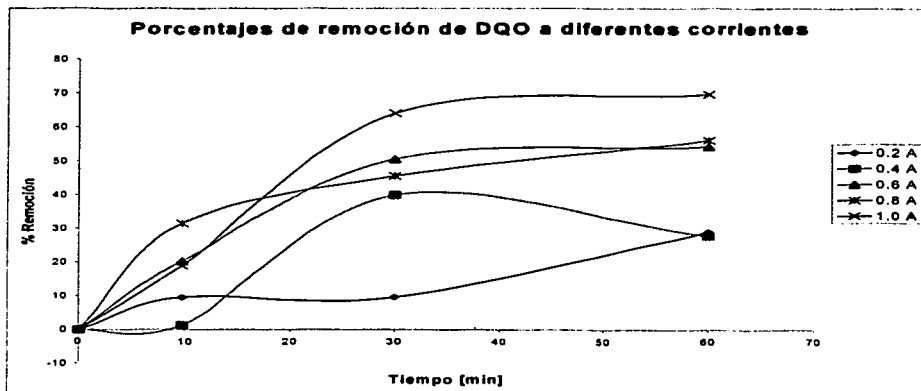


Figura 4.3 Porcentajes de remoción de DQO a diferentes valores de corriente.

En la figura 4.3, se observa la remoción de DQO utilizando corriente desde 0.2 A hasta 1.0 A en función del tiempo, de tal manera, que se puede obtener la cantidad necesaria de H_2O_2/Fe^{2+} en una cantidad diferente de tiempo para cada corriente seleccionada, de tal forma que para obtener la concentración recomendada de 25 mg/L (González, 2001;

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Aranda, 2002) es necesario un tiempo de reacción de 21.3 min y 4.3 min a 0.2 A y 1.0 A respectivamente. Sin embargo, la diferencia entre estas dos condiciones es notable, ya que al mismo tiempo de reacción, la remoción de DQO a 0.2 A es cercano a 10% y 54% para una corriente de 1.0 A. Estas diferencias entre la eficiencia teórica y experimental pueden ser atribuidas a las condiciones no ideales de la celda electroquímica, a la cantidad de compuestos presentes en el agua residual y las características de los electrodos. La mejor remoción de DQO (80%) se obtuvo con un tiempo de reacción de 60 min y una corriente eléctrica de 1.0 A.

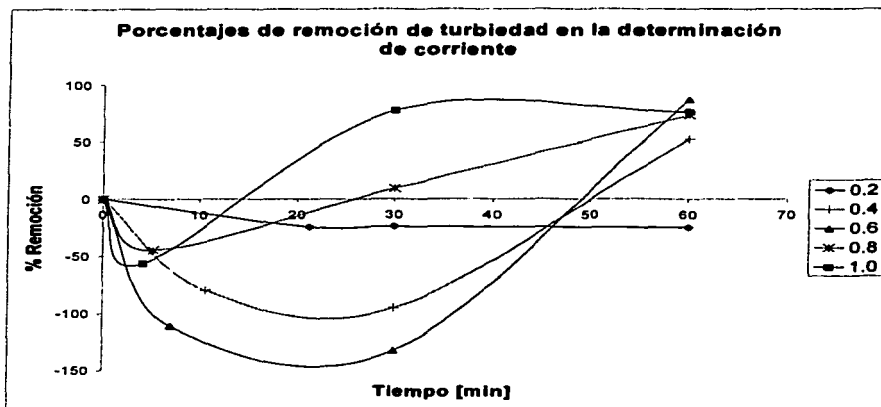


Figura 4.4 Porcentajes de remoción de turbiedad a diferentes valores de corriente.

A diferencia de los resultados obtenidos para la DQO en donde en todos los experimentos se registró remoción, la turbiedad a corrientes bajas y tiempos cortos aumenta.

Es probable que el aumento en los valores de turbiedad se deba a la formación de pequeños flóculos formados a valores bajos de amperaje.

Una posible explicación para este fenómeno, puede ser que la concentración de iones férricos, producidos durante la reacción de Fenton no puedan formar flóculos de manera

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

eficiente durante el proceso de coagulación - floculación. En el caso primer caso utilizando una corriente de 0.2 A, la turbiedad medida en el agua tratada, es mayor a la inicial durante los 60 minutos de tratamiento. De manera similar, los valores observados para los amperajes más altos, muestran un comportamiento similar en tiempos de reacción más cortos, de tal manera que al aumentar la corriente la remoción de turbiedad es positiva a 50, 49, 26 y 14 min para 0.4, 0.6, 0.8 y 1.0 A respectivamente, obteniendo un valor máximo de remoción de 87% a 60 min con una corriente de 0.6 A.

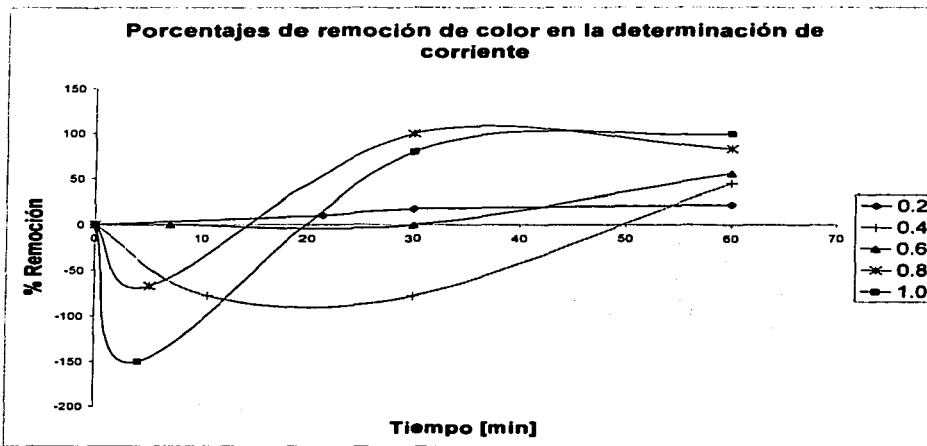


Figura 4.5 Porcentajes de remoción de color a diferentes valores de corriente.

De manera similar a los resultados obtenidos anteriormente, existe un aumento en los valores medidos de color en prácticamente todas las corridas experimentales, encontrando en este parámetro las dos etapas observadas en la eficiencia de remoción de turbiedad.

En el caso de 0.2 A, la etapa de aumento de color no es perceptible, sin embargo la remoción máxima de color a 60 min es baja, cerca de 23%. Al incrementar la corriente, se observa de manera más clara el aumento del color en tiempos cortos y mostrando un

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

comportamiento similar a la turbiedad en amperajes altos, de manera que la remoción de color es positiva a 15 y 20 min y observando para ambos casos una remoción máxima de 100% tiempo de 30 y 60 min para 0.8 y 1.0 A respectivamente.

Con base en estos resultados y considerando que a pesar de obtener una mejor remoción de color y turbiedad a corrientes diferentes, el parámetro clave de tratamiento fue la DQO, por tal motivo se seleccionó una corriente de trabajo de 1.0 A para llevar a cabo la determinación del mejor tiempo de tratamiento. En la Fig. 4.6, se muestra a manera de resumen los porcentajes de remoción de los parámetros fisicoquímicos para la corriente seleccionada.

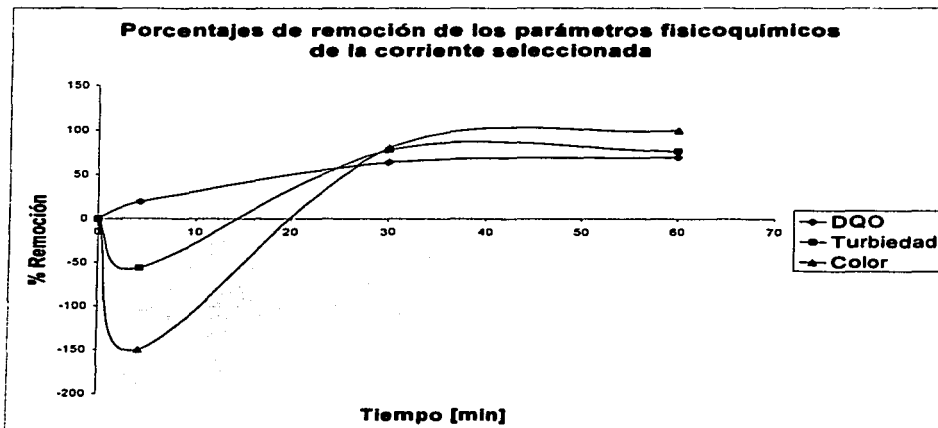


Figura 4.6 Porcentajes de remoción de los parámetros fisicoquímicos de la corriente seleccionada.

En la tabla 4.4 se presentan los resultados promedio de los parámetros fisicoquímicos de las corridas experimentales, que tuvieron como objetivo determinar el mejor tiempo de tratamiento, esta tabla se complementa con la figura 4.7 en la que se presentan los

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

porcentajes de remoción promedio de estos parámetros para un intervalo de tiempo de 0 a 60 min. La temperatura a la que se trabajó fue de 22°C.

Tabla 4.4 Características promedio del agua tratada para determinar el tiempo de tratamiento a 1.0 A.

tiempo (min)	DOCC (mg/L)	Turbiedad (U.N)	Color (Pt-Co)
0	175.89	13.71	193
5	117.64	14.88	205
10	81.52	14.86	150
15	68.83	11.66	113
20	60.69	7.78	82
25	54.33	7.88	87
30	51.60	5.07	43
35	54.51	3.91	22
40	51.58	3.94	53
45	50.56	3.35	6
50	48.93	1.88	0
55	45.80	2.74	35
60	46.50	3.28	32

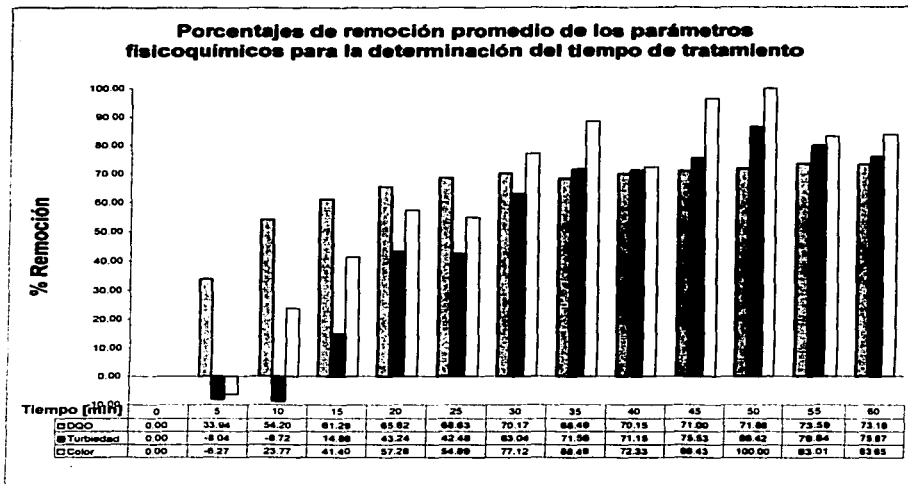


Figura 4.7 Porcentajes de remoción promedio de los parámetros fisicoquímicos para la determinación del tiempo de tratamiento.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 4.7 se puede observar que la remoción de DQO es positiva desde el inicio de la experimentación mientras que la turbiedad y el color aumentan dentro de un periodo de 0 a 7 minutos y posteriormente se inicia la remoción de estos parámetros desde 8 a 60 minutos siguiendo el mismo comportamiento de la determinación de corriente.

A partir de 8 y hasta 29 minutos se incrementa la eficiencia de remoción hasta alcanzar un valor máximo a 32 minutos. A estas condiciones, las eficiencias de remoción para DQO, turbiedad y color son de 70%, 67% y 80% respectivamente. Estos resultados son similares a los valores reportados para agua residual de tipo mixto utilizando el reactivo de Fenton clásico (Durán-Moreno y col., 2002).

Con base en estos resultados y considerando que a partir de 32 minutos se obtienen buenos resultados, se seleccionaron estas condiciones (1.0 A y 32 min) como las mejores, pues a pesar de que se obtuvieron mejores porcentajes de remoción en turbiedad y color en condiciones diferentes, éstos no variaron de forma significativa y considerando, como ya se mencionó anteriormente que el parámetro clave es la DQO, se obtuvo un porcentaje de remoción casi constante (70%), además de que, el utilizar un tiempo de tratamiento de 32 minutos implica un menor gasto de energía.

4.4 TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL DE TIPO INDUSTRIAL CON LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN SELECCIONADAS

Para el tratamiento de agua residual industrial, se utilizaron las condiciones determinadas para agua residual mixta, de tal manera que se pudiera realizar una comparación entre la eficiencia del tratamiento con diferentes tipo de agua, de tal forma que para esta etapa de la experimentación se realizaron pruebas utilizando la corriente seleccionada para agua residual mixta y en un período de tiempo de 0 a 60 minutos.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la tabla 4.5 se presentan los resultados promedio de los parámetros fisicoquímicos de las corridas experimentales, que tuvieron como objetivo determinar la eficiencia de tratamiento de agua residual industrial, esta tabla se complementa con la figura 4.8 en la que se presentan los porcentajes de remoción promedio de estos parámetros para el intervalo de tiempo establecido. La temperatura a la que se trabajó fue de 21°C.

Tabla 4.5 Características promedio del agua residual industrial tratada a 1.0 A.

Tiempo (min)	DQO (mg O ₂ /L)	Turbiedad (U.N)	Color (Pt-Co)
0	864.53	178.43	550
5	838.19	137.43	550
10	810.75	103.93	550
15	777.63	65.47	550
20	765.74	31.00	377
25	710.49	20.03	253
30	673.89	17.63	183
35	656.70	9.67	150
40	613.89	5.46	102
45	602.73	4.51	77
50	547.29	3.48	74
55	548.94	3.17	25
60	500.09	2.68	7

La figura 4.7 muestra los resultados obtenidos durante el tratamiento electroquímico de agua residual industrial utilizando las mejores condiciones de operación obtenidas para agua residual de tipo mixto.

En contraste, la remoción de turbiedad y DQO para el agua residual industrial no muestran un comportamiento similar con respecto al agua residual de tipo mixto. La tendencia de remoción de DQO para el agua residual industrial muestra un comportamiento lineal en todo el intervalo de tiempo de experimentación. La remoción de DQO, se encuentra invariablemente por debajo de la obtenida para agua residual mixta, sin embargo es importante mencionar que el contenido presente en ambos tipos de agua es muy diferente (865 vs 176 mg O₂/L). Si la eficiencia de remoción de DQO para ambos casos es comparada a las mismas condiciones experimentales (60 min, 1.0 A), la remoción máxima para el agua residual industrial se encuentra significativamente por debajo de la obtenida

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

para el agua residual mixta. Sin embargo, en términos de cantidad de DQO removida, el reactivo de Fenton electrogenerado es más eficiente para remover este parámetro en agua residual de tipo industrial ($DQO_{\text{removido}} = 390 \text{ mg/L}$) con respecto del agua residual mixta ($DQO_{\text{removido}} = 141 \text{ mg/L}$). La eficiencia del proceso expresada en términos de cantidad de agente oxidante requerido para la remoción de 1 mg de DQO es de igual manera menor para el agua residual industrial ($25 \text{ mg H}_2\text{O}_2/390 \text{ mg DQO} = 0.064$) que el valor calculado para agua residual de tipo mixto ($0.177 \text{ mg H}_2\text{O}_2/\text{mg DQO}$).

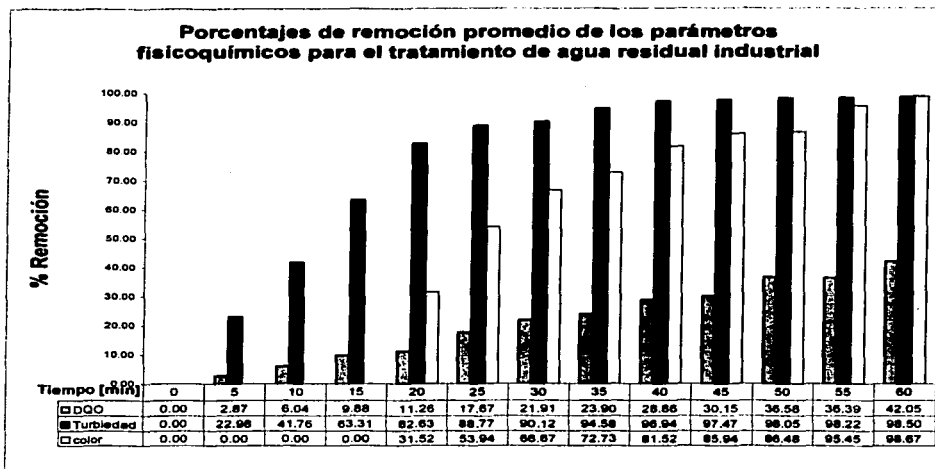


Figura 4.7 Porcentajes de remoción promedio de los parámetros fisicoquímicos para el tratamiento de agua residual industrial.

Se observa de igual manera, que tanto la turbiedad como el color son eficientemente removidos mostrando un comportamiento similar al observado para el agua residual mixta. En términos de cantidad requerida para remover una unidad de cada parámetro, este proceso es también más eficiente en el tratamiento de agua residual industrial comparado con el agua residual mixta. Para el color, a un tiempo de tratamiento de 60 min y una

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

corriente de 1.0 A, el agua residual industrial requiere (0.045 mg H₂O₂ por unidad de Pt-Co removida) solamente una tercera parte de la cantidad necesaria para remover una unidad de color en el agua residual mixta. Estos resultados, son debidos probablemente a las características fisicoquímicas de los contaminantes encontrados en el agua residual industrial, los cuales promueven la eficiencia del reactivo de Fenton electrogenerado por el efecto combinado de las diferentes fases que componen este proceso (coagulación - floculación y oxidación avanzada).

4.5 SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL

Con base en los resultados obtenidos en las etapas anteriores, se diseñó un sistema piloto experimental, con la finalidad de observar el comportamiento del tratamiento propuesto en un sistema a régimen continuo.

Como ya se ha mencionado en la sección 3.1.4, se realizó un monitoreo del sistema piloto experimental tanto a la entrada como después de cada fase del tratamiento. Los puntos de muestreo del sistema piloto experimental se presentan en la tabla 4.6.

Tabla 4.6 Puntos de muestreo del sistema piloto experimental.

Orden de Muestreo	Ubicación
1	Influente de agua cruda
2	Reactor electroquímico
3	Salida del reactor electroquímico
4	Salida primer sedimentador
5	Salida segundo sedimentador
6	Salida filtro de arena

Se realizaron tres corridas experimentales, cada una de ellas con una duración mínima de 6 horas de funcionamiento en continuo del sistema piloto experimental. Para cada corrida se tomaron muestras en los puntos antes señalados a 2, 4 y 6 horas y fueron analizadas individualmente.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los parámetros analizados para cada punto del sistema piloto experimental fueron: DQO, turbiedad, color, SST, pH, conductividad y temperatura. En las figuras 4.8 a 4.11 se presenta el comportamiento de los parámetros más importantes a lo largo del sistema piloto.

En la figura 4.8 se observa que la disminución de DQO se mantiene en disminución constante, observando de igual manera una remoción de este parámetro del mismo orden al observado en las etapas anteriores para este tipo de agua. El valor promedio de DQO disminuye de 361.41 mg O₂/L a 97.58 mg O₂/L. Sin embargo, resaltan los altos valores de DQO tanto dentro del reactor electroquímico como a su salida, esto se debe a la gran cantidad de sólidos suspendidos que con tiene el agua observando una disminución de estos dos parámetros en las etapas subsecuentes de separación de sólidos como se observa en la figura 4.9.

En las tres corridas experimentales se observa consistencia en el comportamiento de todos los parámetros medidos a lo largo del sistema piloto. Existen ligeras variaciones entre cada una de las corridas experimentales debido a las diferentes características del agua y los errores inherentes a las técnicas analíticas. El porcentaje de remoción promedio de DQO del sistema piloto experimental fue de 73%.

La figura 4.10 muestra el comportamiento del color a lo largo del sistema piloto experimental. Tomando en cuenta que los valores promedio a la entrada y salida fueron de 361.11 y 0.00 unidades de Pt-Co, respectivamente, representa una eficiencia de remoción de este parámetro de 100%. Este parámetro es removido casi en su totalidad dentro del reactor electroquímico, en donde parte del Fe³⁺ se transforma en Fe(OH)₃ coloidal, el cual contribuye al aumento tanto del color como de la turbiedad, de tal manera que la eficiencia promedio de remoción considerando únicamente el reactor electroquímico es de 88.9%, lo cual es consistente con los resultados obtenidos en las etapas anteriores.

Los resultados de turbiedad obtenidos (figura 4.11), muestran un comportamiento muy similar al observado en el caso de los sólidos suspendidos totales, en donde aumenta este parámetro dentro y a la salida del reactor electroquímico, para posteriormente disminuir en

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

las etapas de eliminación de lodos. Los valores medidos de turbiedad para el agua cruda y tratada fueron de 65.7 UNT y 3.6 UNT, respectivamente, obteniendo un porcentaje de remoción promedio al final del sistema piloto experimental de 94.5%. Es importante señalar que para las determinaciones de este parámetro se llevaron a cabo con el agua sin filtrar.

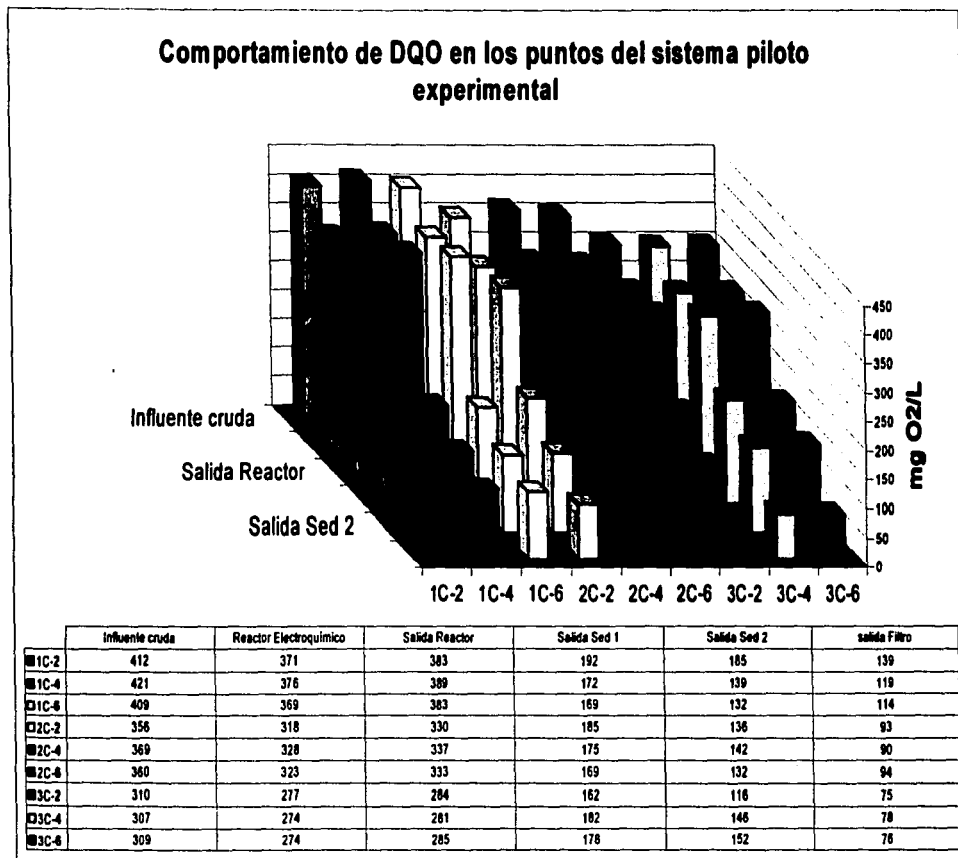
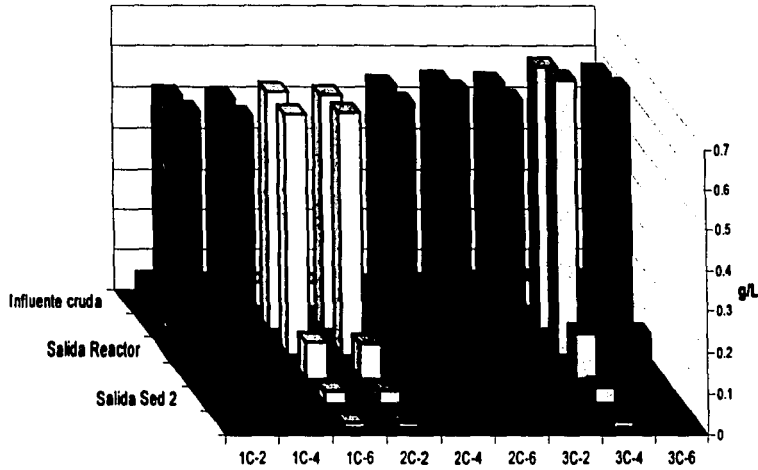


Figura 4.8 Comportamiento de DQO en los puntos del sistema piloto experimental.

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

Comportamiento de SST en los puntos del sistema piloto experimental

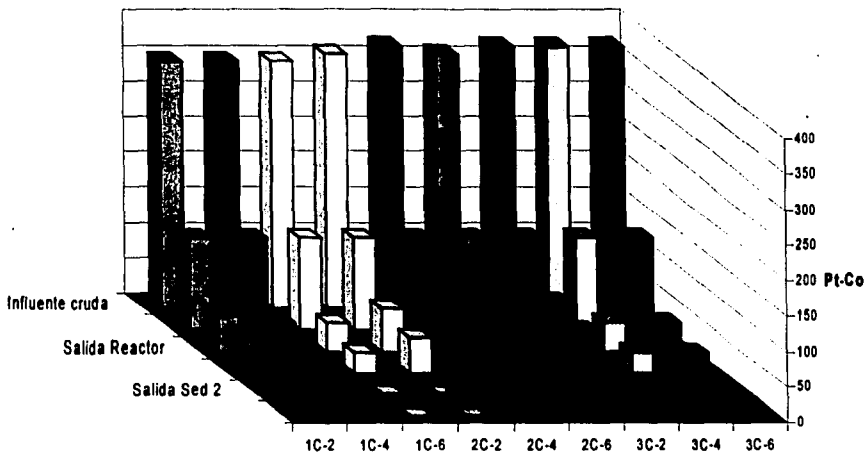


	Influente cruda	Reactor Electroquímico	Salida Reactor	Salida Sed 1	Salida Sed 2	salida Filtro
1C-2	0.064	0.58	0.6	0.092	0.032	0.008
1C-4	0.06	0.572	0.588	0.076	0.024	0.012
1C-6	0.06	0.588	0.592	0.088	0.03	0.012
2C-2	0.06	0.58	0.596	0.084	0.032	0.012
2C-4	0.056	0.604	0.62	0.092	0.032	0.008
2C-6	0.06	0.616	0.652	0.072	0.032	0.008
3C-2	0.064	0.612	0.628	0.088	0.036	0.012
3C-4	0.068	0.648	0.676	0.108	0.04	0.016
3C-6	0.068	0.632	0.656	0.108	0.032	0.012

Figura 4.9 Comportamiento de SST en los puntos del sistema piloto experimental.

TESIS CON
 FALTA DE ORIGEN

Comportamiento de color en los puntos del sistema piloto experimental



	Influente cruda	Reactor Electroquímico	Salida Reactor	Salida Sed 1	Salida Sed 2	salida Filtro
1C-2	350	130	50	50	0	0
1C-4	350	130	40	30	0	0
1C-6	350	130	40	30	0	0
2C-2	360	130	60	50	0	0
2C-4	370	130	40	30	0	0
2C-6	360	130	40	30	0	0
3C-2	370	130	70	60	0	0
3C-4	370	130	40	30	0	0
3C-6	370	130	40	30	0	0

Figura 4.10 Comportamiento de color en los puntos del sistema piloto experimental.

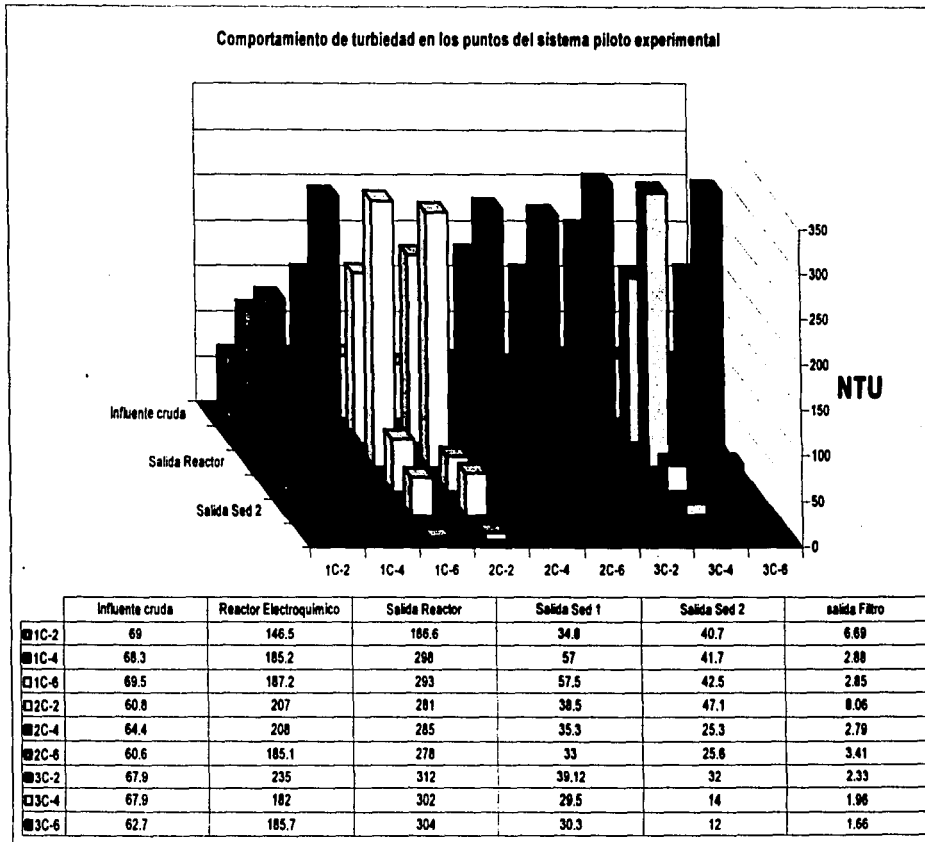


Figura 4.11 Comportamiento de turbiedad en los puntos del sistema piloto experimental.

**TESIS CON
FALTA DE ORIGEN**

4.6 COSTOS DE OPERACIÓN

La cantidad de electricidad necesaria para el funcionamiento de la celda electroquímica se obtiene a partir de la ecuación 4.1.

$$kWh = (255.441C)(22.3V) \left(\frac{1J}{1CV} \right) \left(\frac{1kWh}{3.6 \times 10^6 J} \right) = 1.58 \times 10^{-3} kWh \quad (4.1)$$

La fuente de poder requiere para su funcionamiento 1125 W, que en un periodo de trabajo de 24 h significan 27 kWh, de esta manera tomando en cuenta un precio de \$0.554/kWh (tarifa vigente de la Compañía de Luz y Fuerza del Centro correspondiente al mes de Noviembre de 2002), el costo por m³ de agua tratada es de \$173, sin embargo es posible utilizar una fuente de poder que proporcione las mismas características de amperaje con un menor consumo de energía de tal manera que se reduzcan los costos de operación. Por lo tanto, de acuerdo con el cálculo de la electricidad necesaria para el funcionamiento de la celda el costo por m³ de agua es de \$0.486.

4.7 ELIMINACIÓN DE MICROORGANISMOS EN EL SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL.

Con respecto a la eliminación de microorganismos, se probó el funcionamiento del reactivo de Fenton electrogenerado como desinfectante del agua en el sistema piloto experimental. Se obtuvieron resultados favorables en la remoción de coliformes totales, coliformes fecales, *Escherichia coli*, *Salmonella* y *Shigella*, los cuales se muestran en la tabla 4.7 y son similares a los obtenidos en estudios previos (Aranda, 2002). Se seleccionaron como puntos de muestreo para realizar estas pruebas el influente de agua cruda y la salida del reactor electroquímico, lo anterior con la finalidad de comprobar que la desinfección se lleva a cabo dentro de la celda electroquímica y no en otra etapa del sistema piloto experimental. La eficiencia de remoción de microorganismos utilizando el reactivo de Fenton electrogenerado fue de 100%, lo cual representa una gran ventaja sobre los procesos clásicos de coagulación floculación, en donde también existe remoción de

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

microorganismos, sin embargo la eficiencia no es comparable con la obtenida en el sistema piloto experimental.

Tabla 4.6 Remoción de microorganismos en el sistema piloto experimental.

Microorganismo	Influyente Agua Cruda (UFC/100 ml)	Salida Reactor Electroquímico (UFC/100 ml)	Porcentaje de remoción (%)
Coliformes totales	3.81×10^6	ND	100
Coliformes fecales	3.14×10^5	ND	100
<i>Escherichia coli</i>	1.5×10^4	ND	100
<i>Salmonella</i>	5.0×10^5	ND	100
<i>Shigella</i>	4.36×10^5	ND	100

ND. No Detectables

5 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Las metas propuestas se cumplieron, una de ellas fue la realización de la búsqueda bibliográfica, que permitiera fundamentar y montar las técnicas analíticas para la identificación y cuantificación tanto de Fe^{2+} como de H_2O_2 , lo cual permitió determinar la generación de estas dos especies en el proceso electroquímico.

Se demostró que en una celda electroquímica constituida por electrodos de hierro y grafito es posible producir de manera simultánea las dos especies químicas que componen el reactivo de Fenton.

Se planteó la generación del reactivo de Fenton en una celda electroquímica como un proceso de depuración y desinfección de aguas residuales tanto de tipo industrial como de tipo mixto, como las tratadas en PTARCU, las cuales se caracterizan por su alta carga de contaminantes orgánicos, patógenos y tóxicos no biodegradables.

Se utilizó el reactivo de Fenton electrogenerado para el tratamiento por lotes de dos tipos de agua residual con una gran diferencia en el contenido de DQO. En ambos casos, se obtuvieron excelentes resultados en la remoción de DQO, color y turbiedad; especialmente en el caso del agua residual industrial donde se obtuvieron porcentajes de remoción de 42%, 98 % y 98% respectivamente (60 min, 1.0A). Debido a las características fisicoquímicas de los contaminantes que se encuentran en este efluente, lo cual mejora la eficiencia de remoción del reactivo de Fenton electrogenerado por el efecto combinado de las diferentes fases de las cuales se compone este proceso (coagulación – floculación y oxidación avanzada).

Las condiciones de operación óptimas del proceso de electrogeneración de reactivo de Fenton que se determinaron experimentalmente fueron una corriente de 1.0 A y un tiempo de reacción de 30 min, con un pH inicial de 3.5. bajo estas condiciones en el agua tratada se obtuvieron porcentajes de remoción de: 70 % para la DQO, 67 % para la turbiedad y 80 %

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

para el color. Estos porcentajes confirman la eficiencia del reactivo de Fenton electrogenerado en la depuración y tratamiento de aguas residuales mixtas.

La celda electroquímica propuesta se utilizó en un sistema piloto a nivel laboratorio funcionando a régimen continuo complementada con tres etapas de separación de sólidos. Los resultados obtenidos en este sistema piloto experimental utilizando agua proveniente de PTARCU fueron excelentes obteniendo porcentajes de remoción de DQO, turbiedad y color de 73.0%, 94.5% y 100% respectivamente y una remoción de microorganismos de prácticamente 100%.

Se propuso y se probó exitosamente la viabilidad técnica de la electrogeneración del reactivo de Fenton como una alternativa para el tratamiento de aguas residuales de tipo mixto e industrial.

Se evaluó exitosamente la factibilidad de aplicar la celda electroquímica construida en un sistema a régimen continuo para la depuración y desinfección de agua residual de tipo mixto.

Los objetivos propuestos se cumplieron en su totalidad, ya que se logró desarrollar a nivel laboratorio una celda electroquímica capaz de producir a partir de electrodos de hierro y de grafito las especies involucradas en la reacción de Fenton, se realizaron las pruebas confirmatorias de la generación de las especies involucradas en la reacción de Fenton y se realizaron las pruebas físicoquímicas y microbiológicas propuestas para el agua residual cruda y el agua tratada por el método de Fenton generado electroquímicamente.

Con base en los resultados obtenidos se concluye que el reactivo de Fenton electrogenerado cumplió exitosamente con los objetivos propuestos y es técnicamente viable su empleo como método de depuración de agua residual de tipo mixto e industrial.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Las recomendaciones que se desprenden de este trabajo son:

Continuar con la realización de estudios complementarios al método de electrogeneración de reactivo de Fenton, ya que a pesar de reducir el costo de tratamiento del método clásico de Fenton continúa siendo elevado en comparación con otros métodos de tratamiento y de igual manera poder alcanzar agua tratada de mejor calidad.

En el caso de los lodos se recomienda hacer un estudio detallado sobre éstos y proponer métodos alternos para su disposición, tratamiento y uso.

Bibliografía

1. Andreozzi R., Caprio V., Insola A. y Marotta R. (1999) Advanced oxidation processes (AOP) for water purification and recovery. *Catalysis Today* 53:51-59
2. APHA, AWWA y WPCF (1992) Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales. Ed. Díaz de los Santos, España
3. APHA, AWWA y WPCF (1998) Standard methods for water and wastewater examination, 20th edn. American Public Health Association, Washington, D.C., USA
4. Aranda L. A. (2002) Evaluación de la aplicación de reactivo de Fenton como un proceso de depuración y desinfección de aguas residuales. Tesis para obtener el título de ingeniero Químico, Facultad de Química, UNAM
5. Bae J. H., Kim S. K. y Chang H. S. (1997) Treatment of landfill leachates: ammonia removal via nitrification and denitrification and further COD reduction via Fenton's treatment followed by activated sludge. *Water Science and Technology* 36(12):341-348
6. Barbeni M., Minero C. y Pellizzetti L. (1987) Chemical degradation of chlorophenols with Fenton's reagent. *Chemosphere* 29:1225-1233
7. Bermejo F., Bermejo P. y Bermejo A. (1991) Química analítica general, cuantitativa e instrumental Voll. Ed. Paraninfo, Madrid, España
8. Bidga R. J. (1995) Consider Fenton chemistry for wastewater treatment. *Chemical engineering Progress* 91(12):6266
9. Bockris, John O'M. y Amulya, K. M. Reddy (1997) Modern Electrochemistry, Ed. Plenum Press, New York, U.S.A.
10. Brillas E., Bastida R. M., Llosa E. y Casado J. (1995) Electrochemical destruction of aniline and 4-chloroaniline for wastewater treatment using a carbon-PTFE O₂-fed cathode. *J. Electrochem. Soc.* 142(6):1733-1741
11. Brillas E., Mur E. y Casado J. (1996) Iron (II) catalysis of the mineralization of aniline using a carbon-PTFE O₂-fed cathode. *J. Electrochem. Soc.* 143(3):L49-L53
12. Brillas E., Sauleda R. y Casado J. (1998) Degradation of 4-chlorophenol by anodic oxidation, electro-Fenton, photoelectro-Fenton, and peroxi-coagulation processes. *J. Electrochem. Soc.* 145(3):759-765

13. Brillas E., Sauleda R. y Casado J. (1998) Destruction of aromatic contaminants in an Fe/O₂ battery. *Electrochemical and Solid State Letters* 1(4):168-171
14. Brillas E., Sauleda R. y Casado J. (1999) Use of an acidic Fe/O₂ Cell for wastewater treatment: degradation of aniline. *Journal of The Electrochemical Society* 146(12):4539-4543
15. Brown, Lemay y Burnsten (1991) Química la ciencia central. Prentice Hall, 5ª Ed.
16. CNA (1995) Estudio de factibilidad de saneamiento del Valle de México. Informe de proyecto. Comisión Nacional del Agua, GDF, Gob. del Edo. de Hidalgo, Gob. del Edo. de México, México
17. Couret F. (1992) Introducción a la ingeniería electroquímica. Ed. Reverté. Barcelona, España
18. Chamarro E., Marco A. y Esplugas S. (2001) Use of Fenton reagent to improve organic chemical biodegradability. *Wat. Res.* 35(4):1047-1051
19. Chou S., Huang Y. -H., Lee S-N., Huang G. -H. y Huang C. (1999) Treatment of high strength hexamine-containing wastewater by electro-Fenton method. *Wat. Res.* 33(3):751-759
20. Do J. -S y Chen C. -P. (1993) In situ oxidative degradation of formaldehyde with electrogenerated hydrogen peroxide. *J. Electrochem. Soc.* 140(6):1632-1638
21. Do J. -S y Chen C. -P. (1994) In situ oxidative degradation of formaldehyde with hydrogen peroxide electrogenerated on the modified graphites *J. Appl. Electrochem.* 24:936-942
22. Do J. -S y Chen C. -P. (1996) Paired electrooxidative degradation of phenol with in situ electrogenerated hydrogen peroxide and hipochlorite. *J. Appl. Electrochem.* 26:673-678
23. Do J. S. y Yeh W. C. (1996) Paired electrooxidative degradation of phenol with *in situ* electrogenerated hydrogen peroxide and hypochlorite. *journal of Applied electrochemistry* 26:673-678
24. Durán-Moreno A., Ramírez Z. R.M., González L. E., Malpica J. y Durán D. C. (2002) Fenton's reagent and coagulation-flocculation as pretreatments of combined wastewater for reuse. IWA 3rd World Water Congress, Melbourne, Australia, 7-12 Abril 2002
25. Feachem G., Bradley J., Garelick H. y Mara D. (1983) Sanitation and disease health aspects of excreta and wastewater management. John Wiley & Sons, Chichester, U.S.A.

26. Gallard H. y De Laat J. (2000) Kinetic modelling of Fe(III)/H₂O₂ oxidation reactions in dilute aqueous solution using atrazine as a model organic compound. *Water Research* 34(12):3107-3116
27. GDF (2001) Primer informe de actividades de la Secretaría de Desarrollo Económico del Gobierno del Distrito Federal. Diciembre 5 del 2000 - Septiembre de 2001. Situación Económica del Distrito Federal. Gobierno del Distrito Federal
28. González E. (2001) Selección de un pretratamiento fisicoquímico de aguas residuales con fines de recarga artificial del acuífero del Valle de México. Tesis para obtener el grado de Maestro en ciencias, Facultad de Química, UNAM
29. Harrington T. y Pletcher D. (1999) The removal of low levels of organics from aqueous solutions using Fe(II) and hydrogen peroxide formed *In Situ* at gas diffusion electrodes. *Journal of The Electrochemical Society* 146(8):2983-2989
30. Henry y Heinke (1996) Ingeniería Ambiental. Ed. Prentice Hall. México D.F., México
31. Hsiao Y. -L y Nobe K. (1993) Hydroxylation of chlorobenzene and phenol in a packed bed flow reactor with electrogenerated Fenton's reagent. *J. Appl. Electrochem.* 23:943-946
32. Huang C., Dong C. y Tang Z. (1993) Advanced chemical oxidation: Its present role and potential future in hazardous waste treatment. *Waste Management* 13:361-377
33. Huang Y. -H., Chou S., Perng M. -G., Huang G. -H. y Cheng S-S. (1999) Case study on the bioeffluent of petrochemical wastewater by electro-Fenton method. *Wat. Sci. Tech.* 39(10-11):145-149
34. Huston P. L. y Pignatello J. J. (1999) Degradation of selected pesticide active ingredients and commercial formulations in water by the photo-assisted Fenton reaction. *Water Research.* 33(5):1238-1246
35. Jawetz E., Melnick J. L. y Adelberg E. A. (1970) Manual de microbiología médica. Ed. El manual moderno. México, D.F., México
36. Jiménez B., Chávez A., Barrios J., Maya C. y Salgado G. (1999) curso: Determinación y cuantificación de huevos de helminto. Instituto de Ingeniería, UNAM
37. Kang S. -F. y Chang H. -M. (1997) Coagulation of textile secondary effluents with Fenton's reagent. *Wat. Sci. Tech.* 36(12):215-222

38. Kang Y. W. y Hwang K. Y. (2000) Effects of reaction conditions on the oxidation efficiency in the Fenton process. *Water Research* 34(10):2786-2790
39. Kemmer F. N. y McCallion J. (1989) Manual del agua. Su naturaleza, tratamiento y aplicaciones. Vol I. McGraw Hill, México
40. Kuo K. W. (1992) decolorizing dye wastewater with Fenton's reagent. *Water Research* 26:881-889
41. Kuroda M., Watanabe T. y Umedu Y. (1997) Simultaneous COD removal and denitrification of wastewater by bio-electro reactors. *Wat. Sci. Tech.* 35(8):161-168
42. Lin S. H. y Chang C. C. (2000) Treatment of landfill leachate by combined electro-Fenton oxidation and sequencing batch reactor method. *Wat. Res.* 34(17):4243-4249
43. Lin S. H. y Chen M. L. (1997) Purification of textile wastewater effluents by a combined Fenton process and ion exchange. *Desalination* 109:121-130
44. Lin S. H. y Chen M. L. (1997) Treatment of textile wastewater by chemical methods for reuse. *Wat. Res.* 31(4):868-876
45. Lin S. H. y Lo C. C. (1997) Fenton process for treatment of desizing wastewater. *Water Research* 31(8):2050-2056.
46. Lin S. H. y Peng C. F. (1995) Treatment of textile wastewater by Fenton's reagent *Journal of Environmental Science and Health A*30:89-101
47. Lin S. H., Lin C. M. y Leu H. G. (1999) Operating characteristics and kinetic studies of surfactant wastewater treatment by Fenton oxidation. *Water Research* 33(7):1735-1741
48. Lloyd R. V., Hanna P. M. y Mason R. P. (1997) The origin of the hydroxyl radical oxygen in the Fenton reaction. *Free Radical Biology & Medicine.* 22(5):885-888
49. Manahan S. (2000) Environmental chemistry. Ed Lewis Publishers. Boca Ratón, Florida, USA.
50. Metcalf y Eddy (1996) Ingeniería de las aguas residuales. Ed McGraw Hill. México, D.F., México
51. Nesheiwat, F. K. y Swanson, A. G. (2000) Clean contaminated site using Fenton's reagent. *Chemical Engineering Progress* 96(4):61-66
52. Orta V. M. T., Matamoros F. H., Barrios A. y Yáñez I. N. (2001) Characterization of refinery sludges from a spent caustic wastes treated by Fenton's reaction. Proceedings

BIBLIOGRAFÍA

- of the IWA Specialized Conference on: Sludge Management, Regulation, Treatment, utilization and Disposal. Oct. 25-27, Acapulco, México, pp. 93-100
53. Panizza M. y Cerisola G. (2001) Removal of organic pollutants from industrial wastewater by electrogenerated Fenton's reagent. *Wat. Res.* 35(16):3987-3992
 54. Pignatello J. J. (1992) dark and photo-assisted Fe^{3+} -catalyzed degradation of chlorophenoxy herbicides by hydrogen peroxide. *Environmental Toxicology Chemistry* 13:423-427
 55. Pignatello J. J. y Chapa G. (1994) Degradation of PCBs by ferric ion, hydrogen peroxide and UV light. *Environmental toxicology Chemistry* 13:423-427
 56. Potter F. J. y Roth J. A. (1993) oxidation of chlorinated phenols using Fenton's reagent. *Hazardous Waste & Hazardous Materials* 10(2):151-170
 57. Pratap K. y Lemley A. T. (1994) Electrochemical peroxide treatment of aqueous herbicide solutions. *J. Agric. Food Chem.* 42:209-215
 58. Ramírez Z. R.M., Orta V. M. T. y Durán M. A. (2002) Evaluation of fenton's reagent for pathogens removal from wastewater treated for reuse. IWA 3rd World Water Congress, Melbourne, Australia, 7-12 Abril 2002
 59. Rodríguez M. A. (1996) Eliminación electroquímica de nitrofenoles en aguas residuales Tesis para obtener el título de ingeniero Químico, Facultad de Química, UNAM
 60. SARH (1980) Curso de microbiología del agua. Vol I. Secretaría de Agricultura y Recursos Hidráulicos, GDF, México
 61. SEMARNAT (1996) Norma Oficial Mexicana NOM-001-ECOL-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas residuales en aguas y bienes nacionales. D. O. F. 6 de enero de 1997
 62. SEMARNAT (1996) Norma Oficial Mexicana NOM-002-ECOL-1996, Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal. D. O. F. 3 de junio de 1998
 63. SEMARNAT (1997) Norma Oficial Mexicana NOM-003-ECOL-1997 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reusen en servicios al público. D. O. F. 21 de septiembre de 1998

64. SSA, Comisión permanente de la farmacoepa de los Estados Unidos Mexicanos (2000) Farmacoepa de los Estados Unidos Mexicanos. 7ª edición Vol 1. Secretaría de Salud, México
65. Schenk G., Hahn R. y Hartkopf A. (1984) Química analítica Cuantitativa: principio y aplicaciones a las ciencias de la vida. Cía. Ed. Continental, México D.F. México
66. Sedlak D. L. y Andren A. W. (1991) Oxidation of chlorobenzene with Fenton's reagent. *Environmental science and Technology* 125:777-782
67. Sudoh M., Kodera T., Sakai K. Zhang J. Q. y Koide K. (1986) Oxidative degradation of aqueous phenol effluent with electrogenerated Fenton's reagent. *J. Chem. Eng. Jpn.* 19(6):513-518
68. Sun Y. y Pignatello J. J. (1993) Photochemical reactions involved in the total mineralization of 2,4-D by $\text{Fe}^{3+}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{UV}$. *Environmental Science and Technology* 27:304-310
69. Szpyrkowicz L., Kelsall G. H., Kaul S. N. y De Faveri M. (2001) Performance of electrochemical reactor for treatment of tannery wastewaters. *Chem. Eng. Sci.* 56:1579-1586
70. Tang Z. y Tassos (1997) Oxidation kinetics and mechanism of trihalometanes by Fenton's reagent. *Water Research* 31(5):1117-1125
71. Tzedakis T., Savall A. y Clifton M. J. (1989) The electrochemical regeneration of Fenton's reagent in the hydroxylation of aromatic substrates: batch and continuous processes. *Journal of Applied Electrochemistry* 19:911-921
72. Venkatadri R. y Peters R. V. (1993) chemical oxidation technologies: ultraviolet light/hydrogen peroxide, Fenton's reagent and titanium dioxide-assisted photocatalysis. *Hazardous and Waste Hazardous Materials* 10:107-149
73. Ventura A., Jacquet G., Bermond A., Camel V. (2002) Electrochemical generation of the Fenton's reagent: Application to atrazine degradation. *Wat. Res.* 36, 3517 -3522
74. Walling C. (1975) Fenton's reagent revisited. *Acc. Chem. Res.* 8:125
75. Watts R. J., Sundstrom E. H. y Klei H. H. (1990) Treatment of pentachlorophenol contaminated soil using Fenton's reagent. *Hazardous Waste and Hazardous Materials* 4:165-172

BIBLIOGRAFÍA

76. Zepp R. G., Faust B. C. y Hoigné J. (1992) Hydroxyl radical formation in aqueous reactions (pH 3-8) of iron (II) with hydrogen peroxide: the photo-Fenton reaction. *Environmental Science and Technology* 26:313-319
77. Secretaría de Salud. Comisión permanente de la farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos (2000) Farmacopea de los Estados Unidos Mexicanos. 7ª Ed. Distrito Federal, México

ANEXO A1 Fundamentos de las técnicas analíticas empleadas

Las técnicas analíticas utilizadas para la caracterización del agua residual y el agua tratada en la celda electroquímica propuesta, están basadas en las normas técnicas mexicanas (NMX) correspondientes y en los métodos estándar APHA. En el anexo A2 se encuentran los diagramas de flujo de dichas técnicas analíticas.

Muestreo y Caracterización del Agua Residual a Tratar

El muestreo consiste en la recolección de una cantidad de material suficiente que pueda representar de manera confiable las características de la fuente de dicha muestra, que pueda ser transportada y manejada en el laboratorio fácilmente. Es necesario observar la correcta manipulación de la muestra para asegurar que no se alteren sus propiedades iniciales de acuerdo con la norma mexicana NMX-AA-003-1980 "Aguas residuales – Muestreo".

Pruebas Físicoquímicas

Temperatura y pH

El método de temperatura se basa en las propiedades de la materia de dilatarse o contraerse con los cambios de temperatura ó las propiedades eléctricas y físicas de los materiales con los que se realizará la medición; estas propiedades son siempre las mismas para una temperatura dada lo que permite graduar los instrumentos de medición de acuerdo con la norma mexicana NMX-AA-007-SCFI-2000 "Análisis de agua – Determinación de la temperatura en aguas naturales residuales y residuales tratadas – Método de Prueba".

La medición de pH se fundamenta en la existencia de una diferencia de potencial entre las dos caras de una membrana de vidrio, expuestas a disoluciones acuosas que difieren en su valor de pH. En primera aproximación, a temperatura constante, la magnitud de esta diferencia de potencial es directamente proporcional a la diferencia de pH entre dichas disoluciones de acuerdo con la norma mexicana NMX-AA-008-SCFI-2000 "Análisis de aguas – Determinación de pH – Método de Prueba".

Turbiedad

El término turbiedad es aplicado en aguas que contienen materia suspendida que interfiere con el paso de la luz en línea recta a través del agua, originando con ello que la luz se disperse y absorba. La turbiedad es un factor muy importante en la evaluación del agua y es causada por una amplia variedad de material en suspensión y coloidal. Estos materiales pueden ser tanto orgánicos como inorgánicos o incluso microorganismos. La turbiedad es expresado de manera usual en Unidades de Turbiedad Nefelométricas (UNT), de acuerdo con la norma mexicana NMX-AA-038-SCFI-2001 "Análisis de agua – Determinación de turbiedad en aguas naturales residuales y residuales tratadas- Método de Prueba" (APHA, 1992; Aranda, 2001).

Color

El término "color" se asocia al concepto de color puro, esto es, el color del agua debido únicamente a las sustancias disueltas y cuya turbiedad ha sido eliminada. El término "color

**PAGINACIÓN
DISCONTINUA**

aparente" engloba no sólo el color debido a las sustancias disueltas, sino también a las materias en suspensión. El color aparente se determina en la muestra original sin ningún tratamiento previo.

El color del agua puede estar condicionado por la presencia de iones metálicos naturales (hierro y manganoso), de humus y turbas, de plancton, de restos vegetales y de residuos industriales. En algunas aguas residuales industriales muy coloreadas, el color se debe a sustancias coloidales o en suspensión.

Para este estudio se midió el color real del agua, por esta razón se filtro al vacío la muestra problema con papel filtro de $40\mu\text{m}$ de poro. El color es un aspecto que es tomado en cuenta en la legislación, por tal motivo es necesario eliminarlo. La escala de color más común es la de platino-cobalto (Pt-Co), siendo la unidad de color el producido por 1 mg de platino/L en forma de ion cloroplatinato (APHA, 1992).

Conductividad

Un punto importante en la química del agua es la conductividad eléctrica. Cuanto mayor es el contenido de minerales del agua, mayor será su conductividad. Esto tiene varias consecuencias importantes. Primero: cuanto mayor es la conductividad, más libremente podrá fluir la corriente eléctrica a través del agua y más rápida es la velocidad de corrosión si las demás condiciones la favorecen. Segundo: cuanto mayor es la conductividad, menos ionizados estarán los minerales disueltos en el agua, pero los iones están empaquetados en forma más estrecha y chocan con mayor frecuencia. Esto disminuye el coeficiente de actividad, o libertad, aumentando la solubilidad del CaCO_3 y otros materiales ligeramente solubles. Como resultado, el CaCO_3 es más soluble en el agua de mar que en el agua dulce bajo las mismas condiciones de pH, alcalinidad y temperatura (Kemmer y McCallion, 1989).

Demanda química de oxígeno (DQO)

La prueba de DQO es usada como una medida del contenido de materia orgánica tanto en aguas residuales como en naturales. El oxígeno equivalente requerido por la materia orgánica al oxidarse es medido utilizando fuertes agentes químicos oxidantes en medio ácido. Se ha encontrado que el dicromato de potasio es excelente para este propósito debido a su capacidad oxidante, a su aplicabilidad, a una mayor variedad de muestras y a su fácil manipulación. La oxidación de la mayoría de los compuestos orgánicos es del 95 al 100 % del valor teórico. La prueba debe desarrollarse a temperaturas elevadas y se requiere de un catalizador para ayudar a la oxidación de ciertas clases de compuestos orgánicos.

La prueba de DQO se utiliza también para determinar la cantidad de material orgánico en residuos industriales y municipales que contienen compuestos tóxicos. La DQO es siempre mayor que la demanda bioquímica de oxígeno (DBO), debido a que muchos compuestos pueden ser oxidados químicamente, pero no es posible hacerlo biológicamente.

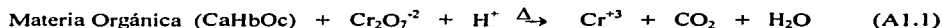
Para las muestras de una fuente específica, la DQO puede relacionarse empíricamente con la DBO, el carbono orgánico, o la materia orgánica (esto puede ser muy útil, ya que para la

determinación de DQO se requieren de 3 horas en comparación de los 5 días necesarios para la determinación de DBO).

Como se mencionó anteriormente la prueba de DQO se basa en la norma mexicana NMX-AA-030-1981 y en los métodos estándar (APHA, 1992), en donde se pueden encontrar tres técnicas para la determinación de la DQO, estas son: Reflujo abierto, reflujo cerrado - método titulométrico y reflujo cerrado - método colorimétrico. De las técnicas anteriores el método de reflujo abierto es adecuado para una amplia gama de residuos en los que se prefiere un gran tamaño de muestra. Sin embargo, el método de reflujo cerrado colorimétrico es el más fácil de utilizar a nivel laboratorio.

La mayor parte de la materia orgánica es oxidada por una mezcla a ebullición de los ácidos crómico y sulfúrico. Se somete a reflujo una muestra en una solución ácida fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). Después de la digestión, el $K_2Cr_2O_7$ no reducido que quede se determina con sulfato de amonio ferroso para determinar la cantidad de $K_2Cr_2O_7$ consumido y calcular la materia orgánica oxidable en términos de equivalentes de oxígeno.

La reacción principal que se lleva a cabo puede ser representada de forma general sin balancear de la siguiente manera.



Cuando la muestra es digerida, el ion dicromato oxida al material DQO presente en la muestra. Esto resulta en el cambio del cromo de su estado hexavalente (VI) a su estado trivalente (III). Ambas especies del cromo son coloreadas y se absorben en la región visible del espectro. El ion cromo (Cr^{+3}) absorbe fuertemente la luz en los 600 nm, longitud de onda en la cual el dicromato tiene casi cero absorción (APHA, 1992).

Los compuestos alifáticos de cadena lineal volátiles no se oxidan de forma apreciable. Esto ocurre en parte porque los compuestos orgánicos volátiles están presentes en forma de vapor y no entran en contacto con el líquido oxidante. Los compuestos alifáticos de cadena lineal se oxidan con mayor eficacia cuando se añade sulfato de plata (Ag_2SO_4) como catalizador. Sin embargo, el Ag_2SO_4 reacciona con el cloro, el bromo y el yodo para producir precipitados oxidados sólo parcialmente. Las dificultades causadas por la presencia de haluros pueden ser superadas en gran medida, aunque no del todo, mediante la formación de un complejo con el sulfato de mercurio ($HgSO_4$) antes del procedimiento de reflujo.

Las especies inorgánicas reducidas, tales como el hierro ferroso, el sulfuro, el manganeso manganoso, etc., resultan oxidadas cuantitativamente bajo las condiciones de la prueba. Para muestras que contengan niveles significativos de estas especies, se puede suponerse una oxidación estequiométrica a partir de una concentración inicial conocida de las especies que interfieren, y se pueden hacer las correcciones para el valor de DQO obtenido.

Es probable que exista una cierta cantidad de peróxido de hidrógeno residual al final del proceso, lo cual se puede reflejar en los resultados finales de DQO, debido a que el H_2O_2

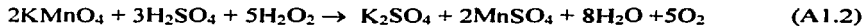
reacciona con el dicromato en la solución acuosa lo cual provoca un aumento de la DQO, sin embargo se ha observado que existe una relación lineal entre el aumento de DQO y el H₂O₂ residual, de manera que se generan 0.26 mg/L de DQO por cada 1 mg/L de H₂O₂ residual (Metcalf y Eddy, 1991; APHA, 1992).

En el presente trabajo la DQO se considera como el parámetro más importante en la determinación de las condiciones óptimas de experimentación, ya que indica de una manera muy clara la cantidad de contaminantes que contiene el agua.

La concentración de DQO es determinada utilizando una curva de calibración elaborada previamente con muestras de concentración conocida utilizando hidrogenofalato de potasio (C₈H₅KO₄) como estándar, el cual tiene una concentración de 1.176 mg O₂/mg. A partir de dicha curva de calibración se puede obtener la concentración de DQO de la muestra problema extrapolando, las lecturas de absorbancia obtenidas en el espectrofotómetro.

Peróxido de Hidrógeno

El peróxido de hidrógeno reacciona con el permanganato en disolución ácida, con reducción de éste y desprendimiento de oxígeno (Bermejo 1991).



De tal manera, teniendo una solución de permanganato de potasio en solución ácida y produciendo en dicha solución peróxido de hidrógeno, el permanganato será consumido, de manera que es posible determinar la concentración de éste. El ion permanganato debe absorber en la región ultravioleta-visible, y lo hace tanto a 525 nm como a 227 nm como resultado de la absorción por parte de los electrones π (Schenk *et al.*, 1984).

Hierro II

El hierro II reacciona con 1,10-fenantrolina para formar un complejo rojo naranja. La intensidad de color es dependiente de la acidez en un rango de pH de 2-9, y es estable por largos periodos. Plata, bismuto, cobre, níquel y cobalto interfieren seriamente. El complejo de hierro-fenantrolina absorbe a 515 nm (APHA, 1992).

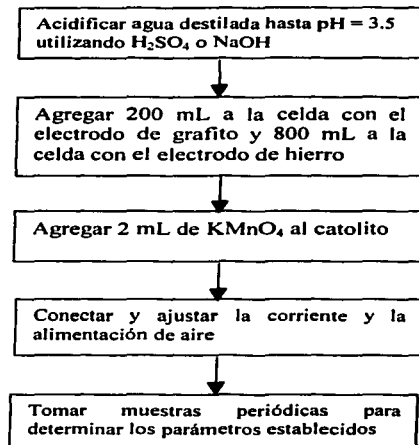
SST

Los sólidos suspendidos totales o el residuo no filtrable de una muestra de agua natural o residual, industrial o doméstica, se definen como la porción de sólidos retenidos por un filtro de fibra de vidrio que posteriormente se seca a 103-105°C hasta peso constante.

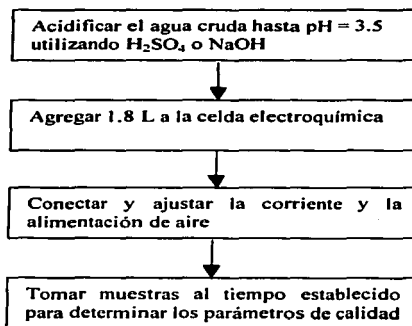
Una muestra bien mezclada se pasa a través de un filtro estándar de fibra de vidrio, previamente pesado, y el residuo retenido se seca a 103-105°C hasta peso constante. El incremento de peso del filtro representa el total de sólidos suspendidos.

Este método es aplicable a aguas potables, superficiales, y salinas, aguas residuales domésticas e industriales y lluvia ácida, en un intervalo de 4 a 20,000 mg/L (APHA, 1992)

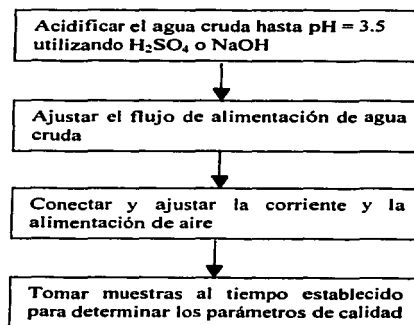
**ANEXO A2 Diagramas de flujo de
las técnicas analíticas y curvas de
calibración**

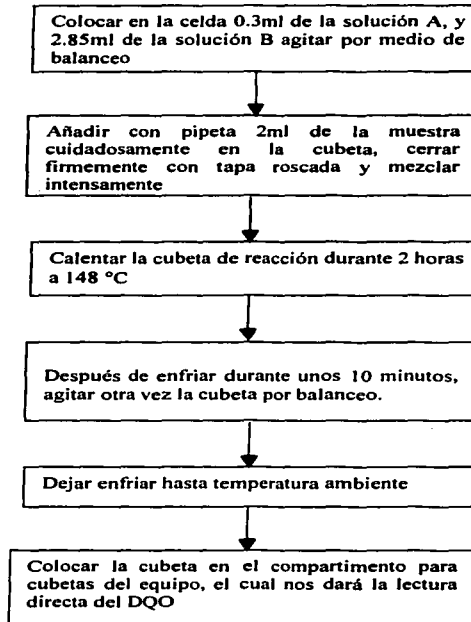
DETERMINACIÓN DE LA GENERACIÓN DE $\text{Fe}^{2+}:\text{H}_2\text{O}_2$ 

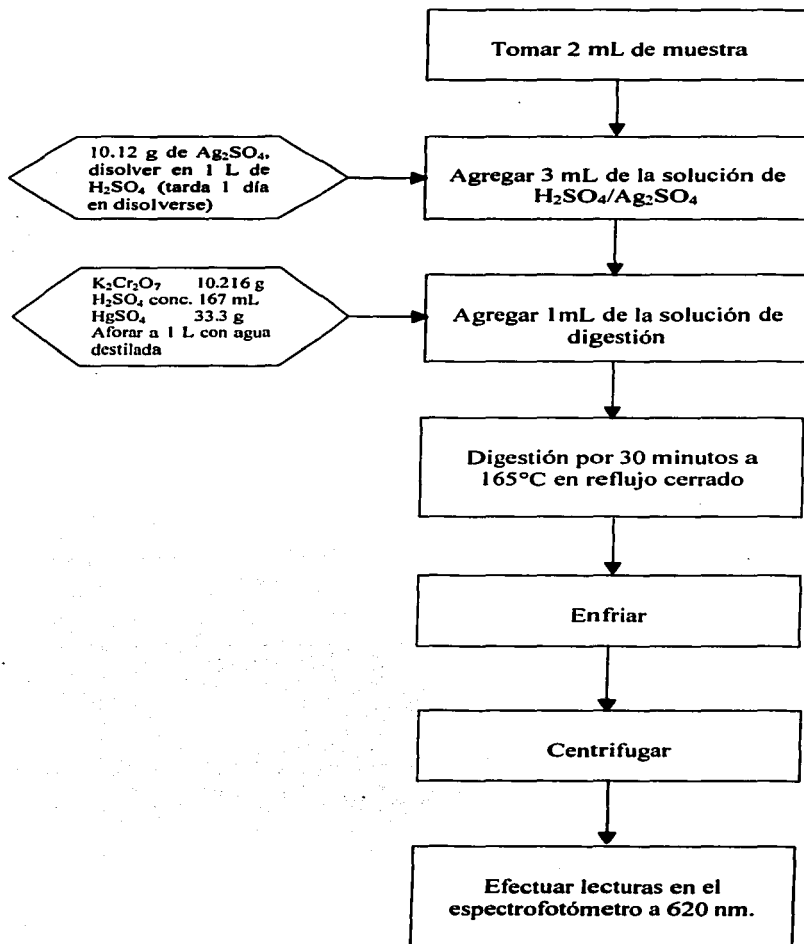
DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN

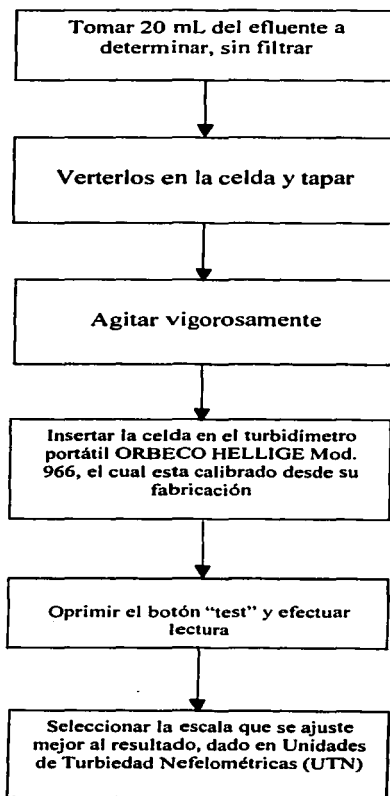


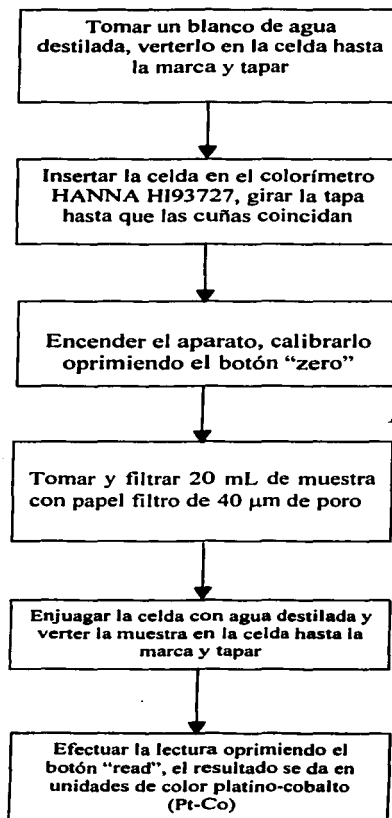
EVALUACIÓN DEL SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL

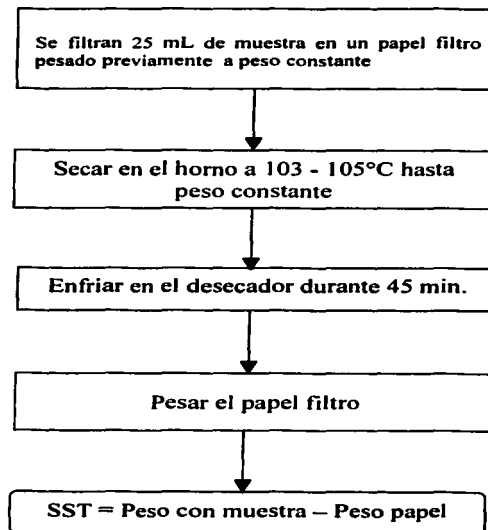


DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO) (MERCK)

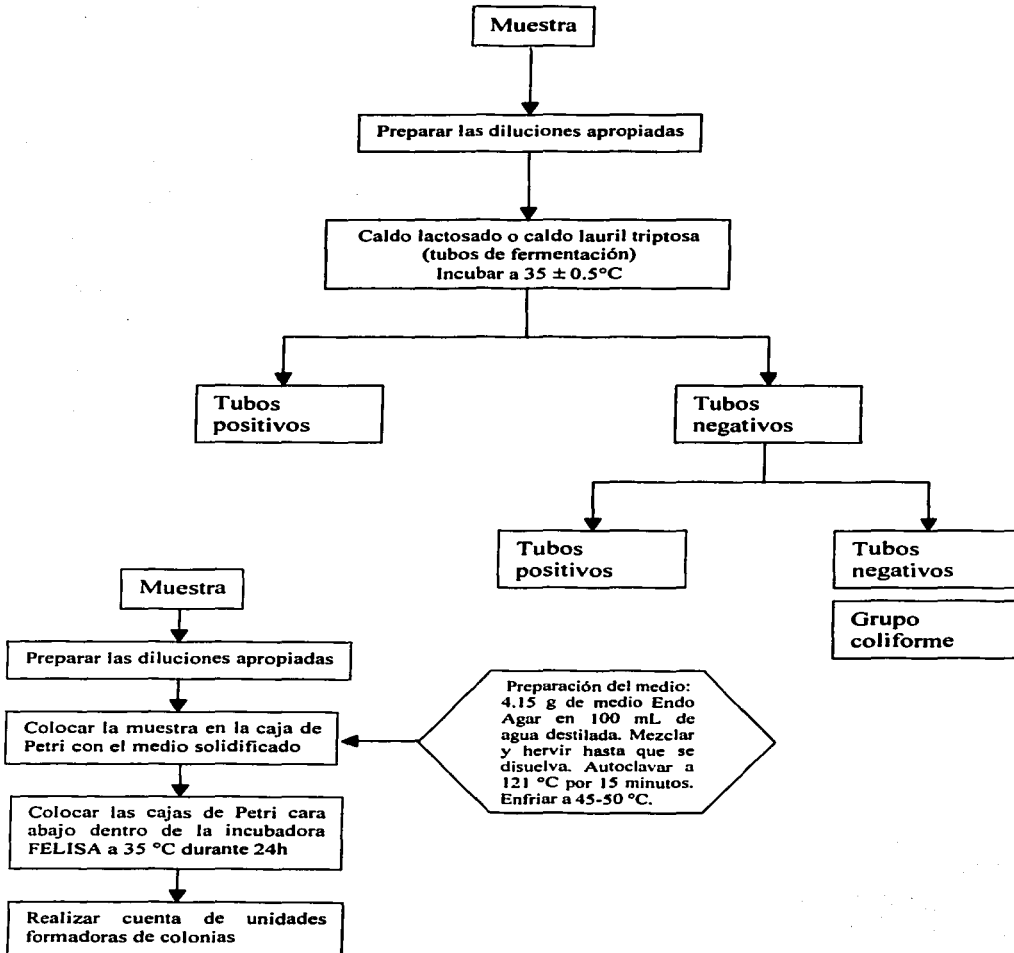
DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO) (APHA, 1998)

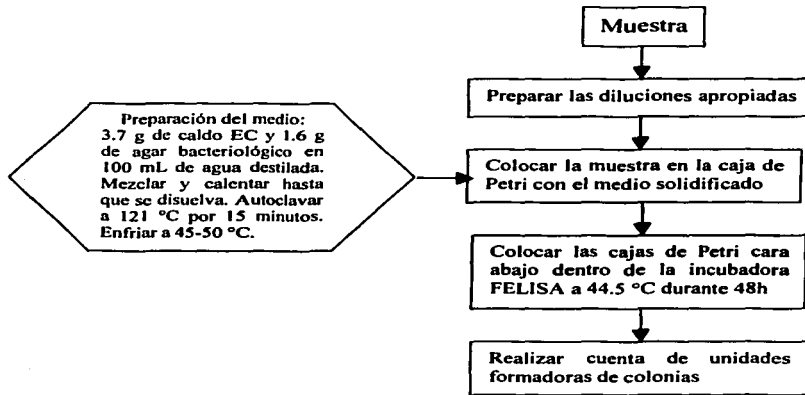
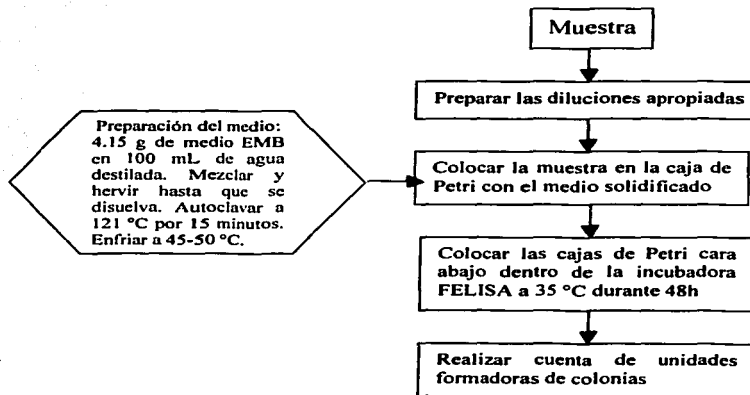
TURBIEDAD

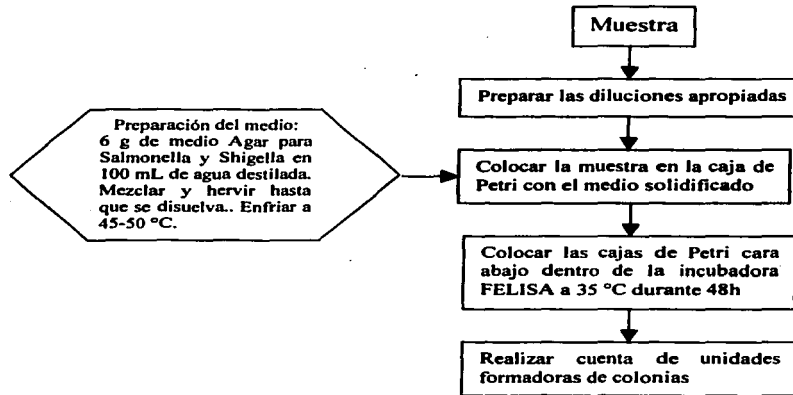
COLOR

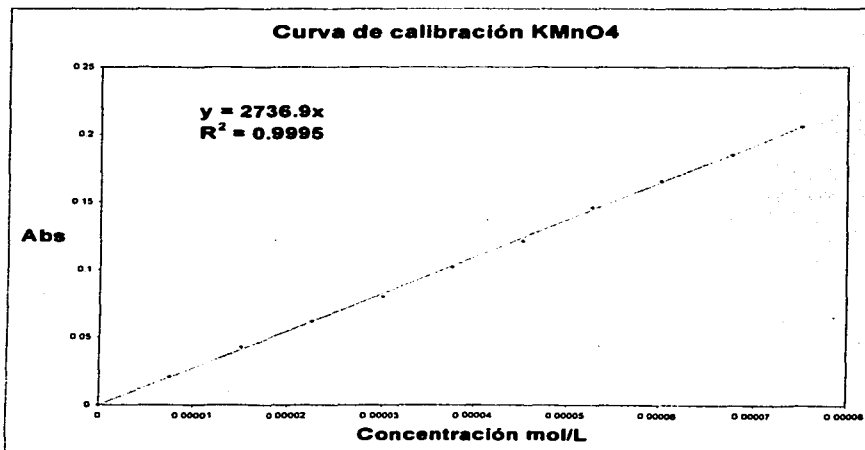
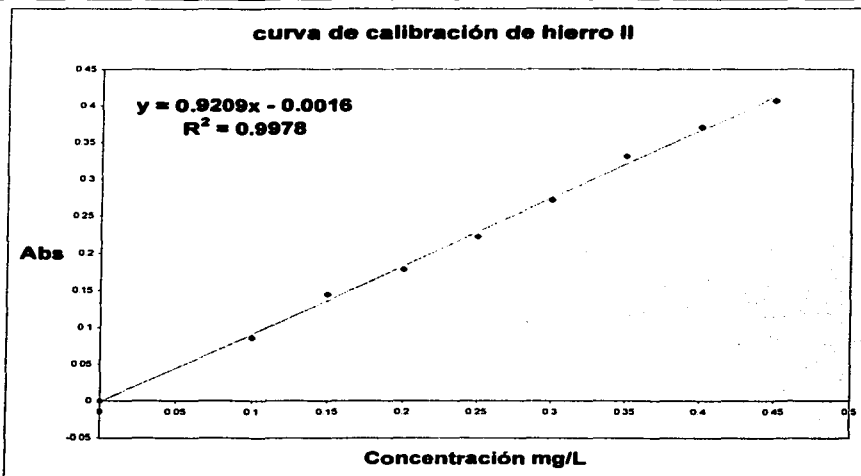
SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES

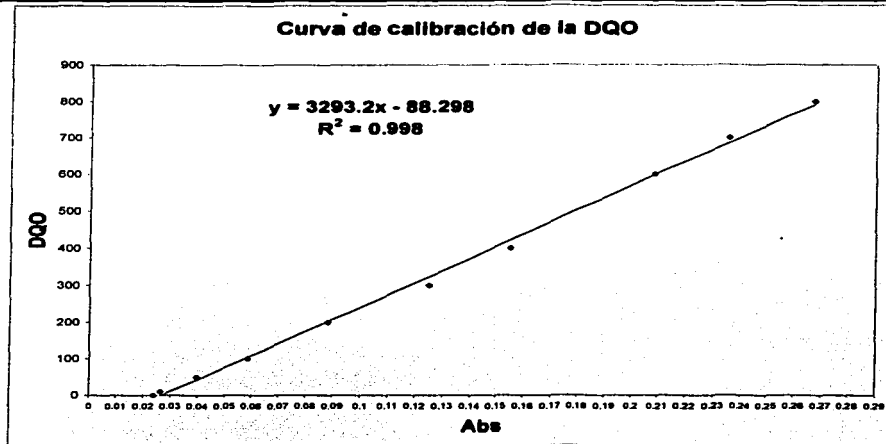
COLIFORMES TOTALES (C.T.)



COLIFORMES FECALES (C.T.)***ESCHERICHIA COLI (E. C.)***

SALMONELLA Y SHIGELLA (SS)





ANEXO A3
Reporte fotográfico

A2.1 Muestreo



Foto A2.1 Punto de muestreo en PTARCU



de Foto A2.2 El punto de muestreo es posterior a la separación de sólidos gruesos



Foto A2.3 El muestreo se realizó en la región de mayor turbulencia



Foto A2.4 En cada muestreo se recolectaron tres bidones de 20 L de agua residual

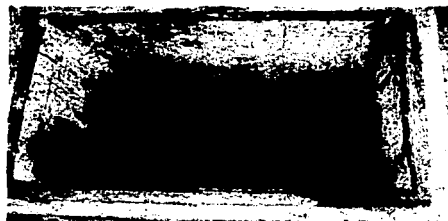


Foto A2.5 Punto de muestreo de agua residual industrial



Foto A2.6 El muestreo se realizó de acuerdo con la norma mexicana vigente



Foto A2.7 En cada muestreo se recolectó un mínimo de 60 L de agua residual

A2.2 EQUIPO

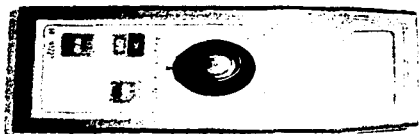


Foto A2.8 Colorímetro de ion específico HANNA HI93727

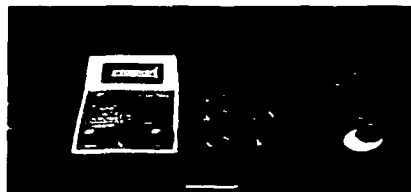


Foto A2.9 Turbidímetro Orbeco – Hellige 996

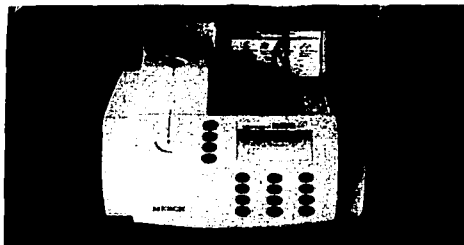


Foto A2.10 Spectroquant Nova 60

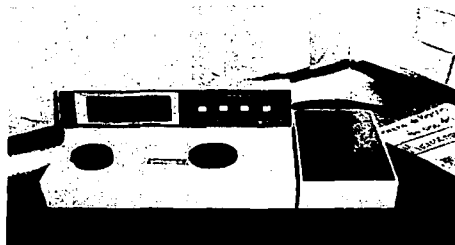


Foto A2.11 Espectrofotómetro Spectronic 21D



Foto A2.12 Autoclave Equipar Thermolyne



Foto A2.13 Campana de flujo laminar SEV-CFL 102

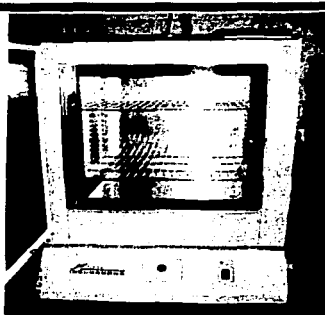


Foto A2.14 Incubadora Felisa



Foto A2.15 Tratamiento por lotes de agua residual



Foto A2.16 Tratamiento por lotes de agua residual de tipo industrial



Foto A2.17 Celda electroquímica y fuente de poder del sistema piloto experimental



Foto A2.18 Etapas de separación de sólidos del sistema piloto experimental



Foto A2.19 Sistema piloto experimental

A2.3 Resultados



Foto A2.20 Agua residual mixta en diferentes tiempos de tratamiento (a 0.8 A) para la selección de mejor amperaje



Foto A2.21 Agua residual mixta en diferentes etapas del sistema piloto experimental



Foto A2.22 Agua residual mixta en diferentes etapas de tratamiento (a 1.0 A) para la selección de mejor tiempo



Foto A2.23 Agua residual industrial en diferentes etapas de tratamiento a 1.0 A



25 2:06PM

Foto A2.24 Prueba presuntiva para coliformes totales en el agua cruda



25 2:08PM

Foto A2.25 Prueba presuntiva para coliformes totales en el agua tratada



27 12:11 PM

Foto A2.26 Prueba confirmativa para coliformes totales en el agua cruda



12 PM

Foto A2.27 Apreciación del gas en las campanas de Durham en la prueba confirmativa de coliformes totales

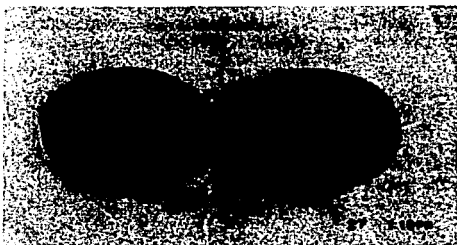
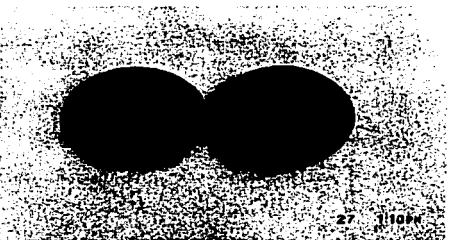


Foto A2.28 Prueba de coliformes totales en el agua tratada (derecha) y en el agua cruda (izquierda) sin diluir

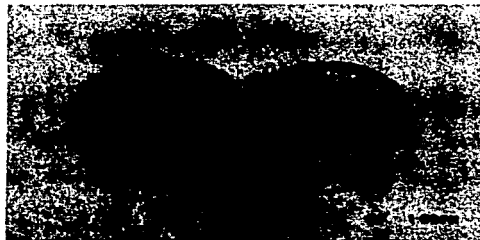


Foto A2.29 Prueba de coliformes fecales en el agua tratada (derecha) y en el agua cruda (izquierda) sin diluir



27 11:04 PM

Foto A2.30 Prueba de *Escherichia coli* en el agua tratada (derecha) y en el agua cruda (izquierda) sin diluir



1:06 PM

Foto A2.31 Prueba de *Salmonella* y *Shigella* en el agua tratada (derecha) y en el agua cruda (izquierda) sin diluir

ANEXO A4
de resultados

Tablas

Tabla A3.1.1 Experimentos para determinar la generación de Fe²⁺ Corrida 1

experimento	tiempo [s]	absorbancia	concentración [mg/L]
inicial	0	0.000	0.0000
inicial	0	0	0.0000
1-A	300	0.83	0.9030
1-A	300	0.834	0.9074
1-B	600	0.836	0.9095
1-B	600	0.84	0.9139
1-C	900	0.862	0.9378
1-C	900	0.866	0.9421
1-D	1200	0.874	0.9508
1-D	1200	0.872	0.9486
1-E	1500	0.882	0.9595
1-E	1500	0.878	0.9552

Tabla A3.1.2 Experimentos para determinar la generación de Fe²⁺ Corrida 2

experimento	tiempo [s]	absorbancia	concentración [mg/L]
inicial	0	0.000	0.0000
inicial	0	0	0.0000
2-A	300	0.835	0.9085
2-A	300	0.832	0.9052
2-B	600	0.838	0.9117
2-B	600	0.84	0.9139
2-C	900	0.864	0.9400
2-C	900	0.865	0.9410
2-D	1200	0.87	0.9465
2-D	1200	0.873	0.9497
2-E	1500	0.883	0.9606
2-E	1500	0.88	0.9573

Tabla A3.1.3 Experimentos para determinar la generación de Fe²⁺ Corrida 3

experimento	tiempo [s]	absorbancia	concentración [mg/L]
inicial	0	0.000	0.0000
inicial	0	0	0.0000
3-A	300	0.816	0.8878
3-A	300	0.814	0.8857
3-B	600	0.822	0.8943
3-B	600	0.818	0.8900
3-C	900	0.859	0.9345
3-C	900	0.858	0.9334
3-D	1200	0.865	0.9410
3-D	1200	0.868	0.9443
3-E	1500	0.874	0.9508
3-E	1500	0.877	0.9541

Tabla A3.1.4 Experimentos para determinar la generación de H_2O_2 Corrida 1

experimento	tiempo [s]	absorbancia	concentración [mol/litro]
inicial	0	0.610	2.2288E-04
inicial	0	0.611	2.2325E-04
1-A	300	0.483	1.7648E-04
1-A	300	0.482	1.7611E-04
1-B	600	0.437	1.5967E-04
1-B	600	0.436	1.5930E-04
1-C	900	0.37	1.3519E-04
1-C	900	0.371	1.3555E-04
1-D	1200	0.306	1.1181E-04
1-D	1200	0.303	1.1071E-04
1-E	1500	0.221	8.0748E-05
1-E	1500	0.227	8.2941E-05

Tabla A3.1.5 Experimentos para determinar la generación de H_2O_2 Corrida 2

experimento	tiempo [s]	absorbancia	concentración [mol/litro]
inicial	0	0.613	2.2398E-04
inicial	0	0.615	2.2471E-04
1-A	300	0.485	1.7721E-04
1-A	300	0.484	1.7684E-04
1-B	600	0.428	1.5638E-04
1-B	600	0.43	1.5711E-04
1-C	900	0.369	1.3482E-04
1-C	900	0.37	1.3519E-04
1-D	1200	0.304	1.1107E-04
1-D	1200	0.306	1.1181E-04
1-E	1500	0.21	7.6729E-05
1-E	1500	0.215	7.8556E-05

Tabla A3.1.5 Experimentos para determinar la generación de H_2O_2 Corrida 2

experimento	tiempo [s]	absorbancia	concentración [mol/litro]
inicial	0	0.613	2.2398E-04
inicial	0	0.615	2.2471E-04
1-A	300	0.485	1.7721E-04
1-A	300	0.484	1.7684E-04
1-B	600	0.428	1.5638E-04
1-B	600	0.43	1.5711E-04
1-C	900	0.369	1.3482E-04
1-C	900	0.37	1.3519E-04
1-D	1200	0.304	1.1107E-04
1-D	1200	0.306	1.1181E-04
1-E	1500	0.21	7.6729E-05
1-E	1500	0.215	7.8556E-05

BARRIDO 1

Corrida a 0.2 A

Tiempo [min]	DQO [mg/L]	DQO Sol [mg/L]	Turbiedad	Turbiedad f	COLOR	COLOR f
0	181.1428	211.9165	39.3	39.3	550	550
21.2867	177.7235	191.4007	48.9	48.9	550	495
30	217.04545	191.4007	48.75	48.75	550	455
60	205.0779	150.3691	49.05	49.05	550	430

BARRIDO 2

Corrida a 0.4 A

Tiempo [min]	DQO [mg/L]	DQO Sol [mg/L]	Turbiedad	Turbiedad f	COLOR	COLOR f
0	307.6569	239.2709	56.8	24	550	310
10.6433	270.0446	235.8516	82.95	43	550	550
30	259.7867	143.5305	160	46.8	550	550
60	187.9814	172.59455	291.5	11.35	550	170

BARRIDO 3

Corrida a 0.6 A

Tiempo [min]	DQO [mg/L]	DQO Sol [mg/L]	Turbiedad	Turbiedad f	COLOR	COLOR f
0	348.6885	276.8832	52.2	10.685	550	550
7.0955	314.4955	220.46475	91.95	22.55	550	550
30	179.43315	136.6919	280	24.85	550	550
60	116.1761	126.434	392.5	1.35	550	240

BARRIDO 4

Corrida a 0.8 A

Tiempo [min]	DQO [mg/L]	DQO Sol [mg/L]	Turbiedad	Turbiedad f	COLOR	COLOR f
0	311.0762	194.82	48.4	40.7	550	120
5.3216	176.01385	133.2726	48.5	58.9	550	200
30	176.01385	105.9182	203	36.9	550	0
60	51.2094	85.4024	260	10.65	550	20

BARRIDO 5

Corrida a 1.0 A

Tiempo [min]	DQO [mg/L]	DQO Sol [mg/L]	Turbiedad	Turbiedad f	COLOR	COLOR f
0	222.1744	152.07875	50.45	11.125	550	100
4.2573	222.1744	123.0147	121.85	17.385	550	250
30	143.5305	54.6287	374.5	2.475	550	20
60	61.4673	46.08045	554.5	2.615	550	0

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

SELECCIÓN DE TIEMPO DE REACCIÓN PARA AGUA RESIDUAL MIXTA

CORRIENTE SELECCIONADA: 0.1 A

CORRIDA No.1		Corrida No. 2		Corrida No. 3			
0	151.00787	13.52	190 160.33860	13.31	220 216.32300	14.3	170
5	85.14387	15.4	210 111.48947	11.01	220 156.30000	18.23	184.1
10	65.38467	13.6	150 69.77560	17	200 109.40000	13.99	100
15	48.36980	11.53	110 68.12900	11.99	130 90.00000	11.45	100
20	47.82093	7.72	85 58.24940	7.61	80 76.00000	8.01	80
25	50.01640	7.86	90 54.40733	7.69	90 58.55700	8.1	80
30	48.36980	5.01	40 51.11413	4.64	40 55.31500	5.57	50
35	51.66300	3.97	26 53.30960	3.37	20 58.56545	4.38	20
40	51.11413	3.77	50 48.36980	4.41	60 55.24546	3.65	50
45	46.72320	3.26	0 46.72320	3.38	0 58.23650	3.42	18.2
50	43.43000	1.52	0 48.36980	1.48	0 55.00000	2.63	0
55	41.78340	2.9	45 45.62547	3.51	60 50.00000	1.81	0
60	43.43000	3.06	39 45.07660	4.48	40 51.00000	2.3	17.6

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

SELECCIÓN DE TIEMPO DE REACCIÓN PARA AGUA RESIDUAL INDUSTRIAL

CORRIENTE SELECCIONADA: 0.1 A

CORRIDA No.1			Corrida No. 2			Corrida No. 3			
0	863.44	178.6	550	861.79	178.2	550	868.38	178.5	550
5	863.44	143.7	550	794.28	147.5	550	856.85	121.1	550
10	817.33	112	550	800.87	94.2	550	814.04	105.6	550
15	786.05	62.6	550	761.35	64.5	550	785.50	69.3	550
20	777.81	28.7	330	741.59	32.4	450	777.81	31.9	350
25	742.69	18.1	220	655.97	21.7	280	732.81	20.3	260
30	698.78	14.2	160	626.33	21	210	696.58	17.7	180
35	680.12	8.61	130	606.57	11.2	190	683.41	9.2	130
40	628.52	4.35	90	588.45	6.72	120	624.68	5.31	95
45	627.97	3.45	70	562.11	5.81	90	618.09	4.26	72
50	562.11	2.65	70	516.00	4.36	85	563.76	3.42	68
55	565.40	2.42	20	517.65	3.93	32	563.76	3.16	23
60	515.46	2.3	0	488.01	2.86	10	496.79	2.89	12

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL
CORRIDA 1 (C-1)**

AMPERAJE: 1 A

TIEMPO DE OPERACIÓN: 6 h, CON INTERVALOS DE MUESTREO CADA 2, 4 Y 6 h.

C-1							
CORRIENTES							
Parámetro	Tiempo	1	2	3	4	5	6
DQO	2	412.2684	371.1034	382.6296	191.624	185.0376	138.9328
	4	420.5014	376.0432	389.216	171.8648	138.9328	119.1736
	6	408.9752	369.4568	382.6296	168.5716	132.3464	114.2338
Turb	2	69	146.5	186.6	34.8	40.7	6.69
	4	68.3	185.2	298	57	41.7	2.88
	6	69.5	187.2	293	57.5	42.5	2.85
Col	2	350	130	50	50	0	0
	4	350	130	40	30	0	0
	6	350	130	40	30	0	0
SST	2	0.064	0.58	0.6	0.092	0.032	0.008
	4	0.06	0.572	0.588	0.076	0.024	0.012
	6	0.06	0.588	0.592	0.088	0.03	0.012
Cond	2	1135	1141	1138	1150	1173	1127
	4	1135	1137	1125	1142	1171	1127
	6	1135	1138	1128	1143	1174	1127
Temp	2	20	20	21	21.5	21	20
	4	21	21	21.5	21	21	20.5
	6	21.5	21	21.5	21	21	20

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

**SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL
CORRIDA 2 (C-1)**

AMPERAJE: 1 A

TIEMPO DE OPERACIÓN: 6 h, CON INTERVALOS DE MUESTREO CADA 2, 4 Y 6 h.

C-2							
CORRIENTE							
Parámetro	Intervalo	2 h	4 h	6 h	2 h	4 h	6 h
DQO	2	356.284	318.4122	329.9384	185.0376	135.6396	92.828
	4	369.456	328.2918	336.5248	175.158	142.226	89.5348
	6	359.577	323.352	333.2316	168.5716	132.3464	94.4746
Turb	2	60.8	207	281	38.5	47.1	8.06
	4	64.4	208	285	35.3	25.3	2.79
	6	60.6	185.1	278	33	25.6	3.41
Col	2	360	130	60	50	0	0
	4	370	130	40	30	0	0
	6	360	130	40	30	0	0
SST	2	0.06	0.58	0.596	0.084	0.032	0.012
	4	0.056	0.604	0.62	0.092	0.032	0.008
	6	0.06	0.616	0.652	0.072	0.032	0.008
Cond	2	1138	1121	1112	1111	1143	1113
	4	1131	1128	1111	1109	1140	1115
	6	1136	1126	1111	1110	1141	1114
Temp	2	20	20.5	20.5	20	21	21
	4	20.5	20.5	21	21	20.5	21
	6	20.5	21	20.5	20.5	20.5	20.5

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**

SISTEMA PILOTO EXPERIMENTAL

CORRIDA 3 (C-1)

AMPERAJE: 1 A

TIEMPO DE OPERACIÓN: 6 h, CON INTERVALOS DE MUESTREO CADA 2, 4 Y 6 h.

C-3							
CORRIENTE							
Parámetro	2	4	6	2	4	6	2
DQO	2	310.1792	277.2472	283.8336	161.9852	115.8804	74.7154
	4	306.886	273.954	280.5404	181.7444	145.5192	78.0086
	6	308.5326	273.954	285.4802	178.4512	152.1056	76.362
Turb	2	67.9	235	312	39.12	32	2.33
	4	67.9	182	302	29.5	14	1.96
	6	62.7	185.7	304	30.3	12	1.66
Col	2	370	130	70	60	0	0
	4	370	130	40	30	0	0
	6	370	130	40	30	0	0
pH	2	3.5	5.72	5.77	5.87	5.92	5.9
	4	3.5	5.76	5.73	5.9	5.95	5.89
	6	3.5	5.75	5.72	5.82	5.87	5.83
Cond	2	1134	1130	1114	1118	1132	1112
	4	1134	1122	1117	1116	1131	1112
	6	1134	1120	1116	1117	1130	1111
Temp	2	19.5	20.5	21.5	21	21.5	20.5
	4	20	21	21	21.5	21.5	20
	6	20.5	21	21	21	21	20

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

ANEXO A5

de la Celda

Características

EQUIPO

Celda electroquímica cilíndrica formada por contenedor, 1 cátodo de acero dulce (98% de Hierro), y un ánodo de Grafito (Elaborado bajo especificación por Grupo RHOE, México).

Bomba Peristáltica, marca ISMATEC, mod. 78002-40, de flujo variable en ml/min.

Fuente de corriente directa Atomic Laboratories Inc. mod. 79538-011, con corrector de corriente de 15 A y 120 volt., con alimentación de 110 V.

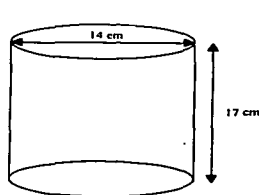
Bomba de diafragma para aire, marca Hagggen, de flujo máximo de 1000 ccm. Motor de 10 W.

CARACTERISTICAS DE LA CELDA.

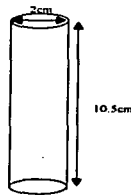
- Dos electrodos concéntricos de Hierro (externo) con un área efectiva de 289.4 cm^2 y grafito (Interno) con área efectiva de 35.8 cm^2 .
- Los electrodos se encuentran conectados a corriente con un conductor de cobre, aislado con material de hule para evitar la interferencia de este metal el proceso electroquímico
- aireación continua y constante sobre el electrodo de grafito
- agitación media para asegurar la mezcla perfecta de los reactivos en el agua mediante un agitador magnético.
- contenedor de vidrio de 2 L

DIMENSIONES

El contenedor de la celda tiene un volumen de 2 L , para fines prácticos se opera con 1.8 L.



CONTENEDOR



ELECTRODOS DE GRAFITO Y Fe

