

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIOR ZARAGOZA

CARRERA DE INGENIERÍA QUÍMICA

DETERMINACIÓN DE LA MEJOR CONFIGURACIÓN DE CELDA
ELECTROQUÍMICA PARA LA GENERACIÓN DE ELECTRICIDAD EN UN
HUMEDAL ARTIFICIAL ASISTIDO ELECTROQUÍMICAMENTE.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE: LINCENCIADA EN INGENIERÍA QUÍMICA PRESENTA: MARIEL MAYRA TOLAMA BERMUDEZ

JURADO DE EXAMEN

DIRECTORA: DRA. MARÍA GUADALUPE SALINAS JUÁRES

ASESOR: DR. EDSON EMILIO HERRERA VALENCIA

ASESOR: M. EN C. EN I.Q. FRANCISCO JAVIER ALMAZAN RUIZ

SINODAL: DR. FAUSTO CALDERAS GARCIA

SINODAL: M. EN C. YENNIFER PAOLA ARAUZ TORRES







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.





CIUDAD DE MEXICO

OCTUBRE 2023

Reconocimientos

Investigación realizada gracias al Programa UNAM-PAPIIT IA107020.

Los reactivos y materiales empleados en esta investigación se financiaron por medio del Programa de Apoyo a Proyectos de investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT), con el proyecto IA107020 de la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA UNAM).

Al equipo de Reología y Fenómenos de Transporte, Unidad Multidisciplinaria de Investigación Experimental (UMIEZ) de la Facultad de Estudios Superior Zaragoza (FES-Z), que nos brindaron el espacio para llevar la parte práctica de laboratorio del proyecto.

Facultad de Estudios Superior Zaragoza, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM).

Esta tesis es producto de la Línea de Investigación "Bio-energía a partir del tratamiento de residuos", con registro LI-FESZ-671122. Por lo tanto, también es producto de la Unidad de Investigación en Bio-Ingeniería con registro UI-FESZ-110323.





Agradecimientos

Este trabajo no es el producto de una sola persona.

Quiero agradecer primeramente a Jehová Dios, que él nos ayuda a poder cumplir nuestras metas, ya que él nos brinda las fuerzas y todas las habilidades para lograrlo.

Detrás de esta tesis se encuentra mi familia, mi esposo Rodolfo Sandoval, mi gemela Mayra Bermudez. Gracias por su apoyo, por su paciencia. Por siempre estar cuando los necesito, ustedes son una parte muy importante, gracias por todo su amor. Ustedes trabajaron duro por este proyecto, me brindaron las herramientas y contribuyeron con el proceso de este.

María Bermudez, Lupita Puebla, Juan Bermudez y Alejandro Puebla. Ellos son el gran pilar de mi vida, me brindaron la ayuda necesaria para poder seguir avanzando, sin ellos no podría ser la persona que soy, ni haber llegado a donde estoy.

A mis amigos (Anahí, Anahí Ara, Jonathan, Irving, etc.) que me brindaron la ayuda en la FES-Z, ustedes fueron una pieza clave para mi estancia en la facultad.

A la UNAM que me brindó la oportunidad de alcanzar mi meta como profesional. Al apoyo de los compañeros de servicio social del proyecto, a los tesistas que brindaron su ayuda y compañía.

Finalmente, a la persona que me brindó la oportunidad de ser parte de este proyecto, a la Dra. M. Guadalupe Salinas Juárez, gracias por creer en sus estudiantes, y brindarles las herramientas para lograr sus metas, por darles ese apoyo. Por siempre tener una actitud positiva y ser paciente. También por no solo ser una asesora, sino una buena compañía, y gracias por hacernos parte de sus anécdotas.

Gracias por todo, y hago llegar mi más grande afecto hacia ustedes.

Mariel Tolama





Índice

| Índice de figuras | 7 |
|---|----|
| Índice de tablas | 8 |
| Nomenclatura | 10 |
| Resumen | 11 |
| Capítulo I Introducción | 12 |
| 1.0. Problemática | 12 |
| 1.1.1 Calentamiento Global | 12 |
| 1.1.2 Tratamiento de Aguas Residuales | 13 |
| 1.2 Justificación | 14 |
| 1.2.1 Energías renovables | 14 |
| 1.3 Antecedentes | 15 |
| Capítulo ll Objetivos | 20 |
| 2.1. Objetivo General | 20 |
| 2.2 Objetivos específicos | 20 |
| 2.3 Metas y alcances | 20 |
| Capítulo III Fundamentos teóricos | 22 |
| 3.0. Humedales de tratamiento de agua residual | 22 |
| 3.0.1 Plantas para humedales de tratamiento | 22 |
| 3.0.2 Mecanismos de remoción de contaminantes | 23 |
| 3.1 Electroquímica | 24 |
| 3.1.1. Tipos de celdas electroquímicas | 24 |
| 3.1.2. Celdas de combustible | 25 |
| 3.2. Bioenergéticos para la generación de electricidad | 25 |
| 3.2.1. Sistemas bioelectroquímicos microbianos | 25 |
| 3.3. Celdas de combustible microbianas vegetales (CCMV) | 26 |
| 3.3.1 Configuraciones de CCM | 27 |
| 3.4. Humedales artificiales asistidos electroquímicamente | 29 |
| 3.4.1. Microorganismos y generación de electricidad | 30 |
| 3.4.2. Biopelícula | 30 |
| 3.5 Materiales del HAAE | 31 |
| 3.6. Métodos para la determinación del desempeño | 31 |
| 3.6.1. Demanda química de Oxigeno (DQO) | 32 |







| 3.6.2. Remoción de materia orgánica (ηDQO) | 32 |
|--|----|
| 3.7.1. Curvas de polarización | 32 |
| Capítulo IV. Materiales y métodos | 35 |
| 4.0. Metodología | 35 |
| 4.1. Activación de Electrodos | 35 |
| 4.2 Construcción del Sistema Experimental (Prototipo) | 36 |
| 4.3 Solución nutritiva | 40 |
| 4.2.1. Configuración de ánodos y cátodos | 41 |
| 4.3. Metodología para la evaluación de volumen en HAAE | 42 |
| 4.4. Operación del sistema experimental | 47 |
| 4.5. Evaluación y seguimiento del sistema experimental | 48 |
| Capítulo V Resultados y discusión | 51 |
| 5.1. Mediciones de pH y temperatura (pH y °C) | 51 |
| 5.2. Resultados de pH | 52 |
| 5.3. Potenciales de electrodo y diferencia de potenciales | 53 |
| 5.4. Remoción de materia orgánica | 59 |
| 5.4.1. Curva de calibración DQO | 59 |
| 5.4.2. Remoción de materia orgánica en las celdas | 60 |
| 5.5. Desempeño electroquímico de los HAAE | 61 |
| 5.6 Conductividad Eléctrica (µS/cm) | 66 |
| 5.7. Oxígeno Disuelto (OD) | 67 |
| Capítulo VI Conclusiones y perspectivas | 69 |
| 6.1 Conclusiones | 69 |
| 6.2 Perspectivas y sugerencias | 70 |
| ANEXOS | 72 |
| Anexo A.2. Método para la determinación de la Demanda química de | • |
| (DQO) | |
| Anexo A3. Construcción de un electrodo de referencia (ER) | |
| Anexo A.4 Técnica de calibración de pH | |
| Anexo A.5 Técnica de calibración Oxígeno disuelto | |
| Anexo A 6 Calibración electrodo de conductividad eléctrica (CF) | 86 |









| No. de figura | Descripción de la figura | Página |
|------------------|---|--------|
| 1 | Configuración general de una CCM | 26 |
| 2 | CCM de dos cámaras tipo H | 28 |
| 3 | CCM de una cámara | 29 |
| 4 | Curva de polarización | 34 |
| 5 | Activación de electrodos | 36 |
| 6 | Cultivo de carrizo y limpieza | 37 |
| 7 | Trasplante y elección de carrizos para el humedal | 37 |
| 8 | Ensamblaje del humedal | 37 |
| 9 | Revisión de fugas del humedal y raíces del carrizo | 38 |
| 10 | Activación de electrodos y configuración del material | 38 |
| 11 | Ensamble de la CCM | 38 |
| 12 | Ensamble del HAAE | 39 |
| 13 | Revisión final | 39 |
| 14 | Construcción del invernadero provisional para el sistema experimental | 43 |
| 15 | Cultivo de la especie vegetal | 44 |
| 16 | Configuración general de las celdas | 44 |
| 17 | Contenedor de las CPP | 45 |
| 18 | Montaje de las celdas CPP | 45 |
| 19 | Contenedor de las CPM | 45 |
| 20 | Montaje de las celdas CPM | 46 |
| 21 | Contenedor de las CPG | 46 |
| 22 | Montaje de las celdas CPG | 47 |
| 23 | Celda con cátodo y resistencia eléctrica | 47 |
| 24 | Diagrama de etapas de experimentación del sistema | 49 |
| 25 | Parámetros de control empleados en el estudio | 49 |





| 26 | Grafica de temperatura | 52 |
|------------|---|------------|
| 2 7 | Grafica de pH | 53 |
| 28 | Potencial de ánodo en las celdas | 55 |
| 29 | Potencial de cátodo en las celdas | 56 |
| 30 | Diferencia de potenciales (voltaje) en las celdas | 57 |
| 31 | Comportamiento de potenciales en CPG1 | 58 |
| 32 | Comportamiento de potenciales en CPC1 | 59 |
| 33 | Curva de calibración de DQO | 60 |
| 34 | Curva de densidad de corriente CPC | 63 |
| <i>35</i> | Curva de densidad de corriente CPM | 64 |
| 36 | Curva de densidad de corriente CPG | 65 |
| A.1.1. | Medición de la resistencia eléctrica de los electrodos recién construidos | 74 |
| A.2.1. | Curva patrón | <i>7</i> 6 |
| A.5.1 | Calibración del sensor de OD 0% | 84 |
| A.5.2 | Diagrama del electrodo de OD modelo HI764080 | 85 |
| A.6.1 | Montaje del sensor de CE | 86 |
| A.6.2 | Calibración del sensor de CE | 87 |
| A.6.3 | Estándar del sensor de CE | 88 |

| | Índice de | tablas |
|--------------------|--|--------|
| Número de tabla | Descripción de la tabla | Página |
| 1 | Comparación de CCMs con diferentes dimensiones y volumen | 17 |
| 2 | Características de una CCM tipo PEM | 17 |
| 3 | Comparación de CCMs con respecto a la distancia entre electrodos y volúmenes | 18 |
| 4 | Comparación de diferentes sistemas experimentales | 19 |





| 5 | Parámetros de contaminación evaluados en un humedal artificial y sus mecanismos de remoción | | |
|-------|---|----|--|
| 6 | Características de un HAAE prototipo | | |
| 7 | Composición de solución nutritiva | 40 | |
| 8 | Materiales para diferentes tipos de configuración | 41 | |
| 9 | Características de los HAAE construidos | 43 | |
| 10 | Remoción de materia orgánica (DQO) para cada configuración | 60 | |
| 11 | Comparación de densidad de potencia entre las diferentes configuraciones | | |
| 12 | Valores de conductividad eléctrica en los HAAE | | |
| 13 | Oxígeno Disuelto en los HAAE | | |
| A.1 | Medición de la resistencia eléctrica de los electrodos recién construidos | | |
| A.2 | Disoluciones empleadas para la DQO | | |
| A.2.1 | Soluciones estándar para la curva de calibración de DQO | 76 | |
| A.3. | Proceso de construcción del electrodo de referencia (ER) | 80 | |





Nomenclatura

| | Nomenciatura |
|-------------|---|
| μS | Micro siemens |
| μL | Microlitro |
| Ag/AgCl | Plata/Cloruro de plata |
| CCM | Celdas de combustible microbianas |
| CCMV | Celda de combustible microbiana con especie vegetal |
| CE | Conductividad eléctrica |
| Cm | Centímetros |
| cm²; m² | Centímetro cuadrado, metro cuadrado |
| CPG | Celda de Placa grande |
| CPM | |
| CPP | Celda de Placa Pequeña |
| DP | Densidad de Potencia |
| DQO | Demanda Química de Oxígeno |
| E.R. | Electrodo de Referencia |
| h | Hora |
| HAAE | Humedal artificial asistido electroquímicamente |
| HT | Humedal de tratamiento |
| L | Litros |
| m^3 | Metro cúbico |
| mA | Miliampere |
| mg | Miligramo |
| MIP | Membrana de intercambio protónico |
| ml | Mililitro |
| mV | Milivolt |
| mW | Miliwatt |
| Ø | Diámetro |
| OD | Oxígeno disuelto |
| PEM | Proton exchange membrane (por sus siglas en ingles) |
| pH, T, | Potencial de hidrogeno, Temperatura |
| PVC | Cloruro de polivinilo (por sus siglas en inglés) |
| SBE | Sistemas bio-electroquímicos |
| SN | Solución Nutritiva |
| | Voltaje en circuito abierto |
| VCC | Voltaje en circuito cerrado |
| W | Watt |
| $R(\Omega)$ | Resistencia (ohm) |
| | |





Resumen

El uso incontrolado de combustibles fósiles ha incrementado la crisis energética global, lo que ha llevado a la búsqueda de fuentes de energía alternativa. (Sánchez, 2011) Un sistema biolectroquímico implementado en humedales artificiales puede generar electricidad de manera sustentable y al mismo tiempo contribuir con el tratamiento de aguas residuales, por medio de un sistema denominado como humedal artificial asistido electroquímicamente (HAAE).

El objetivo de esta investigación consistió en determinar la mejor configuración de celda electroquímica, en términos de sus dimensiones, para la generación de electricidad en un humedal artificial asistido electroquímicamente a escala laboratorio, utilizando diferentes relaciones entre dimensión de ánodo y volumen (1.0, 5.7 y 15 L). El desempeño de una celda de combustible microbiana con especie vegetal (CCMV) depende de varios factores en los cuales se incluyen: su diseño, materiales, y hasta las condiciones de operación. Para determinar la configuración que más favorezca la transferencia de electrones, la degradación de la materia orgánica y al mismo tiempo mantenga un valor económico viable, se dio seguimiento a los parámetros eléctricos en el sistema experimental. Se registró el potencial de los electrodos (ánodo y cátodo), corriente y potencia eléctrica. Se evaluó, también, la influencia del pH, temperatura, conductividad eléctrica y oxígeno disuelto. Se hicieron algunas mediciones de DQO que se relacionan con los valores voltaje correspondientes Los resultados obtenidos sugieren que la configuración con dimensiones mayores (CPG) alcanzó un voltaje de 715 mV y obtuvo una remoción de materia orgánica mayor (70 %).

Los mayores valores de densidad de potencia con respecto al área del ánodo fueron dados por la configuración CPC 2 con 15.19 mW/m² y, con respecto al volumen de la zona anódica, se registraron en la configuración CPG3 con 69.53 mW/m³. Los resultados obtenidos nos acercan más a una aplicación a escala real.





Capítulo I Introducción

1.0. Problemática

1.1.1 Calentamiento Global

A lo largo de los años el impacto del ser humano en el ambiente ha sido irreparable en los ecosistemas terrestres y acuáticos. La Organización de las Naciones Unidas reporta que un 75 por ciento de los ecosistemas terrestres y un 66 por ciento de los marinos ya están gravemente alterados, y se han perdido más de 85 por ciento de los humedales que existían en el año 1700 (Zhang, 2019). Otra gran contribución a estos problemas es el calentamiento global, que consiste en el aumento de la temperatura de la tierra, mismo que se refleja en los océanos y en la atmósfera; esto es principalmente causado por la emisión de gases de efecto invernadero expedidos por la actividad humana. Tales causas radican en el uso de combustibles fósiles, la agricultura, la deforestación y la descomposición de los residuos. Por ejemplo, en nuestro país, alrededor del 80% de la electricidad que utilizamos a diario es producida por la quema de combustibles fósiles (CFE, 2021). Es necesario encontrar alternativas que sean menos contaminantes para la generación de electricidad.

Ante esta problemática se han visto incendios, inundaciones, sequías, tormentas y más desastres naturales que han afectado la vida como la conocemos. El equilibrio de estaciones o simplemente el planeta al cual estamos acostumbrados lamentablemente cambiará, es por eso por lo que es de vital importancia hacer cambios y buscar la forma de como desacelerar el catastrófico destino del planeta. Peter Kalmus científico del clima de la NASA comenta: "El colapso de la Tierra solo empeorará cada vez más, horriblemente, hasta que acabemos con la industria de los combustibles fósiles y terminemos con el capitalismo de encierro, y hagamos la transición a un sistema que ponga a la Tierra y a las personas primero" (Kalmus, 2018).





1.1.2 Tratamiento de Aguas Residuales

Además del calentamiento global, un reto de gran relevancia es la depuración de las aguas residuales. El tratamiento de aguas residuales es también conocido como proceso de depuración de un sistema, y se utiliza para remover contaminantes del agua a través de medios físicos, químicos y/o biológicos.

Algunas consecuencias dañinas al medio ambiente que resultan de la falta de tratamiento de aguas son:

- Toxicidad: afecta a la flora y fauna
- Infecciones: diferentes organismos patógenos son transmitidos y afectan a los organismos terrestres y marinos.
- Contaminación térmica de las reservas que contienen el agua: elevando la temperatura de las zonas donde se desechan.
- Malos olores: las bacterias y sustancias contenidas en aguas residuales generan gases.

Por otro lado, los principales problemas para el tratamiento de agua son:

- Las plantas de tratamiento no cuentan con capacidad física suficiente.
- La falta de sistemas de seguimiento.
- La contaminación y explotación de los mantos acuíferos.

Por tanto, es necesario encontrar medios sustentables que tengan el alcance para dar solución, tanto a la crisis energética, como a la contaminación del agua, ya que estos problemas tienen impactos significativos en nuestro medio ambiente. Es por eso que, en los últimos años, la tecnología de celdas de combustible microbianas (CCM), ha captado gran importancia en la comunidad científica, por la posibilidad de transformar los desechos orgánicos (aguas residuales) en electricidad, teniendo un enfoque prometedor para mitigar los dos problemas mencionados.





1.2 Justificación

1.2.1 Energías renovables

El calentamiento global ha obligado la búsqueda de diversas maneras de obtención de recursos que sean amigables con el medio ambiente y con impactos negativos reducidos. Una opción para disminuir las emisiones de CO₂ es desarrollar nuevas formas de transformación de energía de manera sustentable. Las energías renovables son una alternativa para tener energéticos limpios y que nos permiten cuidar el ambiente, se encuentran en la naturaleza en una cantidad ilimitada y una vez consumidas, se pueden regenerar de manera natural (SENER, 2017).

Entre los diferentes tipos de energías renovables se encuentran los siguientes: energía hidráulica, energía eólica, energía solar, energía geotérmica, energía mareomotriz y energía de la biomasa.

Entre 2006 y 2011, la capacidad de producción global de energías renovables, incluyendo grandes hidroeléctricas, creció a tasas promedio anuales muy altas (entre 17% y 58%). La energía solar termoeléctrica aumentó casi 37%, considerando que existía una pequeña cantidad de plantas instaladas al inicio del período. La producción de biocombustibles ha sido variada, con una expansión del biodiésel en 2011, mientras que el etanol se mantiene estable, ligeramente por debajo en comparación con 2010; la energía eólica creció a un ritmo de 27% anual (SENER, 2012).

Un sector poco reconocido dentro de las energías renovables es la biomasa bacteriana, la que se incluye en una celda de combustible para generar una corriente eléctrica. Las celdas de combustible microbianas (CCM) configuran una tecnología emergente con un gran potencial para contribuir decisivamente al desarrollo sustentable de nuestras sociedades (Strik, 2008).





La generación de electricidad por medio de una CCM, implementada en humedales artificiales, puede generar electricidad de manera sustentable y ayudar al tratamiento de aguas residuales, resultando en un dispositivo bioelectroquímico de gran interés denominado "humedal artificial asistido electroquímicamente" (Salinas-Juárez y col. 2022). Este dispositivo, utiliza como fuente principal de combustible, biomasa que proviene de una especie vegetal, aunque esta tecnología en su mayoría se encuentra en procesos de laboratorio, es de vital importancia considerar la como una futura producción sustentable y a su debido tiempo sostenible.

Este dispositivo ofrece simultáneamente dos grandes beneficios: económicos y ambientales. Es por lo que, el estudio de los humedales asistidos con una CCM ha sido objeto de varias revisiones recientes, ya que ayuda a tener un conocimiento más certero y a encontrar mejoras en el dispositivo, para que pronto se lleve a una escala mayor, generando mayores beneficios.

1.3 Antecedentes

La investigación sobre celdas de combustible microbianas se inició en 1911 por el científico inglés M.C. Potter, quien descubrió una diferencia de potencial cuando en uno de los compartimientos de la celda tenía una solución nutritiva estéril y en el otro compartimiento tenía microbios metabolizando la solución. Con la diferencia de potencial que se creaba en dicho sistema, Potter era capaz de obtener corriente cuando aplicaba diferentes resistencias entre los dos compartimentos (Mera, 2015).

Las CCM se distinguen de otros sistemas de generación de electricidad porque: operan eficientemente a temperatura ambiente y produce menor cantidad de CO₂ que cualquier otra tecnología que utilice combustible fósil. Ante varias investigaciones de las CCM, se han variado los diferentes materiales de los electrodos y del soporte de la celda, tanto como las dimensiones de esta, teniendo como





resultado una corriente eléctrica mayor, y al mismo tiempo manteniendo un equilibrio económico.

En el 2015, en la escuela de Ingeniería química de la Universidad del Valle de Colombia, Marcela Alejandra Mera Castro construyó celdas microbianas con dos dimensiones diferentes. Para el diseño de la celda se tomó la consideración de que estas se conformarían con una sola cámara y con un cátodo expuesto (el área superficial de los cátodos sería mayor que la de los ánodos). En la tabla 1 podemos encontrar las dimensiones y resultados obtenidos. Para el material de los electrodos se ocupó grafito de carbono (Mera, 2015).

De acuerdo con los resultados registrados, se llegó a la conclusión de que el mayor problema de su celda se presentó en el área anódica, ya que entre más grande es, mayor dificultad tendrá el consorcio bacteriano para estabilizarse y la transferencia de electrones entre el ánodo y el cátodo será más lenta. El sistema de 10 L tardó 18 días en alcanzar su potencial máximo y la celda de 1 L, a partir del día 14, evidenciando lo ya mencionado referente al ánodo (Mera 2015).

El presente documento muestra el estudio de comparación de humedales artificiales asistidos electroquímicamente (HAAE) con diferentes dimensiones y volúmenes de celda a escala de laboratorio, para ello se consultaron algunos avances previos a lo largo de la investigación, los cuales nos ayudaron a determinar las circunstancias tanto ambientales como de configuración de nuestros HAAE.

Investigadores de UNAM e IPN en el 2008 construyeron una celda de vidrio con las dimensiones y datos mostrados en la tabla 2. El arranque de la CCM consistió en colonizar el electrodo, con el consorcio microbiano contenido en el inóculo, con el propósito de formar una biopelícula; es decir, una comunidad compleja de microorganismos que se adhieren al electrodo y producen un polímero celular como recubrimiento que les ayuda a retener el alimento y protegerse de agentes tóxicos para finalmente producir electricidad (Álzate y col, 2008).

En la investigación llegaron a la conclusión de que un aspecto de mejora en futuros estudios es aumentar el área del ánodo para compensar las pérdidas por muerte y





espacio ocupado por otras bacterias no generadoras de electricidad en la biopelícula (Álzate y col, 2008).

Tabla 1. Comparación de CCMs con diferentes dimensiones y volumen

| Dimensiones y volumen | Densidad de potencia máxima (mW/m²) | Potencia (mW) | Voltaje máximo (mV) | Área del ánodo (m²) |
|----------------------------------|---|------------------|---------------------------|------------------------|
| 11 cm x 11 cm x 0.5 cm (1 L) | 370 | 3.7 | 870 | 0,01 m ² |
| 101 cm x 11 cm x 12 cm (10 L) | 4309 | 176.7 | 589 | 0,041 m ^{2,} |

^{*}Nota: la información de la tabla 1 fue extraída de los resultados de la investigación de Mera 2015*

Tabla 2 Características de una CCM tipo PEM

| Volumen de trabajo | Densidad de potencia máxima Resistencia 600 y 1000 Ω | Membrana de intercambio protónico |
|-------------------------------|--|-----------------------------------|
| 350 ml | 640 mW/m ² y 336 mW/m ² | Nafión 117, película de 183 µm |
| Material de los electrodos | Área de electrodos | Temperatura y pH de la CCM |
| Papel carbón | 1.7 x 1.6 cm, 2.72 cm ² | 35 °C y pH entre 5 y 6 |

^{*}Nota: la información de la tabla 2 fue extraída de los resultados de la investigación de Álzate y col.2008*

En junio del 2011 investigadores de la UNAM, publicaron un estudio de celdas de combustible microbiana, analizando la distancia entre electrodos, con diferentes dimensiones (Buitrón y Pérez, 2011). Se construyeron 3 celdas con diferentes volúmenes, con una sola cámara y sin MIP (Membrana de Intercambio Protónico), dando como resultado los datos de la tabla 3.





En el estudio se llegó a la siguiente conclusión: la distancia entre los electrodos no causa un efecto negativo a la generación de electricidad, ya que para la CCM que obtuvo mayor separación fue la de 120 mL, esta alcanzó un voltaje máximo de 660 mV. Pero al analizar la potencia volumétrica, la distancia, si influenció significativamente. Se determina que, a mayor distancia, menor es la potencia volumétrica, dado que se piensa que esta distancia puede ser un factor que interfiera en el comportamiento de CCM ya que la transferencia de electrones se puede ver afectada (Salinas-Juárez y col 2022).

Esto deja como resultado que para tratar un mayor volumen de agua se debe de considerar una mejor configuración del sistema que estime la relación área-volumen de la CCM. En donde, además, se aproveche el área de trabajo de cada electrodo y, a su vez, que la distancia entre ellos no afecte las reacciones de cada uno de ellos.

Tabla 3 Comparación de CCMs con respecto a la distancia entre electrodos y volúmenes

| Distancia entres electrodos y volumen | Dimensiones de cátodo y material | Dimensiones de ánodo | Voltaje máx. (mV) | Densidad de potencia (mW/m²) | Densidad de potencia (W/m³) | Potencia (W-h) |
|--|---|---|-------------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|-------------------|
| 2.8 cm (40 ml) | 4.5 mm de diámetro Área: | 4.5 mm de diámetro Área: | 540 | 265 | 9.2 | 8.5 |
| 5.5 cm (80 ml) | 0.001385 cm ² Carbón rígido conteniendo 0.35 mg/cm ² de platino | o.001385 cm ² Electrodo de papel grafito Toray tipo S (E- Tek) | 532 | 271 | 4.7 | 9.3 |
| 8.2 cm (120ml) | como catalizador | | 660 | 392 | 4.5 | 77.3 |

^{*}Nota: la información de la tabla 3 fue extraída de la investigación de Buitrón y Pérez del 2011 *

Tomando en cuenta la información recabada en la investigación, se trabajó con HAAE de diferentes dimensiones y volúmenes, de los cuales se toma en cuenta el rendimiento del área anódica para la mejora geométrica de los sistemas. También se observó que formar una biopelícula sobre el electrodo mejora la producción de





electricidad. En este punto se hará lo posible para que las bacterias tengan una mejor adherencia al electrodo, con los recursos que se tienen.

El concepto de microorganismos usados en las CCM fue explorado desde los años 70 y 80, por Suzuki en 1976 y por Roller en 1984. La idea de que las CCM se podrían utilizar para tratar agua residual doméstica fue introducida años más adelante. Sin embargo, actualmente se han vuelto un estudio atractivo para generar electricidad, desarrollando aplicaciones prácticas para su uso. Por ello, en la tabla 4 se presentan diferentes estudios de las CCM con diferentes dimensiones y características. También se muestra la densidad de potencia máxima que alcanzaron en su investigación.

Tabla 4 Comparación de diferentes sistemas experimentales

| Referencia | Generación máxima (W/m²) | Compartimento del ánodo Compartimento del cátodo | | |
|------------|--------------------------------|--|-------------------------------|--|
| Strik | 0.067 | Tubo de vidrio Altura: 30 cm Ø | Vaso de vidrio Volumen: | |
| (2008) | | 3.5 cm | 300 mL | |
| | | Volumen: 150 ml | Fieltro de grafito | |
| | | Fieltro de grafito | | |
| Timmers | 0.1 | Tubo de vidrio Altura: 30 cm Ø | Vaso de vidrio Volumen: | |
| R | | 3.5 cm | 300 mL | |
| (2013) | | Volumen: 150 ml | Fieltro de grafito | |
| | | Gránulos de fieltro | | |
| Helder M. | 0.222 | Cilindro de plexiglás Ø 9.9 cm | Vaso de vidrio 12 cm Ø | |
| (2012) | | Gránulos de fieltro | Fieltro de grafito | |
| Kaku | 0.006 | Cilindro de plexiglás Ø 9.9 cm | Vaso de vidrio 12 cm Ø | |
| (2008) | | Gránulos de fieltro | Fieltro de grafito | |
| Yadav | 0.16 | Tubo de PVC Altura – 62 cm Ø | Separación entre electrodos | |
| (2012) | | 10.5 cm Volumen 5 L | 32.5 cm | |
| Liu | 0.012 | Cilindro de acrílico Altura – 52.5 | Separación entre electrodos | |
| (2013) | | cm Ø 30 cm Volumen 5 L | 20 cm. | |
| | | •Ánodo enterrado a 22.5 cm | •Cátodo entre la superficie y | |
| Fang | 0.009 | profundidad •Capa de carbón | la raíz 2.5 cm Carbón | |
| (2013) | | activado (10 cm), Ø 3-5 mm | activado, 0.03-0.05 cm | |
| | | | Ø+malla de acero inoxidable | |

^{*}Nota esta información de la tabla 4 fue extraída de Salinas-Juárez y col. 2022. *





Capítulo ll Objetivos

2.1. Objetivo General

Determinar la mejor configuración y dimensiones de celda electroquímica para la generación de electricidad en un humedal artificial asistido electroquímicamente (HAAE) a escala de laboratorio, considerando el desempeño de remoción de contaminantes y parámetros eléctricos.

2.2 Objetivos específicos

- Evaluar la generación de potencial de celda, de potencia eléctrica y de corriente en el sistema experimental, conformado por tres modelos diferentes de humedal artificial asistido electroquímicamente a escala de laboratorio.
- Determinar las mejores condiciones de operación para el sistema experimental estudiado.
- Evaluar la remoción de materia orgánica en el sistema experimental, conformado por tres modelos diferentes de HAAE a escala de laboratorio.
- Evaluar los resultados de generación de electricidad y remoción de contaminantes con referencia a la relación área-volumen del ánodo.

2.3 Metas y alcances

- Se construyeron tres modelos o configuraciones de HAAE con diferentes dimensiones y geometría a escala de laboratorio.
- El agua residual utilizada fue agua residual sintética.
- El experimento se desarrolló expuesto a humedad, iluminación y temperatura ambiente. El sistema experimental se colocó a la intemperie, bajo la sombra durante el tiempo de experimentación.





• La remoción de contaminantes se evaluó de manera general por medio de la demanda química de oxígeno.





Capítulo III Fundamentos teóricos

3.0. Humedales de tratamiento de agua residual

Los humedales para tratamiento son tecnologías basadas en procesos naturales que tratan eficientemente una gran variedad de aguas contaminadas. Son sistemas diseñados para optimizar los procesos encontrados en ambientes naturales, por lo que se consideran opciones amigables con el ambiente y sustentables para el tratamiento de las aguas residuales.

Con los humedales para tratamiento se depuran aguas negras crudas, primarias, secundarias o terciarias y muchos tipos de aguas residuales agrícolas e industriales. Una de las características de los humedales de tratamiento (HT) es su capacidad para soportar un consorcio diverso de bacterias; se pueden encontrar microorganismos aerobios estrictos, facultativos y anaerobios estrictos. La distribución heterogénea de las condiciones redox dentro de un HT es causada por varios factores, especialmente la presencia del sistema de raíces de su especie vegetal (Dotro y col, 2017).

En comparación con otras tecnologías de tratamiento de aguas residuales, los humedales para tratamiento tienen bajos requerimientos de operación y mantenimiento. La desventaja de los humedales es que tienen un mayor requerimiento de terreno, pero también menos requerimiento de energía externa. Para lograr el mayor potencial de los humedales es importante conocer el papel que juegan las plantas. Ante todo, sus raíces y rizomas proporcionan superficie para el crecimiento de biopelículas microbianas las cuales aumentan la actividad biológica por unidad de área.

3.0.1 Plantas para humedales de tratamiento





Las especies vegetales que se seleccionan para los humedales artificiales deben tolerar el clima en el que se encuentre el humedal, así como las características fisicoquímicas y microbiológicas de las aguas a tratar. Se debe considerar la posible presencia de componentes que dificulten la sobrevivencia de las plantas y del sistema de filtro biogeoquímico. Los medios de soporte deben ser materiales inertes, además de poseer condiciones que no aporten nutrientes, color o cambios en los parámetros fisicoquímicos de las aguas tratadas. Las plantas deben captar parte de los nutrientes y también contar con un crecimiento de biopelículas ya que este representa una forma habitual de crecimiento de las bacterias en la naturaleza (Dotro y col., 2017).

3.0.2 Mecanismos de remoción de contaminantes

En un HT se desarrollan diferentes mecanismos de remoción de contaminantes del agua residual, abarcando un amplio rango de procesos biológicos, químicos y físicos (Delgadillo, 2010). La tabla 5 mencionan algunos de los mecanismos por los cuales se remueve materia orgánica, nutrientes y organismos patógenos en los humedales.

Tabla 5 Parámetros de contaminación evaluados en humedal artificial y sus mecanismos de remoción

| Parámetro evaluado | Mecanismos de remoción | | |
|---------------------|---|--|--|
| Solidos suspendidos | Sedimentación/ filtración | | |
| DBO | Degradación microbiana (aerobia y anaerobia) Sedimentación (acumulación de materia orgánica) | | |
| Nitrógeno Amoniacal | Amonificación seguida por nitrificación y desnitrificación amoniacal Captado por la planta | | |
| Patógenos | Sedimentación / filtración Declinación Radiación ultravioleta Excreción de antibióticos por las raíces | | |

Nota: la información de la tabla 5 fue extraída de Delgadillo 2010





3.1 Electroquímica

Es una disciplina científica y tecnológica, es una rama de la fisicoquímica que estudia las reacciones que se llevan a cabo en la intercara o interfase formada entre un material conductor (por ejemplo, un metal) y un electrolito (especies químicas con carga y que permiten la conducción de corriente eléctrica) (González y Dzib, 2014).

La electroquímica se refiere al estudio de los procesos químicos que hacen que los electrones se muevan. Este movimiento de electrones se llama electricidad, que puede ser generada por reacciones conocidas como reacciones de oxidación-reducción (Mantel 2003).

3.1.1. Tipos de celdas electroquímicas

Existen dos tipos de celdas electroquímicas, las galvánicas o voltaicas y las electrolíticas.

La celda voltaica transforma una reacción química espontánea en una corriente eléctrica. Está formada por dos electrodos, en donde la reducción ocurre en el cátodo y la oxidación en el ánodo, y los electrones fluyen a través de un alambre desde el ánodo hasta el cátodo.

La celda electrolítica transforma una corriente eléctrica en una reacción química que no tiene lugar de modo espontáneo. Este tipo de celdas trabaja bajo el principio de la electrólisis, este es un proceso de disociación, en esta clasificación la fuente de energía externa funciona como un "generador" de electrones (Bermudez y col., 2018).

La electroquímica se relaciona, entonces con la bioquímica por medio de las reacciones redox que ocurren naturalmente en una célula viva. A partir de esta combinación de conocimiento resultan los sistemas bioelectroquímicos, entre los que destacan las CCM. Comúnmente las reacciones redox se llevan a cabo en





diferentes compartimentos dentro de una celda de combustible microbiana (Ortiz, 2018).

3.1.2. Celdas de combustible

Una celda de combustible es un generador electroquímico que produce electricidad a partir de las reacciones químicas entre un combustible, que es oxidado y, el oxígeno del aire, que es reducido. De un modo general, las celdas están integradas por varios elementos: dos electrodos (ánodo y cátodo), un electrolito, un circuito eléctrico externo y puede haber o no una membrana selectiva de cationes.

3.2. Bioenergéticos para la generación de electricidad

La biomasa vegetal es una fuente de energía renovable, puede tener distintas aplicaciones, tales como la generación de energéticos térmicos, la generación de electricidad o su uso directo para la generación de calor. (Endesa, 2020).

Actualmente existe un gran interés en el uso de biomasa microbiana (comunidades de microorganismos) para generar electricidad *in situ*, por medio de un dispositivo bioelectroquímico llamado celda de combustible microbiana. Si se suma la participación de una especie vegetal, se tendrá una celda de combustible microbiana vegetal (CCMV) que puede implementarse en un humedal artificial para la generación de electricidad y el tratamiento de agua residual (Salinas-Juárez y col., 2022).

3.2.1. Sistemas bioelectroquímicos microbianos

Los sistemas bioelectroquímicos (SBE) se basan en la capacidad de algunos microorganismos para catalizar diferentes reacciones electroquímicas, específicamente, reacciones que involucren una transferencia de electrones, como las de óxido-reducción (Aguilar-González y col., 2016).





La CCM utiliza microorganismos para convertir la energía química presente en un sustrato en energía eléctrica, esto es posible cuando bajo ciertas condiciones algunos microorganismos transfieren los electrones producidos en su actividad metabólica, a un electrodo (ánodo) en lugar de a un aceptor natural de electrones (como oxígeno). Este proceso contribuye a degradar la materia orgánica contenida en un sustrato o combustible. (Revelo y col., 2013). La fig. 1 muestra la configuración general de una CCM.

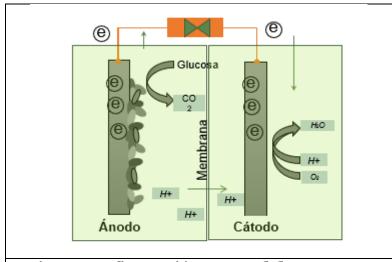


Fig. 1. Configuración general de una CCM

Fuente: Salinas-Juárez, 2022

Como alternativa de solución a los retos ya planteados, en este trabajo se propone el estudio de las celdas de combustible microbianas, que proporcionan beneficios en términos del tratamiento de agua residual y de la generación de electricidad por medios sustentables. (Rozendal y col., 2008).

3.3. Celdas de combustible microbianas vegetales (CCMV)





Una parte importante de un Humedal artificial asistido electroquímicamente (HAAE) es la CCMV. Estos dispositivos permiten generar electricidad a partir del metabolismo de las bacterias electroactivas con base en el funcionamiento de una celda electroquímica galvánica (Salinas-Juárez y col. 2022). Estos sistemas están compuestos por: materia orgánica, un electrolito, un circuito eléctrico, ánodo y cátodo. El sistema aprovecha la energía solar para producir electricidad de una manera limpia y eficiente, ya que al integrar las raíces una planta en el compartimiento del ánodo de una CCM las plantas secretan exudados orgánicos, en su mayoría hidratos de carbono, y las bacterias lo toman como sustrato y lo convierten en energía eléctrica canalizada por medio de la CCM.

Aunque existen diversos estudios sobre humedales artificiales (en adelante, HA) y CCMV, la combinación de estos dos sistemas es una tecnología que surgió en la última década y que se está estudiando con gran interés. El primer estudio fue realizado por Yadav y col. En 2012, y consistía en un HA de flujo vertical empacado con un electrodo de grafito y una membrana de separación de protones de fibra de vidrio, diseñado para tratar un colorante azoico en agua residual sintética (Ortiz, 2018).

En este trabajo de tesis se plantea abordar una interrogante con respecto al funcionamiento y configuración de estos dispositivos bioelectroquímicos. ¿Cómo deben disponerse los electrodos?, ¿Qué distancia debe haber entre ellos? O incluso cuál es el volumen óptimo del dispositivo

3.3.1 Configuraciones de CCM

CCM de dos cámaras





Estos tipos de celdas están compuestas por una cámara anódica y una catódica (fig.2), las cuales se encuentran conectadas por medio de un puente de intercambio iónico y en ocasiones puede ser un puente salino. Este permite el paso de los cationes a la cámara catódica y bloquea el paso del oxígeno hacia la cámara anódica. La configuración más común se le denomina tipo H, pero existen más tipos de esta configuración. En la fig.2 se ve una CCM tipo H, que fue tomada de la investigación de Buitrón y Pérez, 2011.



Componentes:

- A. Cámara anódica
- B. y D. Electrodos
- C. Cámara catódica
- E. Electrolito
- F. Puente Salino

Fig.2. CCM de dos cámaras tipo H

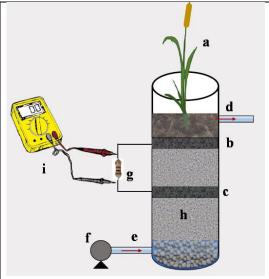
Fuente Buitrón y Pérez. (2011)

CCMV de una sola cámara

La CCMV generalmente se construye en un solo recipiente (fig.3) en donde, la cámara anódica se encuentra en el fondo de la celda mientras que la cámara catódica está expuesta directamente al aire. Al igual que las CCM de dos cámaras el transporte de electrones se puede realizar por medio de una membrana de intercambio protónico o sin la membrana de intercambio protónico. En comparación con las CCM de dos cámaras esta configuración se considera en ventaja debido a costos menores de construcción, ya que la cámara catódica en su configuración no necesita aireación estando el oxígeno presente en el aire como el aceptor final de electrones.







Componentes:

- a. Macrófita
- b. Cátodo
- c. Ánodo
- d. Efluente
- e. Influente
- f. Bomba de alimentación
- g. Resistencia eléctrica
- h. Medio de soporte
- i. Amperímetro

Fig.3. CCM de una cámara

Fuente: Montenegro-Rosero y col. (2019)

3.4. Humedales artificiales asistidos electroquímicamente

La implementación de una celda electroquímica en un humedal artificial promete mejoras en la eficiencia de tratamiento, proporcionándonos un nuevo dispositivo conocido como humedal artificial asistido electroquímicamente. Esta puede ser una alternativa económica y ecológicamente aceptable, ya que este tipo de sistemas son de construcción fácil, bajo costo, mantenimiento reducido y con una depuración confiable.

Si se considera la integración de una celda bioelectroquímica en un humedal artificial, esta implementación permitiría además del tratamiento de agua la simultánea producción de electricidad, aunque de momento, a pequeña escala. Además, se promueve el establecimiento de un ecosistema acuático-terrestre que contribuya a la mitigación de las emisiones de CO₂.

De lograr una generación eléctrica utilizable, los humedales asistidos electroquímicamente prometen una oportunidad potencial para que las poblaciones más alejadas tengan acceso a la electricidad como energético, con beneficios sociales





como la mejora de la calidad de vida en áreas aisladas y una reducción de los impactos ambientales ocasionados por las emisiones de gases de efecto invernadero. De tal manera que, por sí solo, el ambiente produzca electricidad y trate una porción de aguas residuales con un menor impacto ambiental, lo que reduciría las emisiones de gases de efecto invernadero.

3.4.1. Microorganismos y generación de electricidad

Los microorganismos han sido utilizados para la generación de electricidad en CCM, siendo una parte esencial del funcionamiento del HAAE, ya que de estos depende, en gran medida, la remoción de los contaminantes: los microorganismos contribuyen a la degradación de la materia orgánica y a la transformación de compuestos nitrogenados y de fósforo contenidos en las aguas residuales a compuestos más simples y por lo tanto se vuelven más fáciles de eliminar del sistema (Lovley, 2018).

Aunque esta nueva tecnología con microrganismo no pueda competir al par de las tecnologías ya existentes, como se mencionó, se puede usar para la remoción de contaminantes en sistemas de tratamiento de aguas residuales, en los que se puede generar un valor agregado. También ayuda a comprender el valor que tienen las bacterias o microrganismos, como catalizador para la oxidación de materia orgánica, haciendo que el HAAE sea autosustentable (López, 2014).

3.4.2. Biopelícula

La biopelícula, se conforma por colonias microbianas, que contienen un grupo de microrganismos, que se usan como catalizadores en la CCM (Yasri y col, 2019). La biopelícula facilita la transferencia de electrones, dando como resultado que la actividad eléctrica dependa estrictamente de la capacidad que tienen las bacterias en formar la biopelícula (Czerwińska-Główka y col, 2020), no solo de hacer el consorcio bacteriano.





3.5 Materiales del HAAE

Se puede decir que los electrodos son uno de los componentes más importantes en una celda de combustible microbiana, los electrodos son los lo que permiten llevar a cabo la generación de electricidad. Además, el colector de corriente debe ser un material conductor pero que no intervenga en las reacciones electroquímicas, lo mismo que el material de empaque.

Contenedor

En el ánodo es indispensable garantizar condiciones anaerobias para que las bacterias transfieran sus electrones al electrodo. En la sección del cátodo, se requiere la mayor disponibilidad de oxígeno posible. Por lo tanto, el contenedor utilizado debe permitir estas condiciones.

Ánodo

Las principales características del ánodo se relacionan con el material, ya que este debe de contar con buena conductividad eléctrica, tener un área superficial grande, no ser corrosivo, que sea químicamente estable en el electrolito y que no sea tóxico. Los materiales carbonosos conductores que satisfacen las propiedades físicas antes mencionadas son: tela de carbono, fibras de carbono, fieltro de carbono, varillas de carbono, papel de carbono , cartón carbonizado y carbón activado granular (Yasri y col., 2019).

Cátodo

Los materiales que se usan para el ánodo cumplen también con las características que requiere el cátodo.

3.6. Métodos para la determinación del desempeño





La evaluación del desempeño electroquímico de un humedal artificial asistido electroquímicamente (HAAE), se ve reflejado en: la remoción de material orgánica y de especies nitrogenadas, generación de voltaje en circuito abierto, de potencia eléctrica y de corriente.

3.6.1. Demanda química de Oxigeno (DQO)

La DQO es un parámetro empleado en el campo de tratamiento de agua residual y da una estimación de concentración de materia orgánica. La NMX-AA-089/1-SCFI-2010 define como DQO la concentración de masa de oxígeno es equivalente a la cantidad de dicromato consumida por la materia disuelta y suspendida, cuando una muestra de agua es tratada con este oxidante bajo condiciones definidas

3.6.2. Remoción de materia orgánica (ηDQO)

La η_{DQO} , es un variable utilizada para cuantificar la remoción de materia orgánica en un sistema en la cual interviene el valor de la DQO inicial y final de una muestra de agua.

$$\eta_{DQO}(\%) = \frac{DQO_{Inicial} - DQO_{Finicial}}{DQO_{Finicial}} * 100$$

3.7. Variables de respuesta para determinar el desempeño de CCM

El voltaje en circuito cerrado (E_{CCM}) en una CCM es medido a través de una resistencia externa (R_{ext}). La corriente (I_{CCM}) también se puede medir con un amperímetro o bien, se calcula mediante la ley Ohm:

$$I_{CCM} = \frac{E_{CCM}}{R_{ext}}$$

3.7.1. Curvas de polarización

Una curva de polarización (fig. 4) representa el voltaje de la celda y densidad de potencia en función de la densidad de corriente como respuesta a la aplicación de diferentes resistencias eléctricas externas. Las curvas de polarización pueden ser





determinadas para el ánodo, el cátodo o para toda la CCM utilizando un potenciostato o con la ayuda de multímetros.

Las curvas de polarización generalmente se pueden dividir en tres zonas:

(i) Pérdida de polarización por activación

Estas pérdidas están relacionadas con los fenómenos que se producen en la interfaz entre el electrodo y el sustrato de la CCM.

a) Se considera, además, el efecto del tiempo que transcurre para que se produzcan las reacciones químicas en los electrodos.

(ii) Pérdidas óhmicas

Estas se derivan de los componentes resistivos de la celda.

La resistencia total de un dispositivo de este tipo está dada por varios factores:

- a) La resistencia de los distintos componentes de la celda que dan soporte estructural y que además son empleados para hacer circular los electrones.
- b) La resistencia de los electrodos al paso de los electrones.

(iii) Pérdidas por efectos de transporte de masa o por concentración

Estas pérdidas están asociadas con:

- a) Variaciones en la presión y la concentración del sustrato que alimenta los electrodos de la CCM.
- b) El proceso de transporte de masas dentro la celda.





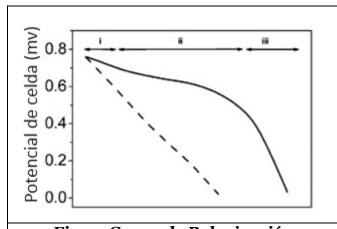


Fig. 4. Curva de Polarización

Fuente: Logan, y col. 2007





Capítulo IV. Materiales y métodos

4.0. Metodología

Para el desempeño de una CCMV en un HAAE, se toman en cuenta varios factores. Estos incluyen: el diseño del sistema, los materiales, y hasta las condiciones de operación. El objetivo final es determinar la configuración que más favorezca la transferencia de electrones, la degradación de la materia orgánica y al mismo tiempo mantenga un valor económico viable.

Con base en investigaciones reportadas se consideran distintos tipos de materiales teniendo en cuenta sus características, para favorecer el proceso.

Se construyeron nueve humedales a escala de laboratorio con diferentes configuraciones en cuanto a volumen y dimensiones. La composición tanto del humedal como de la celda electroquímica fue igual, sólo cambiaron las dimensiones. A continuación, se dan los detalles de la construcción de estos HAAE.

4.1. Activación de Electrodos

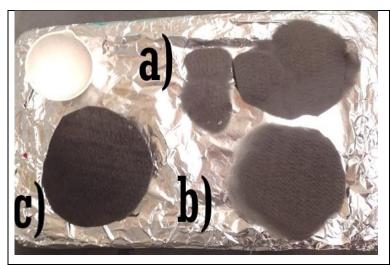
En los electrodos se empleó fieltro de grafito con un espesor de 3 mm y con las dimensiones propias de cada celda (10 y 16 cm de diámetro y 34x21 cm para el electrodo rectangular). De acuerdo con lo reportando en Cercado, (2013), para aumentar el rendimiento de los electrodos se busca la formación de la biopelícula en el electrodo y así lograr una mejor transferencia de electrones en la interfaz del ánodo. En la revisión de bibliografía se han encontrado diversos materiales usados como electrodos y métodos de modificación para mejorar sus características, por lo que, en el estudio revisado, los electrodos se modificaron por oxidación térmica, química y electroquímica, para tener una mejora en sus grupos oxigenados y en su textura favoreciendo una mejor transferencia de electrones. El estudio revisado dio como resultado que la oxidación térmica demostró ser la más efectiva en un 78 % (Cercado, 2013). Para llevar a cabo la oxidación térmica, el tratamiento consistió en calentar el material a 600 °C a 1 atm (durante 30 min).





Considerando lo anterior, en la experimentación que se hizo para activar los electrodos, se usaron tres condiciones de temperatura, dando como resultado en dos casos la degradación del material

En la fig. 5 a y 5 b se obtuvo una degradación del material, esto pudo ser debido a su pureza y/o a la disipación del calor por el espacio reducido. De acuerdo con lo observado, se determinó elegir la opción mostrada en la fig. 5 c para el tratamiento de todos los electrodos.



Equipo: Mufla

Marca: Thermolyne

FD153M

Sitio: Facultad de Estudios

Zaragoza

Condiciones:

- a) 600 °C, 1 atm, 30min
- b) 550°C, 1 atm, 30min
- c) 500 °C 1 atm 40 min

Fig.5. Activación de electrodos por tratamiento térmico (Elaboración propia)

4.2 Construcción del Sistema Experimental (Prototipo)

Previo al presente proyecto, se llevó a cabo un estudio dirigido por la Dra. María G. Salinas Juárez, en el cual se evaluaron diferentes tipos de materiales conductores en una CCMV. A partir de esa investigación los electrodos de grafito fueron activados antes de ser empleados en los HAAE.

El diseño experimental y la construcción de los HAEE (Prototipo) del presente proyecto se realizaron en varias etapas. En las siguientes (Figs. 6 a 13) se muestra el proceso en orden secuencial de la fabricación del sistema experimental, iniciando





con el cultivo y crecimiento de las plantas, así como la construcción de los contenedores y seguidos por la preparación del resto de los materiales y el ensamble del conjunto experimental.





Fig.6. Cultivo de carrizos y limpieza





Fig.7. Trasplante y elección de carrizos para el humedal





Fig.8. Ensamblaje del humedal

(Elaboración propia)









Fig.9. Revisión de fugas del humedal y raíces del carrizo



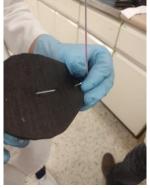


Fig.10. Activación de electrodos y configuración del material





Fig.11. Ensamblaje de la CCM

(Elaboración propia)









Fig.12. Ensamblaje de los HAAE





Fig.13. Revisión final

(Elaboración propia)

El diseño de estos HAAE a escala laboratorio, fue de un compartimiento y en vez de utilizar una membrana de intercambio protónico se utilizó pellón como membrana de separación entre el área anódica y catódica. Las características generales de los HAAE a escala de laboratorio se mencionan en la tabla 6, indicando los materiales empleados y algunas de las dimensiones de estos materiales. Para lograr el objetivo planteado inicialmente, se construyeron tres diferentes configuraciones de humedales por triplicado: el primer sistema se conformó por humedales con un volumen bruto de la celda de; 1 L, 5.7 L y 15 L.





Tabla 6 Características de un HAAE prototipo

| Partes de CCM | Materiales | Dimensiones |
|-----------------------|-----------------------------|----------------|
| Recipiente | Cloruro de polivinilo (PVC, | altura = 10 cm |
| | por sus siglas en inglés) | Ø= 10 cm |
| Electrodos | Fieltro de Carbono | Ø= 10 cm |
| Planta | Especie vegetal: Carrizo | N/A |
| | (Phragmites australis) | |
| Colector de corriente | Acero inoxidable 316 | |
| Entrada de agua | Plástico | N/A |
| residual | | |
| Puerto de muestreo | PVC | Ø= 1.27 cm |
| para medir parámetros | | |

^{*}Nota: el acero inoxidable 316 son las aleaciones del acero utilizado (INDURA S.A., 2010) *

4.3 Solución nutritiva

El electrolito o solución nutritiva para una CCM, debe tener una concentración que proporcione minerales que contribuyan al crecimiento de las bacterias, y también, al desempeño favorable en el traslado de electrones (Luviano-Vigueras, 2020). Esta solución también se utilizó para la adaptación del carrizo, se preparó para que proveyera de los nutrientes requeridos por las plantas, así como los componentes de un agua residual doméstica. Se utilizaron los compuestos mencionados en la tabla 7.

Tabla 7. Composición de solución nutritiva

| Compuesto | Formula química | Concentración (mg/L) |
|---------------------|--|----------------------|
| Sulfato de magnesio | Mg (SO ₄) | 4.95 |
| Cloruro de amonio | NH ₄ Cl | 141.30 |
| Cloruro de potasio | KCl | 38.13 |
| Cloruro de calcio | CaCl ₂ | 1.00 |
| Fosfato de amonio | NH ₄ H ₂ PO ₄ | 26.22 |
| Acetato de sodio | C ₂ H ₃ NaO ₂ | 128.00 |

^{*}Nota: las concentraciones se consideraron de la información obtenida de Luviano-Vigueras, 2020. *





4.2.1. Configuración de ánodos y cátodos

En el estudio previo se construyó un conjunto de HAAE para la evaluación de tres diferentes colectores de corriente en los electrodos. Las celdas se construyeron por triplicado, y se describen en la tabla 8 (Rivera-Labrada 2023). Después de analizar los resultados se determinó que el conductor que presentó la mejor generación eléctrica en términos de voltaje y potencia fue el de placa perforada con una aleación de acero inoxidable 316.

Tabla 8 Materiales para diferentes tipos de configuración

| Nombre del mater | rial | Material | Colectores |
|------------------|-----------------|----------------------------------|------------|
| | Alambre | Acero inoxidable | |
| | Malla | Acero inoxidable Aleación 304 | |
| | Placa perforada | Acero inoxidable Aleación 316 | |

304 y 316 son las aleaciones del acero utilizado (INDURA S.A., 2010) 150x150 y 14x14 es el número de hilos de acero que comprende una pulgada del material (Matex. Materiales Textiles, S.A. de C.V., 2020). Nota esta información se extrajo de la investigación de Rivera-Labrada 2023





4.3. Metodología para la evaluación de volumen en HAAE

Posterior a la evaluación de diferentes colectores para la CCMV, se realizó una segunda etapa que tuvo como finalidad evaluar la variable de volumen en la celda, y analizar qué configuración de celda es la más adecuada. Para ello, se construyeron nueve humedales artificiales asistidos electroquímicamente a escala de laboratorio. La designación de las celdas se etiquetó de la siguiente manera: Celda de Placa Pequeña (CPP), Celda de Placa Mediana (CPM) y Celda de Placa Grande (CPG).

En la ubicación del proyecto, se construyó un invernadero provisional para los HAAE, en donde estarían localizadas las celdas con el objetivo de procurar su crecimiento. Con respecto al cultivo de la especie vegetal, se tomaron injertos de la planta y se colocaron en recipientes con solución nutritiva para su crecimiento. La construcción del invernadero provisional se llevó a cabo con la ayuda de tesistas de la FES- Zaragoza de la UMIEZ Laboratorio No. 7, primer piso (figs. 14-16).

El proceso de construcción de las celdas se realizó en diferentes etapas. En el caso de la celda con la designación CPP se realizó el mismo procedimiento del punto 4.2 Construcción del Sistema Experimental (Prototipo), utilizando el colector de placa el cual se encuentra cocido a los electrodos. El colector usado fue el que obtuvo mejores resultados en el proyecto previo (Rivera-Labrada, 2023).

La configuración para todas las celdas se llevó acabo de la siguiente manera: la celda cuenta con una cámara; una cama de tezontle, el ánodo en el fondo, especie vegetal, tezontle como material de soporte, pellón como material de separación y un cátodo (fig. 16). Cada grupo de celdas a comparar empleó un contenedor distinto. En la tabla 9 se muestran las características de las celdas considerando sus diferencias principales en cuanto a las dimensiones de los contenedores y el volumen para cada una. De esta forma, se muestra también la designación para cada grupo de celdas que se comparó.





Tabla 9. Características de los HAEE construidos

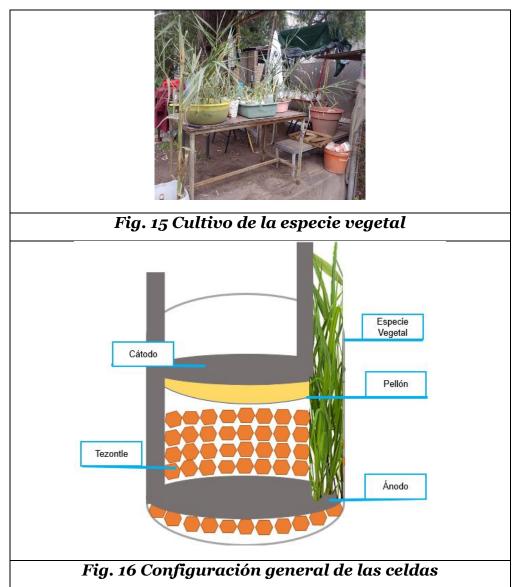
| Designación | Dimensiones del recipiente | Material del recipiente | Volumen bruto de celda (L) |
|-------------|--|--|---------------------------------|
| СРР | Ø=10 cm, altura 10 cm | PVC | 1 |
| СРМ | 34.6 cm (largo) 21 cm (ancho) 12.4 cm (alto) | Plástico | 5.7 |
| CPG | Ø 20 cm, altura 38 cm | PVC | 15 |
| Designación | Dimensión del ánodo | Distancia entre electrodos y distancia del fondo al ánodo | Volumen neto de Celda (L) |
| СРР | Ø 10 cm | 5 cm y 1 cm | 0.700 |
| СРМ | 26 cm (largo) 15 cm (ancho) | 10 cm y 1 cm | 3.500 |
| CPG | Ø 20 cm | 10 cm y 20 cm | 10.500 |



Fig. 14 Construcción del invernadero provisional para el sistema experimental







(Elaboración propia)

En las siguientes figuras se observan los contenedores utilizados para cada grupo de celdas y su montaje en el invernadero. En la fig. 17 se muestra el recipiente de PVC de 1.0 L de volumen que se empleó para la construcción de las celdas CPP. En la Figura 18 se observan terminadas y en funcionamiento.







Fig.17. Contenedor de las CPP



Fig.18. Montaje de las celdas CPP

(Elaboración propia)

Las figs. 19 y 20 muestran el contenedor y el juego de celdas CPM que se construyeron con un recipiente rectangular y un volumen de 5.7 L. El ánodo y cátodo de estas celdas tenían una forma rectangular y un área mayor que las celdas CPP.



Fig.19. Contenedor de las CPM







Fig.20 Montaje de las celdas CPM

(Elaboración propia)

Para las celdas con designación CPG (figs.21 y 22) se ocuparon contenedores rehabilitados, los cuales se desmontaron y limpiaron antes de ocuparlos. Estos contenedores son de PVC, con un diámetro de 16 cm, altura de 20 cm y una altura de 38 cm, proporcionando un volumen de 15 L. En este caso, en el fondo y hasta los 10 cm de profundidad, se colocó una cama de tezontle y posteriormente se colocó el ánodo y el resto de la configuración de la celda de combustible microbiana con la planta.



Fig. 21 Contenedor de las CPG







Fig.22 Montaje de las celdas CPG

(Elaboración propia)

Una semana después de montadas las celdas, se colocó su cátodo y dos semanas después de ser colocado, se trabajó con el sistema cerrando el circuito eléctrico, soldando una resistencia de 1 $k\Omega$, a dos caimanes con alambre para el cierre del circuito. Estos fueron conectados a la terminal de los colectores de cada electrodo (fig. 23).



Fig. 23 Celda con cátodo y resistencia eléctrica

(Elaboración propia)

4.4. Operación del sistema experimental





Los experimentos se realizaron cerca del humedal de la Facultad de Estudios Superior de Zaragoza (FESZ) de la UNAM. Los reactores se ubicaron en el exterior, a la sombra, bajo condiciones de iluminación y temperatura naturales, es decir, estas variables no se controlaron. La alimentación se realizó de manera intermitente. El tiempo de residencia hidráulico fue de dos días, aunque, en los experimentos con reactores pequeños no se pudo establecer el tiempo de residencia por la evaporación y transpiración de la solución nutritiva (SN) que se consumía (Punto 4.2).

4.5. Evaluación y seguimiento del sistema experimental

Las variables que se analizaron en esta investigación son las siguientes:

- Potenciales de electrodos
- Voltaje en circuito abierto
- Voltaje en circuito cerrado
- Corriente eléctrica
- Curvas de polarización para determinar la máxima densidad de potencia
- Concentración de materia orgánica medida como la demanda química de oxígeno
 (DQO)
- ❖ pH, conductividad eléctrica (CE)
- oxígeno disuelto (OD) y temperatura

Las mediciones de parámetros como el pH, la temperatura, la conductividad eléctrica y el oxígeno disuelto se llevaron a cabo en el interior de la celda con un equipo medidor multiparámetro de Hanna instruments (HI2020).

El voltaje en circuito abierto (VCA) se refiere al voltaje de la celda cuando no existe una resistencia eléctrica conectada en el circuito eléctrico externo. El voltaje en circuito cerrado (VCC) es el voltaje registrado al momento de cerrar el circuito con una resistencia eléctrica. El potencial de un electrodo se refiere al potencial del ánodo o cátodo medido con respecto a un electrodo de referencia (ER). El ER utilizado fue de Ag/AgCl, la elaboración de este electrodo se llevó a cabo en la UMIEZ con la





información previa de (Shaukatali N. Inamdar y Col. 2009) y desarrollado en el anexo A.3.

Las mediciones del sistema experimental se llevaron a cabo en trabajo conjunto con los alumnos del servicio social de la FES Zaragoza. Las etapas experimentales del proyecto se muestran en la fig.24 y en la fig.25 se menciona la frecuencia con la que se midieron los distintos parámetros

| Etapa de Experimentación | Fecha de Inicio | Fecha final | Sı | S2 | S 3 | S 4 | S 5 | S 6 | S 7 | S 8 | S 9 | S 10 | S 11 | S 12 | S 13 |
|--|------------------------|------------------------|----|----|------------|------------|-----|------------|------------|------------|-----|------|------|------|------|
| Inicio de y montaje de las celdas | 19 de diciembre del | 19 de diciembre del | | | | | | | | | | | | | |
| Inicio de mediciones (pH, T, Luz, | 20 de diciembre del | 20 de diciembre del | | | | | | | | | | | | | |
| potenciales de electrodos y celda) | 2022 | 2022 | | | | | | | | | | | | | |
| Colocación del cátodo en la celda | 30 de diciembre del | 30 de diciembre del | | | | | | | | | | | | | |
| Colocación de resistencias | 6 de enero del 2023 | 6 de enero del 2023 | | | | | | | | | | | | | |
| Inicio de mediciones de corriente, potencia y resistencia eléctrica | 23 de enero del 2023 | 24 marzo del 2023 | | | | | | | | | | | | | |
| Curva de calibración de DQO | 13 de febrero del 2023 | 16 de febrero del 2023 | | | | | | | | | | | | | |
| Inicio de mediciones de OD | 15 de febrero del 2023 | 24 de marzo del 2023 | | | | | | | | | | | | | |
| Mediciones de DQO | 23 de febrero del 2023 | 24 de marzo del 2023 | | | | | | | | | | | | | |
| Mediciones de CE | 13 de marzo del 2023 | 24 de marzo del 2023 | | | | | | | | | | | | | |
| Final del proyecto | 24 de marzo del 2023 | 24 de marzo del 2023 | | | | | | | | | | | | | |

Fig. 24. Diagrama de etapas de experimentación del sistema *S* Semana

(Elaboración propia)





| Parámetro | Free | Frecuencia de medición por semana | | | | | | | |
|--|------|-----------------------------------|----|---|---|---|--|--|--|
| | L | M | M´ | J | V | | | | |
| Oxígeno disuelto (OD) | | | | | | 3 | | | |
| pН | | | | | | 5 | | | |
| Temperatura | | | | | | 5 | | | |
| Medición de Voltaje | | | | | | 5 | | | |
| Corriente, potencia y resistencia eléctrica | | | | | | 3 | | | |
| Conductividad eléctrica (CE) | | | | | | 3 | | | |
| Demanda química de oxígeno (DQO) | | | | | | 2 | | | |

Fig. 25. Parámetros de control empleados en el estudio

L (lunes), M (martes), M (miércoles), J (jueves), V (viernes)

(Elaboración propia)





Capítulo V Resultados y discusión

A continuación, en este capítulo, se presentan los resultados obtenidos en la investigación de los humedales artificiales asistidos electroquímicamente a escala laboratorio, por un periodo de 90 días de experimentación. Se muestran los valores obtenidos para las mediciones de temperatura y pH (°C y pH), parámetros de remoción de materia orgánica (DQO) y parámetros eléctricos (voltaje de la celda, de la densidad de potencia y densidad de corriente).

Una semana antes del cierre experimental del proyecto las celdas CPM, sufrieron una caída por accidente, lo que ocasionó el rompimiento de sus contenedores.

5.1. Mediciones de pH y temperatura (pH y °C)

El entorno donde crecen las plantas, esencialmente el clima ejerce gran influencia en lo que respecta la luz, temperatura. Para el parámetro de temperatura de los HAAE y de temperatura ambiente se tomaron en diferentes horarios (10:00 y 15:00 horas). Durante el periodo de experimentación la temperatura entre los reactores se mantuvo constantes, con una temperatura similar, esto sugiere que los microorganismos y el crecimiento de la especie vegetal no modificaron los valores de medición de este parámetro. La diferencia entre la temperatura ambiental y de los humedales en su interior variaron entre 4 a 5°C ±.

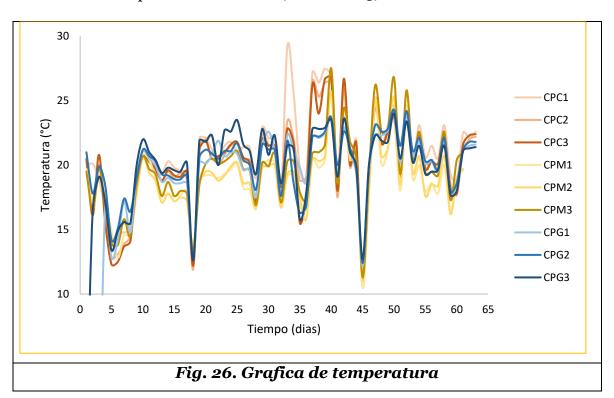
En la fig. 26 se encuentran los datos de temperatura que se obtuvieron en el transcurso del proyecto, para las 3 configuraciones de HAAE por triplicado. Los picos más bajos de temperatura se presentaron los días; 25, 35, 39, 46, 52, 60, 67, 87. Fueron tomados en un horario matutino. No se observaron cambios significativos en estos días.

A partir del día 59, los humedales con configuración mediana se cambiaron de lugar a uno con mayor exposición al sol y mejorar el espacio para poder tomar las muestras





con mayor facilidad. También se notó que a partir del cambio de posición de la configuración se obtuvieron datos negativos para CPM, lo que se sugiere que fue beneficiada por la luz solar ya que esta favorece el crecimiento de los tejidos jóvenes y raíces lo cual beneficia al soporte del consorcio bacteriano y a su vez la estabilización del potencial del ánodo (Acosta 2003)

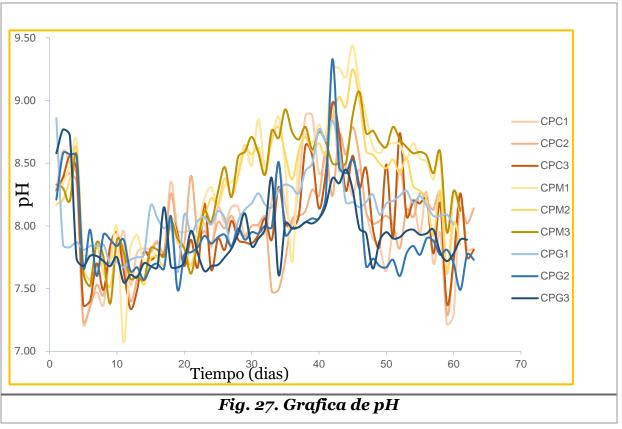


5.2. Resultados de pH

La actividad microbiana y el pH están estrechamente relacionados, un pH ácido inhibe el metabolismo microbiano (Medina y col. 2013). Muchos microorganismos crecen a velocidad óptima alrededor de un pH 7, pero pueden crecer bien hasta un de pH 8. Se sugiere que, para nuestras muestras, se mostró una tendencia homogénea entres las configuraciones (fig. 27), ya que se obtuvieron variaciones de 1.5 a 2 ± pH. Las celdas que mantuvieron un pH mayor de 8 en su mayoría son la configuración CPM, lo que sugiere que para esta configuración el crecimiento del consorcio bacteriano no fue el óptimo de las tres configuraciones estudiadas.







5.3. Potenciales de electrodo y diferencia de potenciales

Los resultados de potencial de ánodo y cátodo mostrados se midieron con un electrodo de referencia de plata/cloruro de plata. Por lo tanto, si se quiere hacer una comparación de estos valores con respecto al electrodo de hidrógeno, tendría que hacerse el ajuste respectivo.

En la fig. 28 se presenta el comportamiento del potencial de ánodo, para las configuraciones (CPC, CPM y CPG). La configuración CPG presentó potenciales negativos para sus 3 celdas a partir del día 9 de haber empezado su operación. La CPG1 mantuvo valores negativos a partir del día 9 hasta el final del proyecto. El potencial en este humedal inició con valores de -2.60 mV y llegó a un mínimo de -477.30 mV.





Las CPC presentó potenciales negativos a partir del día 14 en su configuración CP1, iniciando con valores de -39.60 mV y llegando a un mínimo de -491.60 mV.

Para los resultados de potencial de ánodo, se puede sugerir que las configuraciones que sí se estabilizaron con valores negativos son la CPC y CPG. Las CPM empezó a tener una tendencia hacia valores mínimos en sus últimos días del proyecto (Figura 26b), lo que sugiere que esta configuración tardó en estabilizarse, probablemente, por la diferencia del área de su ánodo con respecto a las otras dos o porque la especie vegetal no cubría completamente el área del ánodo. Con los resultados de esta configuración se recomienda colocar más de una especie vegetal para favorecer la estabilización del ánodo.

También se sugiere que la configuración con un área más 'abierta' permitió una mayor aeración en el ánodo o permitió la transferencia de oxígeno hasta el ánodo, por lo que la mayor parte del tiempo el potencial del ánodo permaneció en valores positivos.

Los resultados de potencial de cátodo se presentan con su comportamiento para las distintas configuraciones (figs. 29 a, b, y c). Se observa que siguen una tendencia positiva paras las tres configuraciones (CPG, CPP, CPM) y que se muestra el comportamiento con valores positivos desde el inicio del experimento y hasta el final del experimento. Estos resultados, aunque no fueron estables, se mantuvieron por encima de cero, lo que era esperado porque estaban expuestos al oxígeno del aire.

En cuanto a los resultados de la diferencia de potencial para las 3 configuraciones, se nota que las CPC1 y CPG1, alcanzaron los valores más altos de 791.80 mV y 740.60 mV, respectivamente (figs. 30 a, b, c).

Las tres réplicas de las CPC (menor volumen) mostraron voltajes positivos y dos de las réplicas siguieron valores semejantes a lo largo de la experimentación, indicando un funcionamiento aceptable.





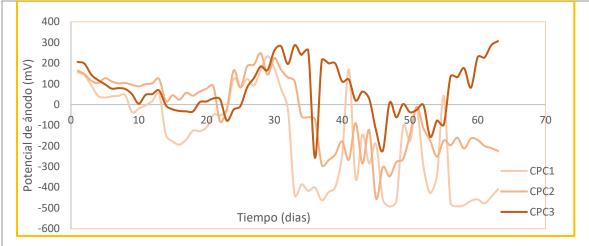


Fig. 28a. Potencial de ánodo configuración CPC

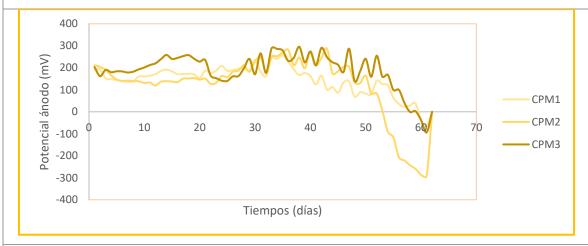


Fig. 28b. Potencial de ánodo configuración CPM

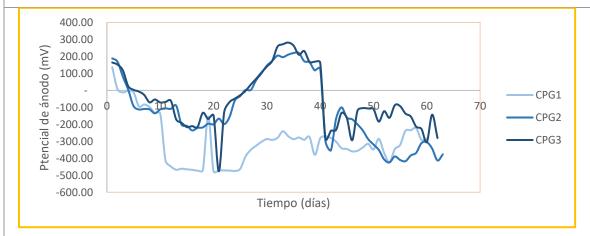


Fig. 28c. Potencial de ánodo configuración CPG





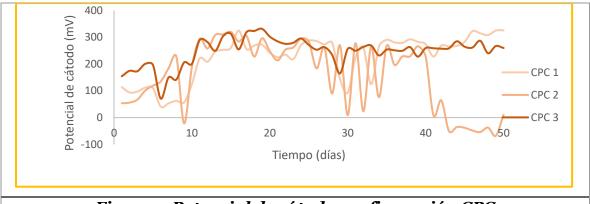


Fig. 29a. Potencial de cátodo configuración CPC

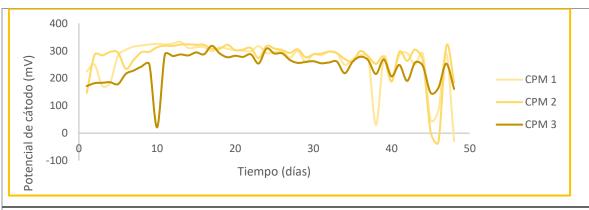


Fig. 29b. Potencial de cátodo configuración CPM

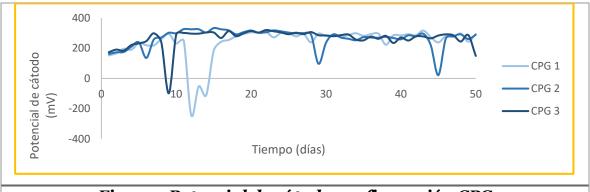


Fig.29c. Potencial de cátodo configuración CPG

Los voltajes de CPM fueron, aunque positivos, cercanos a cero. Este grupo de celdas fue el que menor desempeño electroquímico mostró y una menor generación de voltaje. A diferencia del grupo CPG, en las que una de las réplicas se mantuvo en más





de 500 mV y las otras dos, mostraron valores a la baja a la mitad del experimento y al final incrementaron su voltaje (fig. 29 b y c).

En la figs. 31 y 32 se hace la comparación entre CPG1 y CPC1 en esta se observa el comportamiento de sus potenciales y del voltaje generado. La configuración CPG tuvo mejores resultados en su potencial de ánodo ya que mantuvo valores con una tendencia constante, lo cual sugiere que para en esta fase del proyecto la configuración es una buena opción para seguir estudiando y seguir mejorando su sistema operativo. Para el área catódica se tiene una tendencia variada lo que nos deja ver que para estudios futuros podemos estudiar de qué manera se logra una mejor estabilización en el mismo.

Para CPC1 tenemos que las variaciones en el ánodo son amplias ya que esta no cuenta con una tendencia constante en sus valores. En esta configuración, se puede trabajar en la estabilización del área anódica.

En ambos casos, el voltaje de la celda depende más del potencial del ánodo que del cátodo, ya que el voltaje sigue la tendencia en espejo del potencial del ánodo. Esto podría mejorarse con la aplicación de un inóculo en el ánodo. Además, el cátodo al estar expuesto directamente al oxígeno del aire condujo a un potencial catódico mayor.

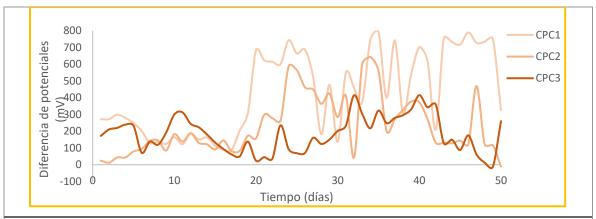


Fig.30a. Diferencia de potenciales(voltaje) configuración CPC





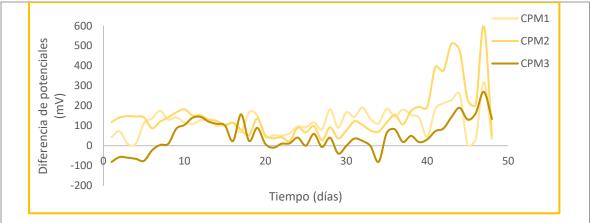


Fig. 30b. Diferencia de potenciales(voltaje) configuración CPM

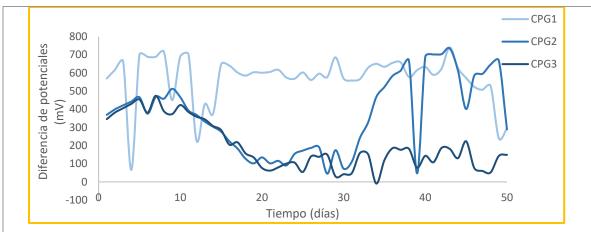
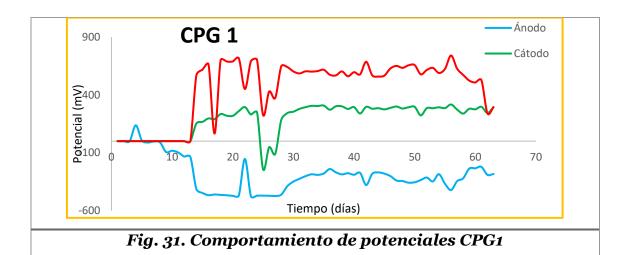
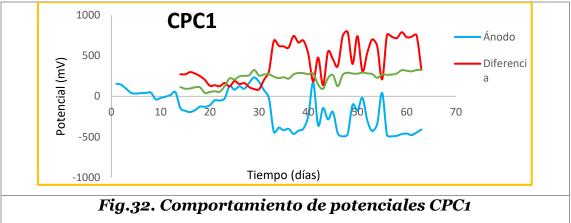


Fig. 30c. Diferencia de potenciales(voltaje) configuración CPG









5.4. Remoción de materia orgánica

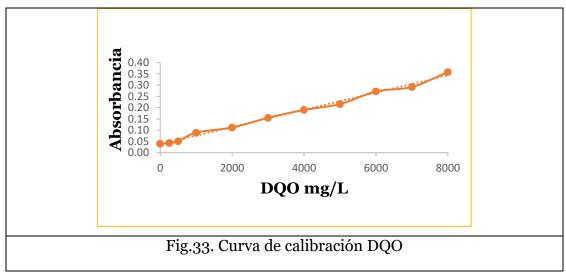
Para realizar este análisis se empleó la metodología de la norma NMX-AA-030-SCFI-2001. Método de reflujo cerrado-método espectrofotométrico El método de reflujo cerrado es aplicable para diferentes rangos de concentraciones de DQO.

5.4.1. Curva de calibración DQO

En la fig. 33 se encuentra la curva de calibración construida para la realización del análisis. Esta fue utilizada para determinar la concentración de una sustancia (concentración DQO) en una muestra desconocida (SN). Para este desarrollo la se ocupó una solución de biftalato de potasio el cual cuenta con concentración de DQO conocida, y esta se ocupará como estándar y nos ayudará a interpolar los datos de absorbancia que se obtengan de nuestra SN. La curva de calibración se construyó tomando en cuenta el desarrollo explicado en el anexo A.1.







5.4.2. Remoción de materia orgánica en las celdas

En la tabla 10 se encuentran los resultados de remoción de materia orgánica (DQO) con un tiempo de residencia de 2 días en los sistemas experimentales. La configuración que obtuvo mayor remoción fue dada por la CPG teniendo hasta un 70% de remoción. La configuración CPC fue la que dio la remoción más baja teniendo una posible contaminación de las muestras con el mismo grafito del humedal. Lo anterior se suma a que debido al tamaño y por ser más pequeña se complicaba la toma de su muestra por la rápida evaporación del agua residual sintética con la que se alimentaba. Las mayores remociones se obtuvieron en los HAAE con mayor volumen, alcanzando remociones de hasta 70%.

Tabla 10 Remoción de materia orgánica (DQO) para cada configuración

| Configuración | % Promedio | Desviación Estándar |
|---------------|------------|---------------------|
| CPC1 | 10% | 23% |
| CPC2 | 31% | 27% |
| CPC3 | 60% | 16% |





| CPM1 | 25% | 47% |
|------|-------------|-----|
| CPM2 | 18% | 16% |
| CPM3 | 28% | 40% |
| CPG1 | 48% | 13% |
| CPG2 | 47% | 17% |
| CPG3 | <u>70</u> % | 16% |

5.5. Desempeño electroquímico de los HAAE

Para caracterizar el comportamiento electroquímico y el rendimiento de los HAAE, se realizaron curvas de polarización (Villaseñor y col., 2013). Las curvas de polarización muestran la interdependencia entre el voltaje de celda y la intensidad de corriente (Bard y Faulkner, 2001).

Se utilizó la caja de resistencias eléctricas variables, las cuales disminuyeron desde 20 k Ω hasta 1 Ω registrando el valor del voltaje y de corriente eléctrica correspondiente y a partir de estos datos se calculó la potencia generada. En las siguientes figs. (34-36) se muestran las curvas de polarización y de potencia para cada una de las configuraciones.

Las figs. 34 a 36 muestran que las tres configuraciones tuvieron un desempeño eléctrico correspondiente a una celda galvánica o una pila, con un crecimiento de la corriente mientras el voltaje disminuía. En la fig. 34 se muestra el desempeño de los HAAE con menor volumen, pero que fue la configuración con mejor desempeño eléctrico, indicando una densidad de potencia máxima de 15.19 mW/m² de ánodo y con una densidad de corriente de 43.86 mA/m². Esto se observó en los últimos días de experimentación, lo que podría deberse a la estabilización del sistema.

En cuanto a los HAAE de volumen intermedio, no se logró que su potencia y corriente fueran sobresalientes, a pesar de que su desempeño electroquímico fue el esperado en términos de comportamiento. Los valores resultantes fueron muy bajos,



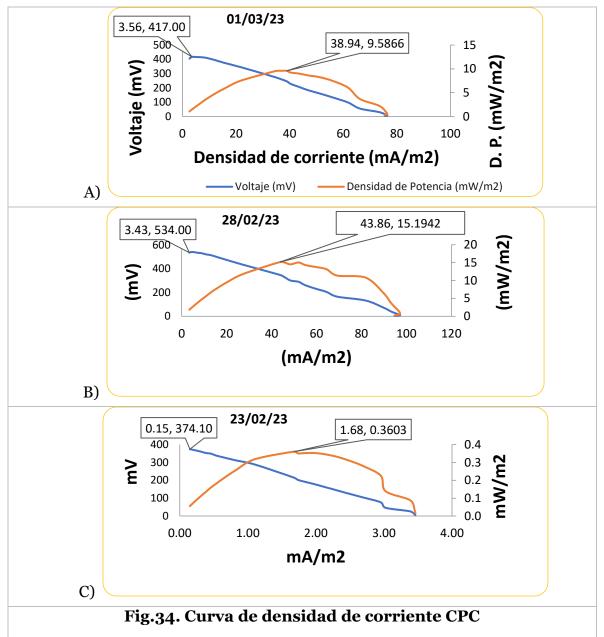


con menos de 1 mW/m 2 de ánodo y con su respectiva densidad de corriente de 3.38 mA/m^2 , que también se obtuvo para el final del experimento.

Los HAAE de volumen mayor, apenas superaron a los HAAE de volumen intermedio con 1.74 mW/m² de ánodo y con una densidad de corriente de 4.05 mA/m², igualmente esto ocurrió en la última etapa del experimento y a pesar de que los valores de voltaje fueron más altos. Aún más altos que los voltajes de los HAAE de menor volumen, en los que se tuvo un voltaje máximo, 200 mV por debajo que el voltaje de los HAAE de mayor volumen. Esto indica que con dimensiones menores y más compactas es posible aprovechar mejor el voltaje para generar una mayor potencia.







- A) Valores más altos para Celda de Placa Pequeña 1
- B) Valores más altos para Celda de Placa Pequeña 2
- C) Valores más altos para Celda de Placa Pequeña ${\bf 3}$





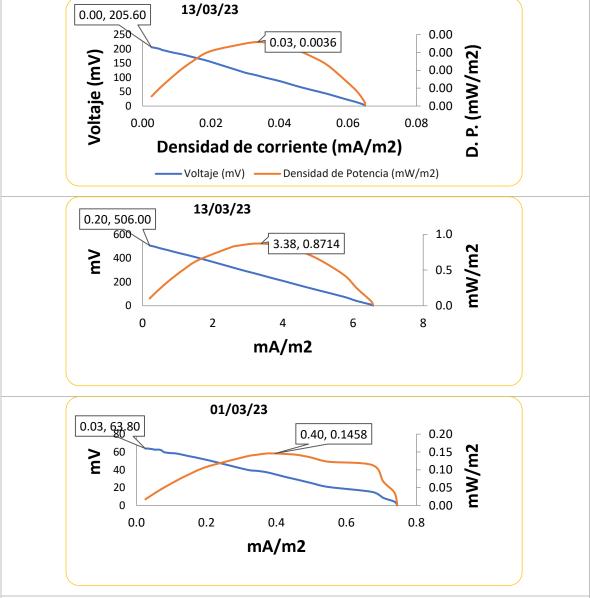
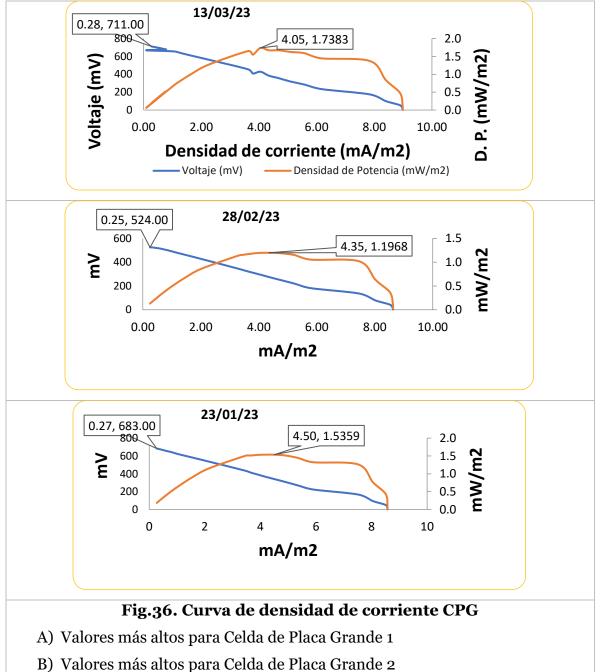


Fig.35. Curva de densidad de corriente CPM

- A) Valores más altos para Celda de Placa Mediana 1
- B) Valores más altos para Celda de Placa Mediana 2
- C) Valores más altos para Celda de Placa Mediana 3







En la tabla 11 se observa la comparación de la densidad de potencia por unidad de área y por unidad de volumen para cada una de las configuraciones. En dónde la configuración CPG obtuvo una densidad de potencia con respecto al volumen hasta de 69.53 mW/m³, pero si lo relacionamos con respecto al porcentaje de remoción de

C) Valores más altos para Celda de Placa Grande 3





materia orgánica, esta configuración obtuvo un valor hasta de un 70 %. Lo que nos sugiere que esta configuración y su diseño se encuentran beneficios de una remoción de materia orgánica a mayor volumen con mejor estabilidad ya que no se dieron perdidas por evaporación y con respecto a la distancia entren electrodos no tuvo repercusiones de producir una mayor potencia por unidad de volumen tratado.

Tabla 11. Comparación de densidad de potencia (D.P) entre las diferentes configuraciones

| Configuración | R (Ω) | D.P. con | Área del | D.P. con | Volumen del |
|---------------|-------|-------------|----------|-------------|-------------|
| | | respecto al | ánodo | respecto al | ánodo (m³) |
| | | área del | (m^2) | volumen del | |
| | | ánodo | | ánodo | |
| | | (mW/m^2) | | (mW/m^3) | |
| CPC1 | 900 | 9.59 | 0.0079 | 30.14 | 0.0025 |
| CPC2 | 1000 | 15.19 | 0.0079 | 47.73 | 0.0025 |
| CPC3 | 1000 | 0.36 | 0.0079 | 18.11 | 0.0025 |
| CPM1 | 1000 | 0.00 | 3.9000 | 1.88 | 0.007266 |
| CPM2 | 600 | 0.87 | 3.9000 | 15.07 | 0.007266 |
| СРМ3 | 700 | 0.15 | 3.9000 | 2.52 | 0.007266 |
| CPG1 | 800 | 1.74 | 0.1257 | 69.53 | 0.0031416 |
| CPG2 | 700 | 1.20 | 0.1257 | 47.87 | 0.0031416 |
| CPG3 | 600 | 1.54 | 0.1257 | 61.44 | 0.0031416 |

5.6 Conductividad Eléctrica (µS/cm)

En la tabla 12 se exponen los valores de conductividad eléctrica, este parámetro no tuvo una influencia directa en el potencial de los electrodos, en la diferencia de potencial, en la densidad de potencia, ni en la densidad corriente. Lo cual sugiere que para este proyecto hay otros factores que influyen de forma significativa en los resultados de los HAAE. La conductividad eléctrica se mantuvo arriba de los 2000 μ S/cm en todos los HAEE, esto indicaría que la salinidad del electrolito fue suficiente para alcanzar los voltajes registrados.





Tabla 12 Valores de conductividad eléctrica en los HAAE

| Valores | CPC1 | CPC2 | CPC3 | CPM1 | CPM2 | CPM3 | CPG1 | CPG2 | CPG3 |
|------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| Promedio | 2162.43 | 2450.86 | 2238.57 | 2858.86 | 2574.00 | 2716.71 | 2518.71 | 2593.14 | 2068.86 |
| Desv. Est. | 391.18 | 84.17 | 399.95 | 71.39 | 637.28 | 365.39 | 90.90 | 472.55 | 189.91 |

5.7. Oxígeno Disuelto (OD)

En el área anódica se espera que el ambiente sea anaeróbico, lo que significa que en el área haya presencia mínima de oxígeno. El cual nos ayuda mantener a las bacterias separadas del oxígeno y a los electrones lejos de este aceptor de electrones para luego ser trasladados por una resistencia eléctrica al área catódica (Revelo y col,2013).

En la tabla 13 se reúnen los diferentes valores promedio que se obtuvieron a lo largo del proyecto para oxígeno disuelto en las diferentes configuraciones. En esta Tabla se nota que, para el área anódica los valores de OD son menores que los del área catódica. La mayoría de los HAAE presentaron valores menores a 1 mg/L de OD en el ánodo, lo cual sugiere que el comportamiento en el área anódica favoreció el crecimiento de bacterias anaerobias.

La configuración con los valores más bajos de OD fue CPG, lo que es coherente considerando el volumen y la profundidad manejada, es decir, al tener CPG una cama de 20 cm de tezontle por debajo del ánodo, se garantizó una reducción de oxígeno en el ánodo.





Tabla 13 Oxígeno disuelto en los HAAE

| Configuración | Promedio | Desviación | Promedio | Desviación |
|---------------|-------------|------------|--------------|------------|
| | de | estándar | de | estándar |
| | mediciones | ánodo | mediciones | cátodo |
| | en el ánodo | | en el cátodo | |
| CPC1 | 1.17 | 2.93 | 1.86 | 3.37 |
| CPC2 | 0.36 | 1.56 | 0.65 | 6.37 |
| CPC3 | 0.95 | 2.18 | 2.25 | 3.65 |
| CPM1 | 1.08 | 1.87 | 1.94 | 3.29 |
| CPM2 | 0.93 | 1.64 | 1.45 | 2.46 |
| СРМ3 | 0.89 | 1.65 | 1.50 | 3.18 |
| CPG1 | 0.13 | 0.30 | 1.22 | 2.28 |
| CPG2 | 0.63 | 1.21 | 1.65 | 2.76 |
| CPG3 | 0.47 | 1.58 | 1.59 | 2.65 |





Capítulo VI Conclusiones y perspectivas

6.1 Conclusiones

Con base en los objetivos de este proyecto y con los resultados obtenidos del mismo se concluye lo siguiente:

- En relación con la aplicación y la evaluación del estudio de diferentes HAAE con diferentes volúmenes, la CPG, la cual operó con un volumen mayor, muestras potenciales de ánodo y cátodo con menor variabilidad. Además, en estas celdas se obtuvo un 70 % de remoción de materia orgánica y valores de oxígeno disueltos menores a 1 mg/L.
- La relación entre la remoción de materia orgánica con respecto al volumen, la configuración CPG, tuvo mejores resultados. Con un volumen mayor se pudo tener un mayor control en la remoción, debido a que las pérdidas de solución nutritiva por evaporación son menores.
- Para las CPC, se puede trabajar en la estabilización del área anódica, probablemente con la aplicación de un inóculo. La variación observada en el potencial del ánodo se pudo haber generado por la falta de inóculo. Sin embargo, en estos sistemas, se aprovechó de mejor manera el voltaje generando una potencia mayor.
- Para la configuración física de los HAAE CPG notamos que la distancia entre el fondo del contenedor (20 cm) hacia el ánodo ayudó a estabilizar el potencial de este. Se sugiere que esto fue debido a que ese espacio disponible ayudara a que el consorcio microbiano generara su biopelícula en el material de empaque y en la raíz.
- Es probable, además que los HAAE CPG presentaran una mayor resistencia interna, lo que impidió que se generara una mayor densidad de potencia y que se utilizara más eficientemente el voltaje generado en estos sistemas.





- Al analizar la relación de conductividad eléctrica con la producción de electricidad, se determinó que el parámetro no afecta de manera directa
- La configuración CPM no se rechaza totalmente ya que para los resultados de potencial de ánodo al final del proyecto estaban generando una tendencia negativa.
- Para los valores de densidad de potencia (DP) se obtuvieron buenos resultados para la configuración CPC y CPG, pero estos resultados dependen de qué manera se reportará el rendimiento eléctrico de nuestro sistema, si es por unidad de área del ánodo o por unidad de volumen del ánodo. Se observó un mejor desempeño en las CPC con un menor volumen y una DP mayor.

6.2 Perspectivas y sugerencias

Para el estudio de esta nueva tecnología notamos que, sus variaciones dependen de varios factores; como la configuración física, el material de electrodos, diferencias de volúmenes, material de la membrana o materiales de los colectores eléctricos. Actualmente en la Facultad de Estudios Superior Zaragoza se estudian algunos de estos factores. Por lo anterior se sugiere lo siguiente:

- Para la siguiente etapa se propone integrar lo que ya se ha estudiado (membrana selectiva y colectores de corriente) con la relación de volumen previamente estudiada en esta tesis y hacer una comparación entre ellas.
- Caracterizar el microbiota de los HAAE debido a que los microorganismos electrógenos son uno de los principales componentes generadores de corriente (Esteve-Núñez, 2008)
- Trabajar con los sistemas que mejores resultados proporcionaron y empleando un agua residual real de alguna planta de tratamiento.
- Estudiar la resistencia interna de los HAAE para reportar qué tanto afecta a los parámetros eléctricos
- El potencial del ánodo puede ser afectado por condiciones climáticas como la presencia constante de luz solar y la densidad vegetal (número y extensión de





los ejemplares vegetales empleados). Para la configuración CPM podemos sugerir que a mayor área en el ánodo se puede colocar de 1 a 2 especies vegetales. También considerar el espacio idóneo para el crecimiento de estas.

• Estudiar los fenómenos de transferencia de masa que intervienen en los HAAE y cómo esto ayudaría a mejorar el desempeño eléctrico.







ANEXOS





Anexos A.1. Métodos y técnicas

En la tabla (A.1), se registraron las resistencias que resultaron en la medición de las diferentes conexiones. En la fig.A.1 se muestra cómo se hicieron las diferentes mediciones de la resistencia eléctrica de los electrodos.

Datos del multímetro empleado:

Marca Amprobe 38 XR-A SKU AMP973

Tabla A.1. Medición de la resistencia eléctrica de los electrodos recién construidos

| Muestra | Conexión placa/ánodo-placa | Conexión placa/ánodo- |
|---------|----------------------------|-----------------------|
| | | placa/ánodo |
| 1 | 0.3Ω | 0.5Ω |
| 2 | 0.5 Ω | 0.2 Ω |
| 3 | 0.3 Ω | 0.5Ω |
| Muestra | Conexión ánodo- ánodo | Conexión placa-placa |
| 1 | 0.1 Ω | 0.3 Ω |
| 2 | 0.5Ω | 0.3 Ω |
| 3 | 0.2Ω | 0.3 Ω |







b) Conexión placa/ánodo- placa/ánodo









c) Conexión ánodo- ánodo

d) Conexión placa-placa

Figura A.1. Medición de la resistencia eléctrica de los electrodos recién construidos





Anexo A.2. Método para la determinación de la Demanda química de oxígeno (DQO)

La determinación de materia orgánica se realizó de acuerdo con la norma NMX-AA030-SCFI-2001, método de reflujo cerrado- método espectrofotométrico La DQO es la cantidad de materia orgánica e inorgánica en una muestra de agua susceptible de ser oxidada por un oxidante fuerte. Una gran cantidad de compuestos orgánicos e inorgánicos son oxidados con una mezcla de ácido crómico y sulfúrico en ebullición. La muestra se coloca a reflujo en una disolución de ácido fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio. Después de la digestión el dicromato no reducido se mide espectrofotométricamente para determinar la cantidad de dicromato consumido y calcular la materia oxidable en términos de oxígeno equivalente. Esto se hace a partir de las disoluciones presentadas en la tabla A.2.

Tabla.A.2 Disoluciones empleadas para la DQO

| Disolución | Preparación |
|-------------------------|--|
| Disolución B | Disolver 15 g de Ag ₂ SO ₄ en un 1 L de H ₂ SO ₄ |
| Ácido sulfúrico-Sulfato | concentrado. Mantener la disolución en oscuridad |
| de plata | hasta la disolución total de Ag ₂ SO ₄ . |
| Disolución A | Disolver 10.21 g de K ₂ Cr ₂ O ₄ en 500 ml de agua |
| Digestora alta de | destilada, agregar 167 ml de H ₂ SO ₄ concentrado y |
| dicromato de potasio | 33.3 g de HgSO ₄ . Disolver y dejar enfriar a |
| | temperatura ambiente para aforar |
| Solución madre de | Se pesaron 0.0852 g de HOOCC ₆ H ₄ COOK |
| biftalato de potasio | previamente secado por una hora a 120 °C y se |
| | llevaron a aforo con 100 ml de agua destilada, esta |
| | disolución tiene una DQO teórica de 1 ml = 1mg de |
| | DQO. |

Para realizar la determinación de la demanda química de oxígeno en las muestras se realizó una curva patrón preparando diferentes diluciones tal como se muestra en la





Tabla A.2.1. Para cada uno de los puntos de la curva de calibración se tomaron 2.5 ml de cada dilución estándar y se le agregaron las soluciones A y B en los volúmenes indicados en la tabla A.2.1.

Tabla.A.2.1. Soluciones estándar para la curva de calibración de DQO

| Estándar | Disolución Madre (µl) | DQO (mg O2/L) | Disolución A (ml) | Disolución B (ml) |
|----------|-----------------------------|------------------|----------------------|----------------------|
| 1 | 250 | 25 | 1.5 | 3.5 |
| 2 | 500 | 50 | 1.5 | 3.5 |
| 3 | 1,000 | 100 | 1.5 | 3.5 |
| 4 | 2,000 | 200 | 1.5 | 3.5 |
| 5 | 3,000 | 300 | 1.5 | 3.5 |
| 6 | 4,000 | 400 | 1.5 | 3.5 |
| 7 | 5,000 | 500 | 1.5 | 3.5 |
| 8 | 6,000 | 600 | 1.5 | 3.5 |
| 9 | 7,000 | 700 | 1.5 | 3.5 |
| 10 | 8,000 | 800 | 1.5 | 3.5 |

Después de agregar cada una de las disoluciones a un tubo de digestión se agitan hasta la mezcla total de los componentes y se llevan a digerir a un horno a una temperatura de 150 °C por 2 horas. Pasado el tiempo de digestión se permitió el enfriamiento y la sedimentación de los sólidos presentes en los tubos por 12 horas para su posterior lectura de la absorbancia en un espectrómetro con una longitud de onda de 600 nm.

La curva patrón resultante se presentará en la siguiente gráfica (fig. A.2.1). Se hizo la curva tres veces para tener como resultado una curva con un valor de r^2 de 0.99 como mínimo.





| Datos de calibración | | ación | | | | | |
|--------------------------|--------|---------|---|--|--|--|--|
| Muestra | X= DQO | Y= ABS. | g 0.4 3 | | | | |
| Blanco | 0.0 | 0.04 | 0.35 - 0.3 - 0.3 - 0.35 | | | | |
| 1 | 250 | 0.043 | Absorbance O.4 O.25 O.20 O.0.15 O.0.15 | | | | |
| 2 | 500 | 0.051 | 0.05 | | | | |
| 3 | 1000 | 0.089 | 0 2000 4000 6000 8000 | | | | |
| 4 | 2000 | 0.112 | DQO mg/L | | | | |
| 5 | 3000 | 0.155 | | | | | |
| 6 | 4000 | 0.19 | Relación $y = 4E-05x + 0.0374$ | | | | |
| 7 | 5000 | 0.216 | $R^2 = 0.9932$ | | | | |
| 8 | 6000 | 0.272 | | | | | |
| 9 | 7000 | 0.292 | | | | | |
| 10 | 8000 | 0.358 | | | | | |
| Fig. A.2.1. Curva Patrón | | | | | | | |

(Elaboración propia)

Ya que se cuenta con la curva patrón se puede calcular la DQO con la siguiente ecuación:

$$DQO\left(\frac{mg}{L}\right) = \left(\frac{Abs\ mtra - 0.0326}{0.0004}\right)$$

Este método se eligió porque cuenta con el rango de concentración de DQO que abarca la muestra que se analizó en el HAAE.





Anexo A3. Construcción de un electrodo de referencia (ER)

En una CCM se observa el potencial en el electrodo de trabajo con respecto a un electrodo con potencial constante, el cual es conocido como electrodo de referencia (ER). La característica principal del electrodo es que su potencial es constante, no cambia (Shaukatali N. Inamdar y col. 2009).

Para esta investigación se construyó un ER de Ag/AgCl, debido a su simplicidad, su diseño económico y sus componentes no tóxicos.

Para este proceso se necesitaron los siguientes materiales:

- Cuerpo de electrodo (tubo de vidrió)
- Alambre de plata
- Solución 0.1 M de HNO₃ (1 ml)
- Solución 0.05 M de KCl (150 ml)
- Solución 3 M de KCl (10 ml)
- Batería de 9v
- Terminales eléctricas con caimán
- Vasos de precipitado para cada una de las soluciones
- Agua destilada

Preparación de la solución de limpieza 0.1 M de HNO3, cálculos:

Con la pipeta se toma una alícuota de 1 ml de una solución de HNO_3 al 70% y se diluye en 157 ml de agua destilada

$$70 \% \frac{ml \ de \ HNO_3}{ml \ de \ disolución} * \frac{1}{100} \% = 0.7 \frac{ml \ de \ HNO_3}{ml \ de \ disolución}$$

$$0.7 \frac{ml \ de \ HNO_3}{ml \ de \ disolución} * 1 \ ml \ de \ disolución * 1.4134 \frac{g \ de \ HNO_3}{ml \ de \ HNO_3} = 0.9894 \ g \ de \ HNO_3$$





$$0.9894~g~de~HNO_3* \frac{1~mol~de~HNO_3}{63.012~g~de~HNO_3} = 0.0157~mol~de~HNO_3$$

$$M = \frac{n}{V}$$

$$V = \frac{n}{M}$$

$$V = \frac{0.0157 \ mol \ de \ HNO_3}{0.1 \ \frac{0.0157 \ mol \ de \ HNO_3}{L}} = 0.157 \ L$$

Disolución 0.05 M de KCl para recubrimiento de los alambres de plata

Para preparar el electrolito, empleado para el recubrimiento. Se debe disolver 0.5591 g de KCl en 150 ml de agua destilada

$$0.05 \frac{mol\ de\ KCl}{L} * 74.5513 \frac{g\ de\ KCl}{mol\ de\ KCl} * 0.15\ L = 0.5591\ g\ de\ KCl$$

Disolución 3 M de KCl para el cuerpo del electrodo

Para preparar el electrolito, empleado en el cuerpo del electrodo, se debe disolver 2.2365 g de KCl en 10 ml de agua destilada

$$3 \frac{mol \ de \ KCl}{L} * 74.5513 \frac{g \ de \ KCl}{mol \ de \ KCl} * 0.01L = 2.2365 \ g \ de \ KCl$$





Tabla A.3 Proceso de construcción del electrodo de referencia (ER)









1)

Se limaron con cuidado las 5 piezas de alambre de Ag. Se eligió el electrodo de trabajo, para hacer el depósito de AgCl. 2)

Se hizo una limpieza con alcohol en cada una de las piezas de alambre, después se enjuagaron con agua destilada para después introducirlas a la solución de limpieza de HNO₃ por unos segundos.







3)

Se construye un circuito con la batería de 9 V y un alambre de plata en cada extremo. Estos alambres se sumergen en la solución de 3 M de KCl cuidando que no se toquen entre ellos. Se conectó el circuito durante 5 min para que se lleven a cabo las reacciones de óxidoreducción involucradas.

4)

Una vez que se hizo el depósito de AgCl en uno de los alambres, se colocó en el cuerpo del electrodo con la solución 3 M de KCl depositada.

Se sella el tubo con un tapón de goma. Finalmente se realiza la calibración del electrodo midiendo su potencial con un multímetro contra otro electrodo ya calibrado.





Anexo A.4 Técnica de calibración de pH

La operación del equipo Hanna Instruments multiparamétrico Edge modelo HI2020 en modo básico permite calibración de buffer a tres puntos. Para mediciones exactas, se recomienda por lo menos una calibración de dos puntos. Sin embargo, también se puede utilizar un único punto de calibración. Las soluciones amortiguadoras (*buffers*) de calibración se seleccionan desde la lista de buffers de calibración que incluye los buffers estándar, pH 4.01, 6.86, 7.01, 9.18 y 10.01. Para esta calibración se ocupó un electrodo de Hanna Instruments modelo HI1131B.

Para la calibración a tres puntos se sumerja el electrodo de pH aproximadamente 3 cm (1¹/₄ ") en una solución amortiguadora (*buffer*) y se agita suavemente. Presionar CAL.

Pasos de calibración

- A) Enjuagar con agua destilada el electrodo y retirar excedentes de agua, antes de la calibración.
- B) El equipo pide que se elija la solución de estándar (buffer 7.01) inicial.
- C) Se sumerge el electrodo en la solución de enjuague correspondiente, y después en la solución estándar, y daremos pequeños giros envolventes. El equipo reconocerá el estándar y pedirá que confirme la medición.
- D) Aparecerá el texto "CFM" en la pantalla del lado izquierdo y para confirmar el valor de calibración oprimiremos el botón de confirmación (CFM).
- E) Una vez confirmado la primera solución estándar, el equipo pedirá la solución 4.01. Repetir los pasos C y D.
- F) Después, el equipo solicita la solución estándar 10.01, para evitar un cambio brusco de pH se enjuagará en el estándar 7.01. Repetir los pasos C y D.
- H) una vez calibrado el equipo con las tres soluciones de calibración, presionar CAL y se guardarán los datos.





Para hacer la medición deben de estar sumergidos tanto la membrana de vidrio, como la unión del electrodo.





Anexo A.5 Técnica de calibración Oxígeno disuelto

Para la calibración de OD se utilizó un multiparamétrico Hanna Instruments Edge modelo HI2020 con un electrodo con un electrodo de OD de Hanna Instruments modelo HI764080 (Hanna Instrumenst)

Preparación inicial

Preparación de la sonda OD

Las sondas de HANNA son enviadas en seco.

- Retire cuidadosamente el cartón de embalaje del tubo que protege la sonda.
 Para almacenarla la sonda se guardará seca nuevamente
- 2) Abra la membrana del empaque y remueva el anillo O y la tapa de la membrana y rellenar de solución electrolítica. Nota: para llenar la sonda usar las gotas que sean necesarias y dar pequeños golpes tratando de que no quede ninguna burbuja.
- 3) Enroscar la membrana a la sonda y colocar la tapa que viene incluida.

Preparar una botella de solución HI 7040 siguiendo las indicaciones del paquete. La solución es producto de la misma empresa de Hanna. Utilice la solución dentro del siguiente mes de su preparación. Vierta pequeñas cantidades de solución HI 7040 cero-oxígeno en un vaso de precipitados. Remueva la tapa protectora si es utilizada.

Calibración 100% Saturada

Se sugiere realizar la calibración de OD al 100 % sea en volumen de agua destilada satura de aire.

• Sumergir la sonada en el agua destilada satura de aire esperar que reconozca el % de saturación 100





- Cuando la lectura es estable y está dentro de los límites, el símbolo "CFM" comienza a parpadear.
- Presionar CFM para confirmar el 100,0% de la calibración de OD
- . Presionar CAL para dejar la calibración luego del primer punto. El instrumento desplegará el mensaje "SAVING" y regresará al modo de medición memorizando los datos de calibración de la pendiente.

Punto Cero

Presione CAL o continuar con la calibración luego de confirmar el primer punto. El medidor desplegará "*WAIT*" y será desplegado "o.o" en la esquina inferior derecha.



Fig. A.5.1. Calibración del sensor OD 0%

Sumergir el sensor de temperatura y membrana de sonda en el vaso de precipitados que contiene la solución Cero Oxígeno HI 7040 y agitar suavemente durante 2-3 minutos. La lectura se apagará.

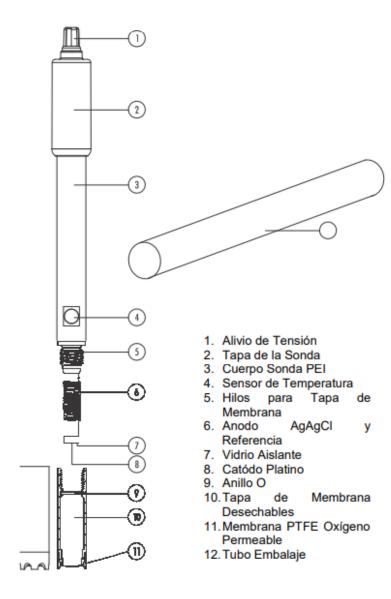
Cuando la lectura sea estable y detenga el cambio de valor, la etiqueta del símbolo "CFM" comenzara a parpadear. Presionar CFM en el equipo para confirmar la calibración o,o de O.D. El instrumento desplegará el mensaje "SAVING" y volverá al modo de medición. Enjuague la punta de la sonda en agua antes de tomar mediciones en las muestras.

Mensajes de Calibración: Si la lectura está fuera de los límites, se mostrará el mensaje "*WRONG STANDARD*". Si la temperatura va fuera del rango (0,0 - 50,0 °C) durante la calibración será desplegado el mensaje "*WRONG STANDARD*





TEMPERATURE" (temperatura estándar errónea) y el valor de la temperatura comenzará a parpadear.



 $Fig.\,A.5.2.\,Diagrama\,del\,electrodo\,OD\,modelo\,HI764080$





Anexo A.6 Calibración electrodo de conductividad eléctrica (CE)

Equipo utilizado multiparamétrico Hanna Instruments Edge modelo HI2020 con un electrodo de CE modelo HI763100.

Nota: Cada vez que se calibre el instrumento se debe utilizar una solución estándar fresca. El valor de la solución estándar debe ser cercano al de la muestra que se va a medir.

Materiales:

- Soluciones estándar de conductividad eléctrica en 84 μ S.cm, 1413 μ S.cm, y 5.00 mS.cm
- Agitador magnético
- Equipo multiparamétrico
- Electrodo con sonda de conductividad con 4 anillos y sensor de T
- Vaso de precipitado para cada estándar

Procedimiento:

1) Montar el multiparamétrico con el electrodo de CE modelo HI1343B, debe estar seguro de que el electrodo se encuentre limpio.



Fig. A.6.1. Montaje del sensor de CE





- 2) Encender el equipo y una vez conectado el electrodo se realizará la lectura de CE
- 3) Al estar en el modo CE se oprime CAL y se borra la calibración anterior con la orden *Set-up* y podremos guardar una nueva calibración para confirmar se presiona GLP CFM.
- 4) Para calibrar el punto o de CE, hacerlo con agua destilada



A.6.2. Calibración del sensor de CE

- 5) Después de que sea borrada la información anterior saldrá del modo calibración. Para iniciar con la calibración se presiona CAL, y el equipo pedirá el primer punto al calibrar.
 - En este paso nos pide el estándar de $0.0~\mu Scm$, en este punto la sonda se sumerge en agua destilada. Cuando la lectura se haya estabilizado confirmamos el valor con GLP CFM.
- 6) Después de confirmar el equipo pedirá calibrar con el siguiente punto de 84 μScm
 - Nota: si deseamos calibrar un punto diferente al que aparece podemos ir moviendo con las flechas para colocar el valor deseado.







A.6.3. Estándar del sensor de CE

Para cada punto se sumerge la sonda en cada uno de nuestros estándares y se agita. Cuando la lectura sea estable en la pantalla aparecerá CFM y se confirma con la tecla CFM.

7) Cuando hayamos leído los puntos de cada solución estándar presionaremos CFM para confirmar la calibración. El equipo almacenará la calibración de los valores y vuelve al modo medición.





Capítulo VII – Referencias bibliográficas

- 1. Acosta L., (2003). Principios agroclimáticos básicos para la producción de plantas medicinales. Revista Cubana de plantas medicinales, v 2003 no 1
- 2. Aguilar-González, M. Buitrón, G., Shimada-Miyasaka, A., Mora-Izaguirre, O. (2016). Estado actual de los sistemas bioeléctricos: Factibilidad de su uso para aumentar la producción ruminal de propionato. Agro-ciencia 50: 149-166.
- 3. Alzate L., Fuentes C., Álvarez A. y P. J. Sebastián, Generación de Electricidad A partir de una Celda de Combustible Microbiana Tipo PEM, Interiencia, julio (2008), vol. 33 N° 7 pp. 503-509.
- 4. Bard, A. J., Faulkner, L R. (2001). Electrochemical methods, fundamentals, and applications. Segunda edición. Wiley. Nueva York, EE. UU.
- 5. Bermudez, M. Erika D. Bernal, (2018). Implementación de una Celda de Combustible Microbiana a escala laboratorio para generación de energía eléctrica. Tesis de licenciatura Universidad de América Bogotá D.C.
- 6. Buitrón G. y Pérez J., Producción de electricidad en celdas de combustible microbianas utilizando agua residual: Efecto de la distancia entre electrodos. UNAM, Revista Especializada en ciencias Químicas-Biológicas, vol.14, núm. 1, junio (2011), pp. 5.-11
- 7. Cabrera, L. (2002). Diccionario de aztequismos. Revisión y puesta en orden: J. Ignacio Dávila-Garibi. Términos nahuas: Luis Reyes-García. Términos latinos (clasificaciones botánicas y zoológicas): Esteban Inciarte. Ed. Colofón S.A. 5^a edición. ISBN 968-867-038-3. México D.F. México. Pp. 108, 136-137, 142.
- 8. Cercado B., Cházaro- Ruiz L., Ruiz V., López-Prieto I., Buitrón G., Razo-Flores E. (2013), Biotic and biotic characterizacion of bioanodes forme don oxidized carbon electrodes as a to predict their performace. Contents lists avaible at SciVerse ScienceDirect. Biosensors and Biolectronics 50 pp. 373-381.
- 9. Comisión Federal de Electricidad. 2019. Informe anual.





- 10. Czerwińska-Główka y col. (2020). A journey in the complex interactions between electrochemistry and bacteriology: From electroactivity to electromodulation of bacterial biofilms. Bioelectrochemistry, 107401
- 11. Delgadillo, O. (2010). Depuración de aguas residuales por medio de humedales artificiales. Edi.6, Bolivia.
- 12. Droto G., Langergraber G., Molle P., Nivala J. Puigagut J., Stein O.Sperling M. Serie de Tratamiento Biologico de Aguas Residuales Volumen 7,"Hmedales para Tratamiento". Editado al Castellano por Ismael L., Vera-Puerto, Arias C.
- 13. Esteve-Núñez A., (2008)." Bacterias productoras de electricidad", Laboratorio de Ecología Molecular, Actualidad SEM pp 34 -38.
- 14. Fundación Endesa (2020) Centrales de biomasa y sus tipos.
- 15. González, J. y Dzib, R. 2014. Introducción a la electroquímica. Capítulo 7. ISBN: 978-607-484-648-5.
- 16. HANNA instruments, Manual de instrucciones, Multuparamétrico, Edge. http://www.sadsma.cdmx.gob.mx:9000/datos/glosario-definicion/Agua%20residual https://www.fundacionendesa.org/es/centrales-renovables/a201908-central-de-biomasa (Recuperado el 18 de septiembre de 2021).
- 17. INDURA S.A. (2010). Manual Aceros inoxidables.Cerrillos,Chile
- 18. Kalmus, P. (2018) ¿Hacia una nueva ilustración?, Una década trascendente. Recuperado el 12 diciembre de 2018, de https://www.bbvaopenmind.com/wp-content/uploads/2018/12/BBVA-OpenMind-Peter-Kalmus-Cambio-climatico-la-humanidad-en-la-encrucijada.pdf
- 19. Logan B., Hamelers B., Rozendal R., Uwe Shroder, Jurg Keller, Setafano Freguia, Peter Aelterman, Willy Verstraete y Korneel Rabey, junio del 2007. Microbial Fuel Cells: Methodology and Technology, Environ. SCI y Technol. American Chemical Society. Logan B.E., Hamelers B., Rozendal R., Uwe S., Keller J., Freguia S., Aelterman P., Verstraete W., and Rabaey K., (2006), Microbial Fuel Cells: Methodology and Technology.





- 20.López J. (2014), Desarrollo de una Celda de Combustible Microbiana (CCM) para aplicación de tratamiento de aguas residuales, Tesis de Maestría. Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en electroquímica.
- 21. Lovley D. R. 2008. Then microbe electric: conversion of organic matter to electricity. Current Opinion in Biotechnology, vol 19, no. 6, pp 564-571.
- 22. Luviano-Vigueras, J. (2020). Caracterización electroquímica de celdas de combustible microbianas vegetales para la producción de energía renovable. Tesis de Licenciatura en Ingeniería Química Industrial. México, México: Instituto Politécnico Nacional.
- 23. Mantel, C. 2003. Ingeniería electroquímica. Pp. 3-5. Reverté S.A. Barcelona, España.
- 24. Matex. Materiales Textiles, S.A. de C.V. (2020). Catálogo Mallas Metálicas. México
- 25. Medina, Hilda; Colina Phillips, Lic. Gisela; Ledo, Rosa, Informe Médico. 2013, vol. 15 Número 2, p67-73. 6p
- 26. Mera, M.A. (2015). Diseño y construcción de una Celda de combustible microbiana de cátodo expuesto a escala piloto. Tesis de licenciatura. Universidad del Valle
 - México: Salinas-Juarez, Tellez, Alfaro, Cruz.
- 27. Montanegro-Rosero K., Lenys Fernández, Cristina Villamar-Ayala y Patricio Espinoza-Montero, (mayo 2019). Humedales Artificiales y Celdas de Combustible Microbianas como sistemas individuales y combinados para el tratamiento de aguas residuales: Una revisión. infoANALITICA, vol. 7, N°2. Pontificia Universidad Católica del Ecuador.
- 28.Ortiz Zamora, Saira Itzel. 2018. Estudio de separadores de semi-reaciones en humedales artificiales asistidos electroquímicamente. Tesis de Maestría. Programa de Doctorado y de Maestría en Ingeniería, UNAM.
- 29. Revelo, D.M., Hurtado, N.H., Ruiz, J.O. 2013. Celdas de Combustible Microbianas (CCMs): Un Reto para la Remoción de Materia Orgánica y la Generación de Energía Eléctrica. Información Tecnológica 24(6), 17-28.





- 30.Rivera-Labrada. H. (2023). Evaluación de conexiones eléctricas en humedales artificiales asistidos electroquímicamente a escala laboratorio. Tesis de licenciatura. Universidad Autónoma de México
- 31. Roller S, Bennetto H, Delaney G, Mason J, Stirling J, Thurston C (1984)
 Electron-transfer coupling in microbial fuel cells. Comparison of redoxmediator reduction rates and respiratory rates of bacteria. J. Chem.
 Technol. Biotechnol. 34: 3-12
- 32. Rozendal, R.A., Hamelers, H.V.M., Rabaey, K., Keller, J., Buisman, C.J.N., 2008. Towards practical implementation of bioelectrochemical wastewater treatment. Trends Biotechnol. 26, 450-456.
- 33. Salina-Juarez M, Cruz Martinez H. y Solorza-Feria, O. (2022). Humedales Artificiales Asistidos Electroquimicamente. En M. Salina-Juarez, M Tellez, H. Alfaro, y H. Cruz, Contribuciones destacadas en conversión y almacenamiento de energía (pags.137-167)
- 34. Sánchez Cano J (2011). La crisis energética global, la posición de México en el mundo, Universidad Juárez del Estado de Durango, Durango
- 35. Secretaria de Economía (2001). Norma Mexicana 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 (Cancela la NMX-AA-030-1981) Diario Oficial de la Federación. https://agua.org.mx/wp-content/uploads/2011/01/nmx-aa-030-scfi-2001.pdf
- 36. Secretaria de Medio Ambiente (023). Secretaria de Medio Ambiente Obtenido de gobierno de la Ciudad de México:
- 37. SENER, (2012). Prospectiva de Energías Renovables 2012-2026.
- 38. Shaukatali N. Inamdar, Mohsin A. Bhat and Santosh K. Hará (2009), Construction of Ag/AgCl Reference Elctrode from used Felt-Tipped Pen Barrel for Undergraduate Laboraty, vol. 86, núm. 3, pp. 355-356, Journal of Chemical Education.
- 39.Suzuki S. (1976) Fuel cells with hydrogen formig bacteria. Hosp. Hyg. Gesundheitswes Desinfekt. 68: 159





- 40. Villaseñor, J., Capilla, P., Rodrigo, M. A., Cañizares, P., Fernández, F. J. 2013. Operation of a horizontal subsurface flow constructed wetland Microbial fuel cell treating wastewater under different organic loading rates. Water Research. 47(17):6731-6738.
- 41. Yadav, A.K., Dash, P., Mohanty, A., Abbassi, R., Mishra, B.K., (2012). Performance assessment of innovative constructed wetland-microbial fuel cell for electricity production and dye removal. Ecol. Eng. 47, 126-131.
- 42. Yasri N. et al. (2019). The electrochemical perspective of bioelectrocatalytic activities in microbial electrolysis and microbial fuel cells. Energy Reports, 1116-1136.
- 43. Strik D et al. (2008). Green electricity production with living plants and bacteria in a fuel cell, International Journal of Energy Research. Publisher online in Wiley InterScience.