



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

---

---

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA

“CAMPUS II”

*“Electrocoagulación-Electrofloculación de aguas residuales”*

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
**INGENIERO QUÍMICO**

**P R E S E N T A:**  
**BRYAN TONATIHU SALINAS DEL RIO**

DIRECTOR DE TESIS  
M en IQ. FRANCISCO JAVIER ALMAZAN RUIZ



MÉXICO, CDMX

2024



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

# **Agradecimientos**

---

***El haber realizado esta tesis fue posible a la colaboración de mi Dios, mi mamá, mi hermana, mi abuela y profesores de la facultad, todos fueron parte de este gran logro porque me indujeron a salir adelante.***

- ***A Dios le agradezco que siempre puso todos los medios necesarios, me dio la fuerza para poder seguir adelante a pesar de todas las situaciones que ocurrieron en todos estos años.***
- ***A mi mamá le doy infinitamente las gracias por todo su apoyo, esfuerzo, paciencia en todos los aspectos, desde el inicio de mi vida de hasta este momento que termina esta etapa escolar.***
- ***A mi hermana le agradezco porque siempre ha estado a mi lado, tanto en las buenas como en las malas.***
- ***A mi abuela le agradezco por los ánimos que siempre me dio, así como el apoyo brindado durante todo este tiempo.***
- ***Agradezco al profesor Almazán director de esta tesis, por la confianza, dedicación y conocimiento brindado para llevar a cabo esta tesis.***

# Índice

---

Índice de figuras .....	7
Índice de tablas .....	10
Índice de gráficas .....	12
Glosario .....	14
Introducción .....	16
Objetivos .....	18
Capítulo 1 Marco teórico.....	20
1.1 Definición de aguas residuales.....	21
1.2 Tipos de aguas residuales .....	21
1.3 Problemática actual del agua .....	22
1.4 Turbidez (propiedad del agua) .....	23
1.5 Definición de coloide .....	24
1.6 Distribución de tamaños de partícula (PSD) .....	25
1.7 Cargas en los coloides .....	26
1.8 Doble capa eléctrica.....	27
1.9 Potencial electrocinético o potencial Z .....	28
1.10 ¿Por qué utilizar el proceso de coagulación-floculación? .....	29
1.11 Coagulación .....	29
1.12 Coagulantes .....	32
1.13 Factores que influyen en la coagulación .....	33
1.14 Floculación .....	34
1.15 Floculantes.....	35
1.16 Proceso de coagulación-floculación.....	37
1.17 La electroquímica en los procesos y etapas de tratamiento .....	38
1.18 Electrocoagulación.....	39
1.19 Electrofloculación .....	40
1.20 Electrocoagulación-electrofloculación .....	40
1.21 Medidas de calidad del agua según la legislación mexicana .....	42
Capítulo 2 Metodología.....	45
2.1 Determinación de concentración de hierro a partir de la prueba de jarras para el proceso de coagulación .....	46

2.1.1 Prueba de tubos.....	46
2.1.2 Prueba de jarras.....	48
2.2 Microelectrólisis.....	49
2.2.1 Voltamperometría cíclica.....	49
2.2.2 Voltamperometría cíclica positiva (oxidación) .....	54
2.2.3 Voltamperometría lineal a diferentes velocidades de barrido.....	55
2.2.4 Cronoamperometría (sin agitación).....	55
2.2.5 Cronoamperometría (con agitación).....	58
2.3 Macroelectrólisis .....	59
2.3.1 Macroelectrólisis sin agitación.....	60
2.3.2 Macroelectrólisis con agitación .....	62
2.3.3 Macroelectrólisis con flujo .....	64
Capítulo 3 Análisis y discusión de resultados.....	67
3.1 Prueba de tubos.....	68
3.2 Prueba de jarras.....	72
3.3 Voltamperometría cíclica.....	72
3.4 Voltamperometría cíclica positiva (oxidación) .....	80
3.5 Voltamperometría lineal a diferentes velocidades de barrido.....	82
3.6 Cronoamperometría (sin agitación).....	83
3.7 Cronoamperometría (con agitación).....	88
3.8 Macroelectrólisis sin agitación .....	92
3.9 Macroelectrólisis con agitación .....	96
3.10 Macroelectrólisis con flujo .....	102
Conclusión.....	108
Bibliografía .....	111

# Índice de figuras

---



Figura 1: Medida de la cantidad de sólidos disueltos en un medio acuoso .....	23
Figura 2: Nefelómetro, equipo utilizado en la medición de la turbidez .....	24
Figura 3: Comparación de tamaño entre partículas de una fase dispersa .....	25
Figura 4: Distribución de tamaño de partículas dispersas en un medio .....	26
Figura 5: Doble capa eléctrica del coloide.....	27
Figura 6: Potencial electrocinético vs distancia de coloide.....	28
Figura 7: Neutralización de las cargas eléctricas de partículas coloidales.....	31
Figura 8: Floculación y sedimentación de las partículas .....	34
Figura 9: Proceso de coagulación-floculación.....	37
Figura 10: Sedimentación en cono Imhoff.....	38
Figura 11: Proceso de electrocoagulación-electrofloculación .....	41
Figura 12: Prueba de tubos realizada en agua residual, utilizando como agente coagulante sulfato férrico (19.61 – 90.91 ppm) .....	47
Figura 13: Prueba de tubos realizada en agua residual, utilizando como agente coagulante sulfato férrico (77.5 – 87.60 ppm) .....	47
Figura 14: Prueba de tubos realizada en agua residual, utilizando como agente coagulante sulfato férrico (19.61 – 90.91 ppm) .....	48
Figura 15: Electrodo, barra de acero dulce y grafito.....	51
Figura 16: Soporte universal y pinzas con nuez para sostener electrodos .....	52
Figura 17: Celda electroquímica para la voltamperometría cíclica (1 RE, 2 CE, 3 WE) .....	53
Figura 18: Equipo y celda electroquímica trabajando en la voltamperometría cíclica .....	54
Figura 19: WE Y CE de acero dulce utilizados en cronoamperometría.....	56
Figura 20: Electrodo sumergido en sulfato de sodio para realizar cronoamperometría.....	58
Figura 21: Celda electroquímica montada para la cronoamperometría con agitación .....	59
Figura 22: Placas de acero utilizadas como electrodos para la macroelectrólisis .	60
Figura 23: Celda de dos electrodos utilizada en macroelectrólisis sin agitación ...	61
Figura 24: Celda electroquímica y equipos utilizados en macroelectrólisis sin agitación.....	62
Figura 25: Celda electroquímica y equipos utilizados en macroelectrólisis con agitación.....	64
Figura 26: Celda de dos electrodos con placas de acero en horizontal y con flujo del agua residual.....	65
Figura 27: Celda electroquímica y equipos utilizados en macroelectrólisis con flujo .....	66
Figura 28: Concentración determinada de 84.25 ppm necesaria de sulfato férrico para coagular el agua residual .....	70
Figura 30: Solución de 1 M de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	73
Figura 29: Solución de 1M de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	73
Figura 31: Solución de 1M de agua residual.....	73

Figura 32: Voltamperometría cíclica positiva con solución de Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	81
Figura 33: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 1 .....	94
Figura 34: Macroelectrólisis de agua residual, evaluaciones 2,3 y 4.....	95
Figura 35: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 5 .....	96
Figura 36: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 6 .....	97
Figura 37: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 7 .....	99
Figura 38: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 8 .....	100
Figura 39: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 9 .....	101
Figura 40: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 10 .....	102
Figura 41: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 11 .....	103
Figura 42: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 12 .....	104
Figura 43: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 13 .....	105
Figura 44: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 14 .....	106
Figura 45: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 15 .....	107

## **Índice de tablas**

---

Tabla 1: Tipos de aguas residuales .....	22
Tabla 2: Límites máximos permisibles en el agua residual (NOM-01-SEMARNAT-2021) .....	44
Tabla 3: Parámetros medidos en el agua residual.....	68
Tabla 4: 1 <sup>er</sup> experimento de coagulación de agua residual con sulfato férrico .....	69
Tabla 5: 2 <sup>do</sup> experimento de coagulación de agua residual con sulfato férrico .....	69
Tabla 6: Parámetros medidos en el agua residual.....	71
Tabla 7: Resultados del experimento de coagulación de agua residual con sulfato férrico .....	71
Tabla 8: Intensidad media de corriente vs voltaje aplicado en cada prueba .....	85
Tabla 9: Intensidad media de corriente vs voltaje aplicado por cada prueba .....	89
Tabla 10: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 1 .....	94
Tabla 11: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 2 .....	94
Tabla 12: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 3 .....	95
Tabla 13: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 4 .....	95
Tabla 14: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 5 .....	96
Tabla 15: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 6 .....	97
Tabla 16: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 7 .....	98
Tabla 17: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 8 .....	99
Tabla 18: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 9 .....	100
Tabla 19: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 10. ....	101
Tabla 20: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 11 .....	103
Tabla 21: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 12 .....	103
Tabla 22: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 13 .....	104
Tabla 23: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 14 .....	105
Tabla 24: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 15 .....	106

## Índice de gráficas

---

Gráfica 1: OCP Del Ácido Sulfúrico.....	75
Gráfica 2: OCP Del Sulfato De Sodio.....	75
Gráfica 3: OCP Del Agua Residual. ....	75
Gráfica 4: Voltamperograma Negativo Del Ácido Sulfúrico. ....	76
Gráfica 5: Voltamperograma Negativo Del Sulfato De Sodio. ....	77
Gráfica 6: Voltamperograma Negativo Del Agua Residual.....	77
Gráfica 7: Voltamperograma Positivo Del Ácido Sulfúrico.....	78
Gráfica 8: Voltamperograma Positivo Del Agua Residual. ....	79
Gráfica 9: Voltamperograma Positivo Del Sulfato De Sodio.....	79
Gráfica 10: Voltamperograma Cíclico Positivo Del Sulfato De Sodio. ....	81
Gráfica 11: Voltamperograma Lineal A Diferentes Velocidades.....	82
Gráfica 12: Gráfica De Corriente Vs Tiempo Obtenida De Las 12 Evaluaciones. .	84
Gráfica 13: Gráfica De IMC Vs Voltaje Aplicado De Cada Experimento. ....	85
Gráfica 14: Gráfica De Corriente Vs Tiempo Obtenida De Las 12 Evaluaciones. .	89
Gráfica 15: Gráfica De IMC Vs Voltaje Aplicado De Cada Experimento. ....	90

# **Glosario**

---

1. *Conductividad eléctrica o conductancia (G)*: La conductividad electrolítica es utilizada como una medida de la concentración de solutos ionizables presentes en la muestra, sus unidades son el siemens por metro (S/m) o los microsiemens por centímetro ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ).

$$S \text{ (unidad Siemens)} = \Omega^{-1} = \frac{1}{\Omega}$$

2. *Demanda química de oxígeno (DQO)*: es un indicador que mide el oxígeno que se consume por la oxidación de la materia orgánica en el agua. Habitualmente se realiza la determinación con permanganato potásico en las aguas para consumo (Espigares García & Pérez López).
3. *Coloides liofílicos (hidrofílicos)*: termodinámicamente estables, dado a sus interacciones fuertes favorables disolvente-soluto.
4. *Coloides liofóbicos (hidrofóbico)*: termodinámicamente inestable, muestra poca atracción entre la fase dispersa y el medio dispersante.
5. *Electrodo de referencia de calomel saturado (RE)*: está compuesto por  $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{Cl}_2/\text{KCl}_{\text{sat}}$ , su actividad está determinada por la solubilidad del  $\text{Hg}_2\text{Cl}_2$ , cloruro de mercurio (I), este último compuesto es una sal insoluble que también se le conoce como calomelano, su potencial con respecto al electrodo normal de hidrogeno es 0.241 (Cruz Hernández).



# Introducción

---

Las aguas residuales o aguas servidas, sus características naturales son modificadas por los contaminantes que en su mayoría son por las actividades antropogénicas (actividades humanas) o por la naturaleza. En el mundo cada vez aumenta más el agua residual sin tratar, considerando que más del 80% de las aguas residuales sean desembocadas al medio ambiente sin un tratamiento adecuado.

Dicho lo anterior lo anterior, esta tesis se realizó con el fin de eliminar las partículas coloidales insolubles suspendidas en el agua residual a partir del análisis del proceso electrocoagulación-electrofloculación, en el que se determinaron las condiciones energéticas de voltaje, intensidad de corriente, así como el tiempo de electrólisis al que se debe someter el acero.

La determinación de estas condiciones se realizó desde un proceso pequeño de microelectrólisis para escalar a una macroelectrólisis ocupando la ecuación de la densidad de corriente y la ecuación de Faraday, dichas condiciones se evaluaron con pruebas de voltamperometría y cronoamperometría.

En el capítulo 1 se describe de manera general el agua residual, tipos de agua, características de los coloides, coagulantes, floculantes, coagulación, floculación, doble capa eléctrica, potencial Z de un coloide, electrocoagulación, electrofloculación, así como las normas que regulan la calidad del agua en México.

En el capítulo 2 se detalla la metodología que se siguió para determinar las condiciones energéticas y electrodisolver el acero dulce, estas técnicas que se llevaron a cabo son la determinación de hierro por medio de la prueba de jarras y tubos, voltamperometría cíclica, cronoamperometría (para comprobar resultados se realizó la voltamperometría lineal), finalmente se presentan las pruebas diferentes de macroelectrólisis para determinar el tiempo de electrólisis.

Por último, en el capítulo 3 se muestran los resultados obtenidos de cada prueba, así como su respectiva explicación, discusión y análisis.

# Objetivos

---

## **Objetivo general**

“Estudiar, analizar y establecer las condiciones adecuadas para la separación de partículas suspendidas en aguas residuales a partir de un proceso de electrocoagulación-electrofloculación.”

## **Objetivos específicos**

1. Analizar las características fisicoquímicas de aguas residuales, procedentes de los humedales de la FES Zaragoza.
2. Encontrar la concentración necesaria de coagulante  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , en una muestra de agua residual a partir de las pruebas de tubos y de jarras.
3. Determinar mediante pruebas de microelectrólisis, las condiciones energéticas (I [mA], E [V]) para la electrodisolución de hierro (Fe).
4. Realizar el escalamiento de condiciones calculando el tiempo de electrólisis del acero a partir de la masa de hierro manteniendo constante la densidad de corriente y acoplado a la ley de Faraday.
5. Realizar la electrocoagulación-electrofloculación de una muestra de agua residual obtenida de los humedales del UMIEZ.

# **Capítulo 1**

---

## **Marco teórico**

## ***1.1 Definición de aguas residuales***

Las aguas residuales o aguas servidas, sus características naturales son modificadas por los contaminantes que en su mayoría son por la actividad humana como la orina, lodos fecales, aguas de lavado, aguas de sanitarios, aguas de establecimientos comerciales, instituciones, hospitales, efluentes de industrias, aguas pluviales, procesos de las actividades agrícolas, energéticas, etc. (Fiscalización ambiental en aguas residuales, 2014), (UNESCO, 2017).

Las aguas residuales se clasifican en tres diferentes tipos, que proceden del consumo humano o de procesos productivos, a continuación se mencionan los tipos de aguas residuales:

1. Aguas residuales domésticas.
2. Aguas residuales industriales.
3. Aguas residuales agrícolas.

En el mundo cada vez aumenta más el agua residual sin tratar, considerando que más del 80% de las aguas residuales sean desembocadas al medio ambiente sin un tratamiento adecuado, provocando la muerte de 1.5 millones de niños cada año, según Naciones Unidas, así también dice la ONG que cada año 1800 millones de personas corren el riesgo de contraer diarrea, cólera, disentería o polio, a causa del consumo de aguas contaminadas por excrementos (BBVA, 2021).

## ***1.2 Tipos de aguas residuales***

La contaminación de las aguas naturales es considerada una impurificación artificial que se produce por las actividades del ser humano, esta contaminación se clasifica en tres diferentes tipos de los cuales cada uno se define en la tabla 1:

Tabla 1: Tipos de aguas residuales

Tipo de agua residual	Procedencia	Forma de contaminación
Agua residual domestica	-Viviendas -Comercios públicos	Heces, detergentes, jabones, grasas, desechos del sanitario, etc.
Agua residual industrial	-Procesos de producción en industrias -Actividad minera -Act. energética	Agua de proceso, agua de limpieza, agua de refrigeración, agua de calentamiento, centrales nucleares, etc.
Agua residual agrícola	-Labor agrícola en zonas rurales	Abonos, fertilizantes, pesticidas, herbicidas, fungicidas e insecticidas.

Fuentes: (UNESCO, 2017), (AGUAS RESIDUALES: CLASIFICACIÓN, CARACTERÍSTICAS Y COMPOSICIÓN, (Capítulo 2)).

### **1.3 Problemática actual del agua**

El agua es el líquido más importante en el planeta tierra para el sostenimiento y la reproducción de la vida. El agua es el componente vital más abundante en la tierra con el 97% que pertenece a los océanos, y solo el 3 % es agua dulce, en donde este último pertenece a depósitos acuíferos, lagos, embalses, ríos, etc.

El agua dulce es lo que el ser humano puede consumir, pero ésta contiene diversos contaminantes debido a su naturaleza o por la actividad humana, en donde si el ser humano los ingiere le causaría un daño a la salud (enfermedad estomacal, intoxicación etc.). Esta es contaminada por derivados de combustibles, disolventes industriales, plásticos, plaguicidas, heces, orina, materia orgánica, microorganismos, jabones, detergentes, grasas, minerales, sales, entre otros más. estos producen enfermedades como la hepatitis A, fiebre tifoidea, diarrea, cólera etc. Por estos motivos es necesario purificar el agua con procesos físicos, químicos y electroquímicos.

En el país, las plantas de tratamiento municipal de agua residuales son calificadas de malo a pésimo en cuestión de su funcionamiento, las razones son: por que gastan cantidades enormes de energía eléctrica para operar, el costo es elevado

para adquirir materiales especiales, lodos activados y los costos para funcionar a cierto volumen de aguas residuales exceden su capacidad (FCCyT, 2019).

El agua muestra contaminantes de los que algunos son solubles, por lo que pueden ser eliminados con procesos químicos; por otro lado, algunos contaminantes insolubles se pueden retirar por procesos físicos, pero de hasta cierto tamaño de partícula. Las partículas muy finas insolubles en el agua conocidas como coloides, son de un tamaño muy pequeño; por lo que, ya no se alcanzan a separar del agua por procesos físicos, entonces para retirar esos contaminantes suspendidos en el agua se debe buscar un proceso electroquímico que elimine problema de contaminación, además de que sea de bajo costo en materiales y en consumo energético (Vargas C. & Romero E.).

#### ***1.4 Turbidez (propiedad del agua)***

La turbidez en el agua (figura 1) es ocasionada por factores como las partículas suspendidas (coloides u partículas de mayor tamaño), en aguas de muy baja calidad se presentan dificultades para removerlas por lo que la materia coloidal puede tardar 755 días en sedimentar y otras impurezas no se pueden remover por filtración rápida o lenta (Van Breemen, 2001).



*Figura 1: Medida de la cantidad de sólidos disueltos en un medio acuoso*

Fuente: <https://elproductor.com/2021/04/impacto-de-la-calidad-del-agua-en-aplicaciones-eficientes/>



La turbiedad es una propiedad óptica que ocasiona que los rayos de la luz sean dispersados y absorbidos por las partículas suspendidas en un líquido, en vez de que la luz pase de manera recta a través del líquido. La turbiedad mide la dispersión de las partículas en función del tamaño, número y forma de las partículas, estas partículas pueden ser removidas por métodos de separación como la filtración, sedimentación o la coagulación que es útil para las partículas coloidales que son de tamaño muy pequeñas. La filtración es para partículas que tienen un tamaño de entre 5 a 10  $\mu\text{m}$ . La turbidez en el agua mide utilizando un nefelómetro como el de la figura 2.



Figura 2: Nefelómetro, equipo utilizado en la medición de la turbidez

Fuente: [https://www.equiglass.com.mx/2100Q-Turbidimetro-portatil-EPA-,269\\_1562260984](https://www.equiglass.com.mx/2100Q-Turbidimetro-portatil-EPA-,269_1562260984)

## **1.5 Definición de coloide**

Un coloide son pequeñas partículas de soluto sólido muy fino, que no se pueden separar de un fluido por un método de filtración, debido a que estas pasan a través del medio que se utilice para filtrar, tampoco son visibles con un microscopio ordinario, pero son más grandes que cualquier molécula; para observarlas se requiere de un microscopio especial (ultramicroscopio) en donde se puedan identificar con la luz reflejada y refractada.

A un coloide se le conoce también como dispersión coloidal, en donde su tamaño oscila de entre 0.001 - 0.2  $\mu\text{m}$ , en estos límites arbitrarios el tamaño superior de 0.2  $\mu\text{m}$  representa el poder resolutivo en un microscopio ordinario y el límite inferior de 0.001  $\mu\text{m}$  representa la resolución del ultramicroscopio (Aragó La puente).

Por excelencia se denomina también como un sistema fisicoquímico, pues se compone de dos fases: una fase continua que se da en un medio líquido y la otra

es una fase dispersa o discontinua (llamada micela), que la componen las partículas generalmente sólidas.

A continuación, se observa en la figura 3 el tamaño de las partículas en dispersión coloidal, en comparación con una disolución y una suspensión.

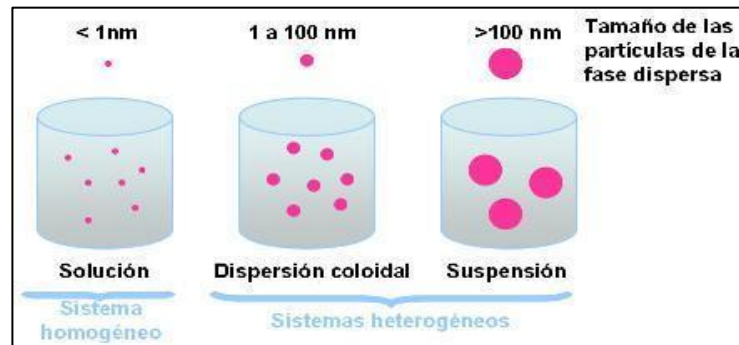


Figura 3: Comparación de tamaño entre partículas de una fase dispersa

Fuente: <https://bethlemitaspasto.edu.co/wp-content/uploads/2021/06/Guia-de-nivelacion-de-Quimica-4P-10%C2%B0-ok.pdf>

Las partículas coloidales se pueden clasificar en dos formas, en primer lugar, se tiene la afinidad entre las partículas de las fases que integran al coloide, en segundo lugar, se tiene el estado físico de los componentes de la dispersión coloidal (Badui Dergal, 2006).

### **1.6 Distribución de tamaños de partícula (PSD)**

El tamaño de las partículas define su morfología (forma de la partícula), pues esta es una característica física importante para los coloides liofóbicos como los aerosoles, suspensiones, dispersiones, polvos y las emulsiones. Las partículas tienen una morfología irregular (figura 4), el tamaño de las partículas permite conocer de manera exacta y directa los cambios de la distribución en cada una de las etapas que componen un proceso (Karlsson y Schade, 2005).

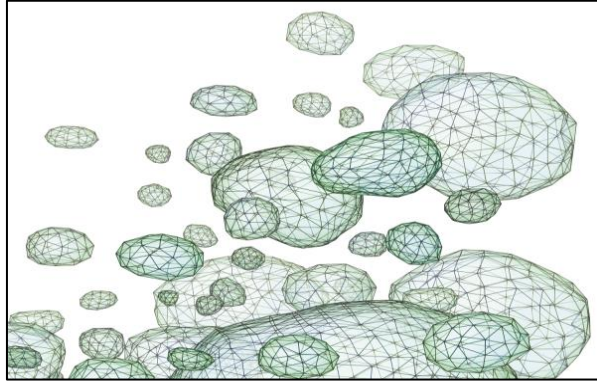


Figura 4: Distribución de tamaño de partículas dispersas en un medio

Fuente: <https://www.cas-instrumental.com.ar/3430-2/>

La PSD es una propiedad importante de las partículas coloidales, pues causa cambios en la formulación, procesabilidad y en las propiedades de uso del material en específico en propiedades como reológicas, mecánicas y físicas. Además, analizar el comportamiento del tamaño de la partícula y su distribución en los diversos procesos es uno de los principales parámetros que se deben considerar para el diseño de plantas de tratamiento (Odegaard, 1979<sup>a</sup> y 1998, Lawler y Willkes, 1984).

En aplicaciones industriales, la PSD puede afectar el sabor y textura de ciertos alimentos, las propiedades de las pinturas, la calidad de tintas y toners, los procesos de fabricación de cerámicas, y la velocidad de consumo de combustibles y explosivos (Collins, 1997).

### **1.7 Cargas en los coloides**

La doble capa iónica y la carga eléctrica, son propiedades que poseen las partículas coloidales debido a que estas las rodean, junto con la obtención del potencial Z hacen que los coloides sean estables; si estos no causaran las repulsiones electrostáticas necesarias entre partículas, por las fuerzas de Van Der Waals harían que precipitara el coloide.

Todas las partículas coloidales tienen una carga eléctrica parcialmente negativa o en muy pocas ocasiones son positivas, en las micelas su carga en el coloide es del mismo signo por lo que se repelen las partículas unas de otras evitando su

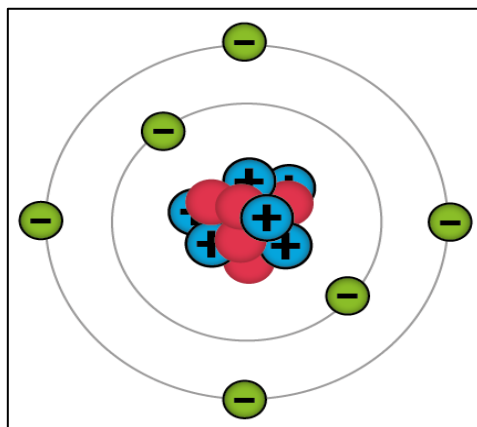
agregación, facilitando así que las micelas se mantengan en suspensión y sean distribuidas de manera uniforme en la fase continua o en la fase dispersante.

Como se mencionó anteriormente las partículas coloidales son rodeadas por una doble capa, además de que en ellas hay una magnitud llamada potencial Z, a continuación, se hablará de estas propiedades.

### **1.8 Doble capa eléctrica**

Se define, como los iones que están en un sistema que contiene una región de interfase, formada por dos fases; en donde, una de ellas adquiere una carga positiva y la otra una carga negativa (figura 5), cuando se juntan las dos fases cada una con su carga correspondiente en la interfaz, se tiene una distribución compleja de cargas eléctricas que se da por la transferencia de cargas entre las fases, dándose así un momento dipolar y una polarización de las cargas eléctricas en las moléculas (Wikipedia, s.f.).

Se dice que en los sistemas coloidales existe una doble capa, porque se puede suponer que en la fase dispersa y la fase dispersante o continua se tiene una carga estable con dos porciones cargadas en la región interfacial y que si se separan las fases cada una se lleva una carga opuesta en porciones iguales (Tema 9. La interfase electrificada).



*Figura 5: Doble capa eléctrica del coloide*

Modificado de: <https://science-teaching.org/en/science/articles/static-electricity>

## 1.9 Potencial electrocinético o potencial Z

El potencial Z se denota la mayoría de veces con la letra griega “ $\zeta$ ”, este valor se desconoce su ubicación en la solución, pero es cercano al límite interior que se puede medir, es importante el valor del potencial para los sistemas coloidales debido a que se pueden definir las propiedades del potencial electrocinético (diferencia de potencial debido a la capa difusa) de los coloides, además de su estabilidad. El potencial Z (figura 6) es una ruta para caracterizar propiedades de la doble capa, se utiliza ampliamente para la cuantificación de la magnitud de la carga eléctrica en la capa doble.

El potencial Z indica el grado de repulsión entre partículas adyacentes que están cargadas en una dispersión, ya midiendo la fuerza eléctrica que se da en los átomos, partículas, moléculas y en las células del líquido. Este valor es una diferencia de potencial eléctrico entre el medio de dispersión y la capa estacionaria que se une a la partícula dispersa, que puede ser medido de una manera sencilla, siempre y cuando la carga de la superficie y su potencial no se puedan medir en los fluidos. La medición del potencial zeta es una técnica que proporciona la información suficiente de la distribución de carga superficial en la interfase sólido/agua.

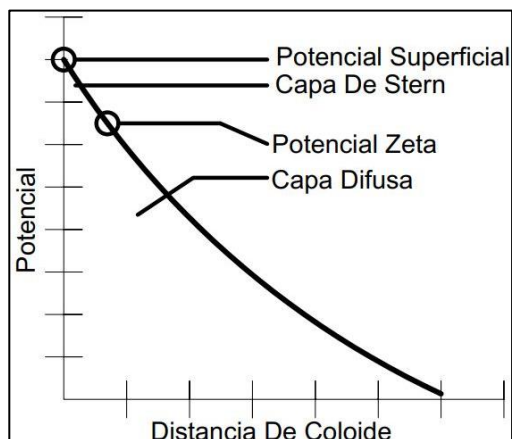


Figura 6: Potencial electrocinético vs distancia de coloide

Modificado de: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=49615408>

### **1.10 ¿Por qué utilizar el proceso de coagulación-floculación?**

Antes de entrar al tema de la coagulación primero se dará a conocer algunas características del agua, debido a que esta contiene una gran variedad de materia que se le conoce como impurezas solubles e insolubles. Esta materia que se encuentra en el agua se clasifica en tres tipos de impurezas; que son las físicas, químicas y biológicas, en nuestro caso nos enfocaremos a las impurezas físicas pues aquí es donde se encuentran las partículas coloidales. No olvidar que en el agua existen diversos tamaños de partículas y que dependiendo de su naturaleza de cada partícula se le dará un tratamiento como puede ver a continuación:

- Las partículas con tamaño de 10 a 100 mm son separadas por medio de los sistemas de rejillas.
- Las partículas de tamaño de 0.2 a 10 mm son separadas por sedimentación, decantación y flotación.
- Las partículas de tamaño de 0.01 a 0.1 mm son separadas por filtración.

Anteriormente se mencionó que las partículas de tamaño de 0.2 a 10 mm son partículas que se separan por procesos de decantación y flotación, este último método también se le conoce como floculación, pero ya se comentara de esto más adelante. Se decidió mencionar el método flotación o floculación porque está muy relacionado con el método de coagulación es decir van casi juntos, eso es porque para utilizar la floculación, primero se debe aplicar el proceso de coagulación, este proceso de coagulación-floculación puede llegarse a confundir o a ser mal utilizado con la formación de agregados, esto es porque casi siempre ambas operaciones se producen de manera simultánea (Suarez López, Jácome Burgos, & Ures Rodríguez, 2014), (Andía Cárdenas, 2000).

### **1.11 Coagulación**

Es un proceso en donde se desestabilizan las partículas coloidales que están en suspensión en un medio líquido (figura 7), lo que se produce con la desestabilización de las partículas es que se puedan reducir las fuerzas de separación de estas para que se aglomeren en pequeñas masas llamados microfloculos, buscando que su peso específico supere al del líquido, con el fin de eliminar estas materias con

cargas estables en suspensión para después decantar, separándolas así del medio líquido. Este método de coagulación es muy útil para eliminar la turbidez del agua, la concentración de las materias orgánicas y los microorganismos.

El mecanismo básico de desestabilización se consigue neutralizando o anulando las cargas eléctricas positivas o negativas de los coloides disueltos en el agua, por lo que dejan de actuar las fuerzas de repulsión, su potencial Zeta se anula, haciendo que los coloides tiendan a agregarse por acción de masas. Para llegar a la desestabilización se utilizan reactivos químicos que tienen por nombre coagulantes, estos son una sal metálica que tienen la propiedad de producir la coagulación de las impurezas insolubles en el agua.

Más adelante se explicará sobre los coagulantes, pero mientras se dirá que para que un coagulante produzca la desestabilización coloidal de las cargas eléctricas en la coagulación se requiere de un tiempo de menos de 1 segundo, por lo que habrá de tener muy en cuenta que este reactivo se debe mezclar rápidamente con el medio líquido, pero para llegar a una buena mezcla del coagulante con el líquido se requiere de un tiempo de entre 30 segundos a 3 minutos.

Los coloides antes de la desestabilización tienen solo carga parcial negativa en su superficie, por lo que al darse la desestabilización en las cargas por el coagulante que se agregó al agua junto con la aplicación de la energía del mezclado, así mismo hay una estabilización química en las partículas coloidales que se produce al neutralizar las fuerzas que los mantienen separados, la diferencia es que antes de la coagulación los coloides solo poseen un solo tipo de carga sea positiva o negativa, después de la coagulación su carga cambia pasando a tener una nueva estabilidad química a dos cargas positiva y negativa.

La manera de provocar la coagulación es añadiendo un electrolito con iones de signo contrario (coagulante) a los coloides, cuando se agrega al agua este tipo de electrolitos se debe realizar con una agitación suave para favorecer el contacto íntimo de las partículas coaguladas, las bacterias y la materia suspendida "hasta que se adhieran entre sí, formando grandes masas de flóculos". Incluso solamente

por agitación suave podrán crecer lo suficiente estas partículas coaguladas, para que se puedan depositar fácilmente en el tanque de sedimentación (Ramírez, J. 2006).

La coagulación es un proceso eficaz para el tratamiento de aguas residuales, de igual manera es un método universal porque retira diversas sustancias con un costo menor que otros métodos, pero si se debe de tener cuidado al llevarse a cabo este proceso debido a que puede requerir de un gasto elevado de coagulante cuando se hace una mala coagulación por lo que se puede llegar a dar una degradación rápida en la calidad del agua y representaría gastos de operación innecesarios, tomando esto en muy en cuenta, es necesario considerar que la dosis del coagulante sea adecuada debido a que este condiciona el funcionamiento de la decantación, si no se tuviera cuidado con esto no se podría realizar una clarificación adecuada.

Si se agrega demás del coagulante lo que pasaría es que las partículas del coloide se cargan ahora del signo contrario y provocaría que se dispersen de nuevo, por eso es muy importante cuidar la dosis del coagulante que se utilice.

A continuación, se tiene la siguiente figura que muestra como el coagulante anula o neutraliza las cargas eléctricas de las partículas coloidales para producir un colapso en la nube de iones, para que así se pueda formar los microfloculos.

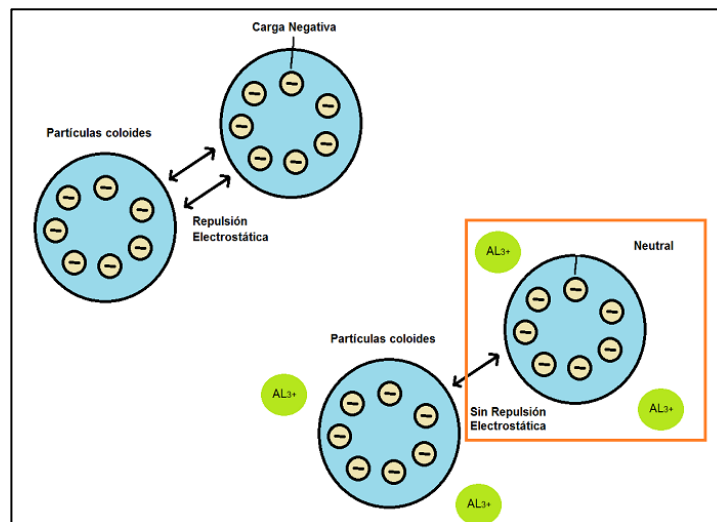


Figura 7: Neutralización de las cargas eléctricas de partículas coloidales

Fuente: <https://www.tratamientodelagua.com.mx/coagulantes-para-tratamiento-de-agua/>



## 1.12 Coagulantes

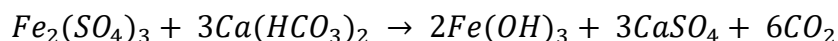
En el tema 1.11 de este capítulo se mencionó que la coagulación consiste en desestabilizar la carga eléctrica de un coloide agregando un electrolito que es conocido como coagulante, que debe ser de carga opuesta y que cuanto mayor sea la valencia de este coagulante se dará un efecto que aumentara con el número de cargas del electrolito.

Los coagulantes son productos químicos que se agregan al agua para provocar una reacción química, se sabe que existen dos grupos de coagulantes en donde uno de ellos son los coagulantes inorgánicos, algunos de estos son lo que contienen aluminio como los polímeros de aluminio o el sulfato de aluminio, el segundo grupo son los coagulantes orgánicos o los polielectricos, estos provienen de origen natural que son derivados del almidón, celulosa etc.

Las sales metálicas son coagulantes que usualmente se usan para la coagulación, dado a que tienen cationes con alta carga iónica, pues cuanto más sea la carga del catión y menor sea el radio iónico, mejor es el rendimiento de la operación.

A continuación, se mencionan algunos coagulantes utilizados para producir el floc (conglomerado de partículas sólidas);

1. Sulfato férrico.



Otros coagulantes utilizados para la coagulación:

1. Cloruro de aluminio (liquido).
2. Cloruro férrico.
3. Aluminato de Sodio.
4. Sulfato cúprico.
5. Sulfato de Aluminio (líquido o solido).

De todos los coagulantes mencionados anteriormente lo más utilizados para la coagulación son el sulfato de aluminio y el cloruro férrico, la razón se explica a continuación:

- El sulfato de aluminio tiene una preferencia de uso debido a que se obtienen excelentes resultados frente a las aguas residuales, es un coagulante que tiene ciertas ventajas en cuanto al costo, disponibilidad, además de que es fácil dosificarlo.
- El cloruro férrico es otro coagulante muy utilizado en México pues al igual que el otro reactivo químico se obtienen resultados muy buenos, debido a que este remueve la turbiedad del agua, así mismo elimina los iones  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$  y  $\text{Ni}^{2+}$  de las aguas residuales.

### **1.13 Factores que influyen en la coagulación**

a) Cantidad del coagulante: para poder determinarlo se requiere hacer pruebas por el método “Jar-Test” con el fin de evitar sobredosis que afecten el proceso rompiendo la adsorción superficial. Lo que afectaría la cantidad a la eficiencia de la coagulación es lo que se menciona a continuación:

- Una cantidad insuficiente de coagulante, no permitirá que se neutralice totalmente la carga del coloide, por lo tanto, habría poca formación de microflóculos y la turbiedad residual seguiría siendo elevada.
- Por otro lado, si se agrega demasiado coagulante del que se necesita lo que pasara es que la carga de la partícula coloidal se invertiría del signo contrario, lo que nos llevaría a que se formen demasiados microflóculos con tamaños muy pequeños en donde la sedimentación que se dé tendría una velocidad muy baja y la turbiedad del agua residual quedaría elevada.

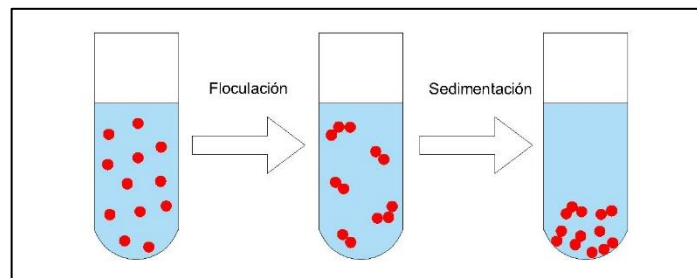
La dosis del coagulante que se agregué al sistema coloidal debe ser en forma constante y uniforme mezclando rápidamente hasta que el coagulante sea completamente dispersado y mezclado con el agua, por lo tanto, los equipos que dosifiquen el coagulante al agua deben estar calibrados y comprobados en la práctica por medio de las pruebas de aforamiento.

- b) Selección del coagulante: es necesario de elegir de manera correcta el coagulante pues de esto depende la calidad del agua clarificada si es buena o mala.

### **1.14 Floculación**

Este proceso es precedido por la coagulación como se mencionó anteriormente, porque para la floculación se debe hacer una agitación de los pequeños microfloculos generados por la coagulación, puesto que se van a aglomerar para formar flóculos más grandes que tendrán mayor peso y volumen.

Los flóculos (figura 8) deben ser capaces de poder ser retenidos en la fase posterior del tratamiento del agua, para que se puedan precipitar al fondo del recipiente con más facilidad, posteriormente esa materia que ya se agrupo se pueda decantar.



*Figura 8: Floculación y sedimentación de las partículas*

Fuente: Elaboración propia

En la floculación se forman puentes químicos entre las partículas coloidales para que haya una malla de coágulos tridimensional y porosa, por esta razón en este proceso hay una relación de los fenómenos de transporte en el líquido para que las partículas entren en contacto; esto también depende de una agitación suave y lenta para formar enlaces en la mezcla. Además de la adición de un floculante (más adelante se explicará), el tiempo que dura este mezclado va desde los 10 minutos hasta los 30 minutos, pero la agitación no debe ser con demasiada energía (intensa) pues lo que pasaría es que los flóculos formados se podrían romper.

Es de suma importancia que se consiga la formación del floculo, para que sea más fácil eliminar esa materia disuelta que no se percibe en el agua.

De manera concreta se va mencionar a continuación, algunos elementos que favorecen el engrosamiento y la sedimentabilidad de una buena floculación:

1. El proceso anterior a la floculación que es la coagulación debe hacerse tan perfecta como se pueda.
2. Se debe ocupar productos químicos llamados floculantes, para ayudar al proceso de la floculación.
3. Hacer una agitación lenta y homogénea, ayuda a incrementar las posibilidades de que se encuentren los flóculos con las partículas coloidales descargadas eléctricamente. Una agitación rápida al inicio de la floculación ayuda a la dispersión del polímero en el agua para generar un mayor número de colisiones de las partículas, creando un tamaño de floculo igualmente homogéneo, después se debe reducir la velocidad de la agitación para evitar efectos de cizalladura que produzcan la rotura mecánica de los flóculos.

### **1.15 Floculantes**

Los microflóculos formados después del proceso de coagulación tienen un tamaño pequeño, baja densidad y aun que ya no son de igual tamaño que las partículas coloidales presentan dificultad para decantar. Para aumentar su tamaño de esas partículas coaguladas es necesario la floculación en donde para llevar a cabo este proceso se requiere adicionar un reactivo químico que se le conoce como “floculante”.

Los floculantes o coadyuvantes de coagulación son polímeros o polielectrolitos, que tienen pesos moleculares muy grandes, moléculas orgánicas solubles en agua, que forman bloques llamados monómeros repetidos de cadenas largas que son ayudantes de floculación, pues sirven para la formación del floculo actuando como puente o unión para captar mecánicamente los microcoágulos en suspensión. La función que realiza el floculante es que, al nivel de la velocidad de reacción, se dé una floculación más rápida o al nivel de calidad del floculo este sea de un volumen mayor, tenga más peso específico y sea más grande que los microflóculos (Tema 6 Coagulación y floculación).

El utilizar los floculantes es importante para que la materia mejore sedimentar, también para que la firmeza del flóculo permita periodos más cortos de sedimentación reduciendo la dosis requerida de los coagulantes (como el sulfato de aluminio), esto de utilizar menos cantidad de reactivos químicos para coagular es de gran ayuda para países que están en desarrollo dado que deben importar cantidades grandes de coagulantes, por otro lado, usar este tipo de reactivos esta aunado a la enfermedad de Alzheimer por la concentración de aluminio que esté presente en el agua potable (Vargas C. & Romero E.).

Como se vio previamente que es un coagulante y un floculante, los dos reactivos aglomeran la materia suspendida e insoluble del agua, esto nos puede llevar a que se confunda el uso de las dos sustancias, pero su diferencia radica que el coagulante anula las fuerzas repulsivas de las partículas coloidales para que se formen los microflóculos, por otro lado, el floculante sirve para englobar estos microflóculos para que se hagan los flóculos que son de mayor densidad y de tamaño para que se pueda sedimentar más rápido y fácil la materia insoluble que está en el agua.

Los siguientes floculantes que veremos a continuación son los más utilizados:

- 1) Agentes adsorbentes: son para aumentar el peso a los microflóculos, como las arcillas betoníticas, también se ocupa el carbonato de cálcico pulverizado conocido como caliza. Otro uso de estos agentes para flocular, es que adsorben las partículas coloidales para generar un preflóculo, para aumentar rápidamente el volumen, el floculante para esto es el carbón activado o de la tierra de diatomeas como función adsorbente.
- 2) Polielectrónicos: este tipo de floculante es muy utilizado en la actualidad, pues son polímeros de alto peso molecular que tienen unidades de bajo peso molecular que se combinan químicamente para formar moléculas con cargas ionizables del tamaño coloidal.

Los floculantes polielectrónicos se encuentran en forma natural (como almidones, polisacáridos de compuestos celulósicos o alginatos) o se

encuentran de manera sintética (como las poliacrilamidas catiónicas o poliaminas).

### 1.16 Proceso de coagulación-floculación

En temas anteriores se comentó acerca de los procesos por separado de la coagulación y la floculación, ahora en este apartado se hablará de estos procesos como uno solo para tratamiento de agua. La coagulación-floculación (figura 9) de manera general es muy útil para separar partículas muy finas que se les conoce como coloides que tienen una gran estabilidad de cargas en el agua. Tanto las moléculas, así como los iones son separados por adsorción e intercambio de iones.

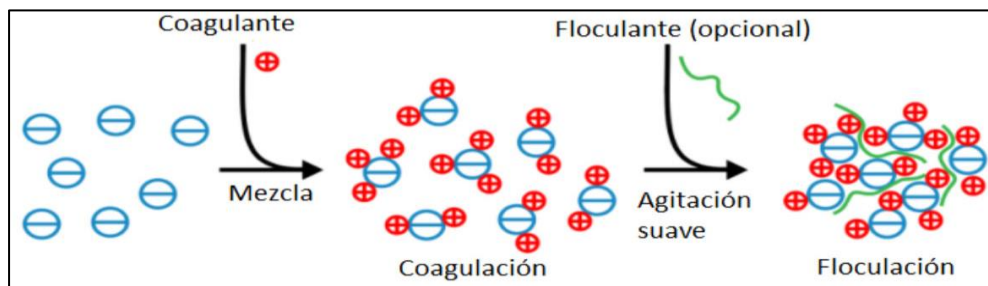


Figura 9: Proceso de coagulación-floculación

Fuente: <https://www.matelco.es/control-de-la-carga-organica-en-agua-potable-segunda-parte/coagulacion-floculacion-sedimentacion/>

El proceso del que se está hablando, consiste en que se debe agregar al agua residual aditivos químicos (como coagulantes o floculantes) para la desestabilización del coloide que está cargado eléctricamente con una carga parcial negativa, con el objetivo de obtener la sedimentación de materia coloidal no sedimentable o aumentar la rapidez de sedimentación por la formación de flóculos (figura 10). Este proceso de coagulación-floculación es utilizado para el tratamiento de aguas residuales que son destinadas al abastecimiento público y en la preparación de aguas industriales para fabricación.



Figura 10: Sedimentación en cono Imhoff

### **1.17 La electroquímica en los procesos y etapas de tratamiento**

Hoy en día es importante este proceso para muchas áreas de la ciencia y la tecnología, pues se están desarrollando tecnologías que utilizan estos procesos electroquímicos como la electrocoagulación, la electroflotación, la electrodiálisis, la electroposición entre muchas más.

La electroquímica utiliza el campo eléctrico a partir de la diferencia de potencial que se genera por una fuente de corriente continua que suministra electricidad, en este campo hay entre dos fases conductoras de electricidad que generalmente son metales, utilizados como electrodos para mover cargas como los iones que se encuentran en una fase hacia otra fase para transferir electrones. A un electrodo se le conoce como ánodo, en este se lleva a cabo una oxidación, mientras que el otro electrodo se le llama cátodo en donde una reacción de reducción toma el papel principal.

La oxidación y reducción que se genera en cada electrodo se le conoce como reacciones electroquímicas, estas son las que causan las transformaciones químicas en las sustancias en donde se ocupa un proceso de electrólisis. En las reacciones electroquímicas hay ganancias o pérdidas de electrones que se le conoce como reducción u oxidación respectivamente. En los procesos electroquímicos que se utilizan para el tratamiento de aguas residuales se ocupa la electricidad para hacer una reacción química que es destinada para la eliminación o destrucción del contaminante presente en el agua en este caso se ocupara para eliminar las partículas coloidales insolubles en el agua.

En los electrodos lo que ocurre es que se da una serie de reacciones que proporcionan iones positivos y negativos, en particular en un proceso de electrocoagulación o electrofloculación, al ánodo se le conoce como electrodo de sacrificio pues aquí hay iones negativos que proveen iones metálicos son proporcionados por una placa metálica que se disuelve, mientras en la otra parte de la placa el cátodo permanece sin disolverse. Simultáneamente, en el proceso de la electrólisis en el agua, los electrodos (cátodo y ánodo) producen un desprendimiento de oxígeno e hidrógeno en estado gaseoso cuando ascienden en la superficie del agua.

### **1.18 Electrocoagulación**

La electrocoagulación es una técnica que utiliza la inducción de la corriente eléctrica para eliminar los contaminantes que están suspendidos, disueltos o emulsificados en el agua residual. La forma en que se induce la electricidad es por medio de la polarización de dos electrodos, uno de ellos es el ánodo de sacrificio el cual se consume en el proceso, el otro electrodo es el cátodo que produce el hidrógeno a partir de los protones, el hidrógeno se libera en pequeñas burbujas que suben a la superficie del líquido para ayudar a que las partículas floculadas floten hacia la superficie.

En cada electrodo se coloca una placa metálica que están paralelas entre sí para generar iones metálicos, comúnmente las placas utilizadas para la electrocoagulación son de hierro o aluminio; en las placas se hace pasar la corriente eléctrica en donde haya una diferencia de potencial con la finalidad de producir una reacción electroquímica, que desestabilice a los contaminantes que se encuentran presentes en el medio líquido para formar agregados a partir de partículas muy finas sólidas conocidas como coloides que están en estado de equilibrio. Debido a este comportamiento, los contaminantes forman componentes hidrofóbicos que se precipitan y/o flotan, para que después del proceso se puedan mover más fácilmente por algún método de separación.

La electrocoagulación ha demostrado ser muy efectiva para eliminar los coloides del tamaño de 1-1000 nm como, por ejemplo: la materia orgánica, aceites, tintes; Disminuyendo la concentración de DQO (Demanda química de oxígeno) y la DBO<sub>5</sub>



(Demanda biológica de oxígeno). La electrocoagulación es una tecnología que tiene gran potencial en la actualidad porque es sostenible, selectiva, segura, eficiente energéticamente y fácilmente operable.

### **1.19 Electrofloclación**

La electrofloclación o electroflotación (EF) es un proceso alternado con la electrocoagulación debido a que arrastra las partículas flocladas hacia la superficie del líquido, este proceso ocupa el aire para formar pequeñas burbujas mediante la electrólisis del agua residual produciendo hidrógeno y oxígeno gaseoso.

El proceso de electroflotación es simple debido a que los contaminantes flotan en la superficie del agua por que en la electrocoagulación se formaron microflóculos y estos son arrastrados por las pequeñas burbujas de  $H_2$  y  $O_2$  que se generaron por el proceso anterior de la descomposición electrolítica del agua.

La eficiencia de la electroflotación es determinada por el tamaño de las burbujas de hidrógeno y oxígeno generadas en el proceso, si las burbujas son de tamaño pequeño proporcionan una mayor superficie de contacto para la adsorción de las partículas a eliminar. El 90 % de las burbujas generadas en la electrofloclación tienen un tamaño entre 15 y 45  $\mu m$  (Suárez López, Jácomo Burgos, & Ures Rodriguez, 2015).

### **1.20 Electrocoagulación-electrofloclación**

La técnica de electrocoagulación-electrofloclación es un tratamiento químico muy similar y alternativo a la coagulación-floclación, en los dos procesos el objetivo es desestabilizar las cargas de las partículas coloidales contenidas en el agua para coagularlas y luego sedimentarlas, la diferencia radica que en el primer proceso se produce una sal metálica a partir de un metal utilizando energía eléctrica dentro del agua a tratar, mientras que en el segundo proceso se agrega una sal metálica, es decir, un coagulante para coagular las partículas coloidales.

En el proceso de la electrocoagulación-electrofloclación, se adicionan iones metálicos coagulantes directamente desde electrodo de sacrificio (ánodo), con la finalidad de que los iones permitan que los contaminantes se aglomeren de la

misma forma que si se agregara algún producto químico (coagulante y floculante) como el sulfato de férrico, cloruro férrico, etc.

Una ventaja de la electrocoagulación-electrofloculación sobre la coagulación-floculación es que, si se agregan iones metálicos por electrólisis en lugar de productos químicos, no habrá un aumento en el número de sales en el agua a tratar produciéndose la mitad o una tercera parte de lodos.

Otras ventajas del proceso son las siguientes:

- Eliminación de color, olor e incrustaciones.
- Requiere de equipos simples y de fácil operación.
- No se requiere obra civil.
- Se puede lograr un muy alto grado de automatización.
- Bajo costo de instalación y montaje.

Una forma básica de representar el proceso de electrofloculación-electrocoagulación (figura 11) consiste en: una fuente poder, dos electrodos de metal, uno para el ánodo de sacrificio (+) y otro para el cátodo (-), que pueden ser de metales como el Fe, Cu o Ag, un recipiente y por último el medio líquido donde se encuentra disperso el coloide (contaminante).

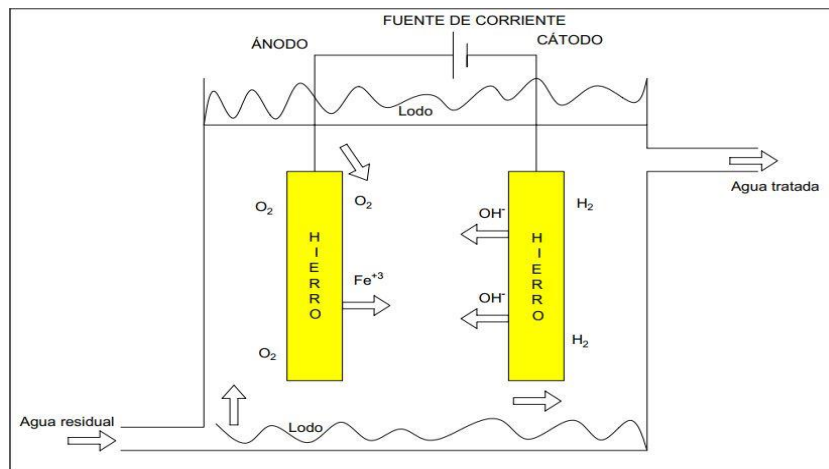


Figura 11: Proceso de electrocoagulación-electrofloculación

Modificado de: [http://repository.unilasallista.edu.co/dspace/bitstream/10567/514/1/pl\\_v1n2\\_58-77\\_electrocoagulacion.pdf](http://repository.unilasallista.edu.co/dspace/bitstream/10567/514/1/pl_v1n2_58-77_electrocoagulacion.pdf)

En la electrólisis el agua genera hidrógeno gaseoso que se desprende del cátodo, para que floten los flóculos formados en la electrocoagulación hacia la superficie del líquido, formando así una capa espuma que reduce la emisión de olores.

Finalmente, al término del proceso de electrocoagulación-electrofloculación se genera una espuma que se encuentra en la parte superior del líquido, la parte inferior del líquido corresponde a los lodos y en la parte central del recipiente el líquido tratado está libre de partículas coloidales.

### ***1.21 Medidas de calidad del agua según la legislación mexicana***

El concepto de calidad del agua es asociado principalmente al uso del agua para consumo humano, entendiéndose que el agua es de calidad cuando puede ser usada sin causar daño, pero también, la calidad del agua se puede definir dependiendo del uso que se requiera darle.

La calidad del agua de manera general, se determina comparando las características físicas, químicas y biológicas de una muestra de agua con unas directrices de calidad del agua o estándares. La calidad de cualquier masa de agua, superficial o subterránea depende tanto de factores naturales como de la acción humana (Calidad del Agua, 2016).

Algunos de los parámetros que permiten valorar la calidad del agua (tabla 2) son la temperatura que indica el calor del agua, la conductividad para transmitir el calor o la electricidad, el pH que expresa el grado de acidez o alcalinidad del agua, la turbidez que hay debido a las partículas en suspensión, el cloro que se requiere para desinfectar, así también como los coliformes que son las bacterias con características bioquímicas (Guía Básica de control de calidad de agua). Estos parámetros son medidos para disminuir el deterioro del medio ambiente, los organismos que se mencionan a continuación, son los que regulan la calidad del agua en México.

## *SEMARNAT*

La Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT), es una dependencia de gobierno que tiene como propósito fundamental, asegurar la óptima protección, conservación y aprovechamiento de los recursos naturales del país es decir constituir una política de Estado de protección ambiental, que revierta las tendencias del deterioro ecológico (Gobierno De México, s.f.), (Comisión Nacional De Areas Naturales Protegidas, s.f.).

La SEMARNAT trabaja en aspectos principales que son:

- La conservación y aprovechamiento sustentable de los ecosistemas y su biodiversidad.
- La prevención y control de la contaminación.
- La gestión integral de los recursos hídricos.
- El combate al cambio climático.

## *CONAGUA*

La Comisión Nacional del Agua (Conagua) es un órgano administrativo, normativo, técnico, consultivo y desconcentrado de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales (SEMARNAT), que busca preservar las aguas nacionales y sus bienes públicos inherentes para su administración sustentable y garantizar la seguridad hídrica con la responsabilidad de los órdenes de gobierno y la sociedad en general (Gobierno De México, 2019).

Tabla 2: Límites máximos permisibles en el agua residual

<b>Parámetro</b>	<b>Límite máximo permisible</b>	<b>Normas para determinar parámetros</b>
pH	6 – 9	NMX-AA-008-SCFI-2016
Sólidos Sedimentables (mL/L)	5	NMX-AA-004-SCFI-2013
DQO (mg/L)	210	NMX-AA-030/2-SCFI-2011
Conductividad Eléctrica (µS/cm)	3500	NMX-AA-093-SCFI-2018
Sólidos suspendidos Totales (ppm)	84	NMX-AA-034-SCFI-2015
<i>Escherichia coli</i> , por cada 100 mL, NMP	600	NMX-AA-042-SCFI-2015
Enterococos fecales, por cada 100 mL, NMP	500	NMX-AA-167-SCFI-2017
Grasas y Aceites (mg/L)	21	NMX-AA-005-SCFI-2013

\*NMP: Número Más Probable.

Fuente: NOM-01-SEMARNAT-2021

## **Capítulo 2**

---

### **Metodología**

## **2.1 Determinación de concentración de hierro a partir de la prueba de jarras para el proceso de coagulación**

La determinación de la concentración de hierro se realizó por medio de la coagulación de las partículas suspendidas en el agua residual, como se mencionó anteriormente, sí se tiene un exceso o no hay suficiente hierro presente, no se tendrá una buena coagulación, para determinar la concentración de hierro se utilizaron las técnicas de la prueba de tubos y de jarras que a continuación se explicarán.

### **2.1.1 Prueba de tubos**

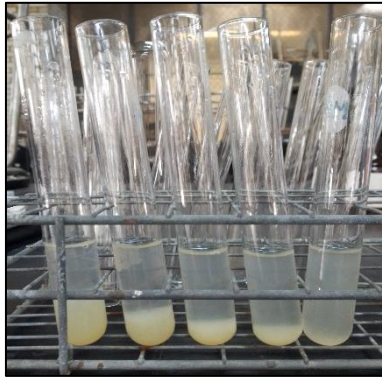
Esta prueba se realizó con la finalidad de utilizar pequeñas cantidades de sulfato férrico (sal metálica para coagular), a continuación, se describe la técnica:

Utilizar un vaso de precipitado de 250 mL, llenar a  $\frac{3}{4}$  partes de su capacidad con agua residual, inicialmente medir el pH al agua con el potenciómetro (*Range 0-14*), esto realizar 1 vez al día con la muestra que se trabaje. Posteriormente medir los sólidos disueltos totales (SDT) y conductividad iónica al agua residual con el multiparámetro (*TSD&EC*) 3 veces al día antes de comenzar las pruebas de tubos y jarras, cabe mencionar que por cada día que pasa cambian los parámetros.

En un vaso de precipitado de 50 mL, añadir  $\frac{3}{4}$  partes de coagulante sulfato férrico, después en una gradilla colocar 5 tubos de ensaye enumerados previamente, también agregar 10 mL de agua residual con una pipeta automática, después adicionar una dosis diferente de coagulante, considerar que las cantidades deben variar en cada tubo en volúmenes de 0.2 mL, es decir, en el tubo 1 la cantidad es 0.2 mL, el tubo 2 la cantidad es 0.4 mL, hasta llegar al tubo 5. Luego de agregar el coagulante a los tubos de ensayo agitar para que entre en contacto el agua residual y la sal metálica, posteriormente dejar reposar mínimo 10 minutos para ver el proceso de la coagulación.

El procedimiento anterior se realizó 2 veces el mismo día para determinar la concentración de hierro, obteniendo de la primera prueba una concentración de

74.08 ppm y 90.91 ppm de coagulante, siendo el resultado no muy preciso (figura 12).



*Figura 12: Prueba de tubos realizada en agua residual, utilizando como agente coagulante sulfato férrico (19.61 – 90.91 ppm)*

Se realizó por segunda vez la prueba, utilizando 4 tubos de ensayo con otras cantidades diferentes de coagulante, para conocer las cantidades de sal metálica, se acotó el rango de concentración entre los datos ya obtenidos, es decir, entre los valores de 74.08 ppm a 90.91 ppm solo se ocuparon 4 datos intermedios los cuales son: 77.5 ppm, 80.9 ppm, 84.25 ppm y 87.6 ppm, la cantidad utilizada de coagulante de 0.92 mL equivale a 84.25 ppm de Fe, fue la adecuada para la coagulación (figura 13).



*Figura 13: Prueba de tubos realizada en agua residual, utilizando como agente coagulante sulfato férrico (77.5 – 87.60 ppm)*

En el segundo día se realizó la prueba de tubos con una muestra similar, para observar la influencia de la concentración de DQO por día en el proceso de



coagulación y así ajustar la concentración de hierro al mínimo que se requiere para que se lleve a cabo el proceso.

En esta etapa se ocuparon 5 tubos de ensayo (figura 14), con los mismos volúmenes de coagulante que se utilizaron en la primera prueba de la experimentación, aquí se determinó que la cantidad de coagulante de 1 mL (90.91 ppm) es la adecuada para la coagulación, por lo que, se escaló la cantidad de agua y coagulante para realizar la prueba de jarras que se explicará en el tema 2.1.2.



*Figura 14: Prueba de tubos realizada en agua residual, utilizando como agente coagulante sulfato férrico (19.61 – 90.91 ppm)*

### **2.1.2 Prueba de jarras**

Una vez determinada la cantidad de coagulante requerida para la coagulación del agua residual con la prueba de tubos, se procede a realizar la prueba de jarras.

Se escalan las cantidades del coagulante y del agua residual a utilizar, con la ecuación de la ley de acción de masas ( $C_1V_1 = C_2V_2$ ), partiendo de una capacidad de 100 mL, después de realizar los cálculos se obtiene que la cantidad de coagulante requerida es de 9.09 mL y de agua residual de 90.91 mL, como ya se conocen las cantidades, a continuación, se describe la técnica de la prueba de jarras:

Colocar un vaso de precipitado de 150 mL con un agitador magnético en la parrilla de agitación, mezclar a  $\pm 100$  rpm, agregar el agua residual al vaso de precipitado, posteriormente agregar el coagulante (sulfato férrico), después detener la agitación

y dejar reposar mínimo 10 minutos, para observar la coagulación hasta que sedimenten los coágulos.

## **2.2 Microelectrólisis**

A partir de la prueba de tubos y de jarras se conoce la concentración de hierro para la coagulación, esta concentración es la mínima necesaria para que ocurra el proceso de coagulación-floculación-sedimentación. Con el dato obtenido se realizaron los experimentos de microelectrólisis, para hacer pruebas a pequeña escala en 50 mL de agua residual, con el fin de establecer las condiciones que se necesitan para electrodisolver el ánodo de hierro vía campo eléctrico y posteriormente escalar a una macroelectrólisis.

La microelectrólisis consistió en utilizar las técnicas de voltamperometría y cronoamperometría con la finalidad de determinar las condiciones de voltaje e intensidad media de corriente para electrodisolver el hierro, una vez que se determinaron las condiciones, se sustituyeron en la segunda ley de Faraday para obtener el tiempo de electrólisis necesario y electrodisolver el acero dulce.

El tiempo de electrólisis, voltaje e intensidad de corriente que se determinó experimentalmente, se ocupó en la técnica de macroelectrólisis en el proceso de electrocoagulación-electrofloculación con el propósito de generar los coágulos de las partículas suspendidas en el agua residual.

### **2.2.1 Voltamperometría cíclica**

Una vez obtenida la cantidad de hierro necesario para la coagulación por medio de las pruebas de tubos y jarras, se empezó a determinar las condiciones de voltaje, intensidad de corriente y tiempo de electrólisis para disolver las placas de acero, que esto es como agregar la sal de hierro al agua residual, para esto primero se utilizó la voltametría para determinar el voltaje requerido.

La voltamperometría o voltametría permite establecer el intervalo de voltaje que se necesita aplicar a los electrodos de acero dulce para electródisolvelo. La

voltametría mide la corriente que se desarrolla en una celda electroquímica en condiciones de polarización de concentración de un electrodo.

Existen diferentes tipos de voltametría, pero la que vamos a ocupar es la voltametría cíclica, pues se requiere hacer un barrido para observar en que voltaje hay oxidación y reducción en el electrodo de acero dulce, para esto se realizó un barrido en un intervalo de voltaje de -1.5 hasta 1.5 V para obtener un voltamperograma cíclico, con esto observar en la gráfica el voltaje que se requiere aplicar, con el fin de oxidar el acero para que se electrodisuelva pasando de Fe / Fe<sup>+2</sup> / Fe<sup>+3</sup>, a continuación se da el procedimiento para la voltamperometría cíclica:

Se utilizaron 3 soluciones patrón para determinar el más afín para electrodisolver el electrodo de acero dulce, 2 de estas se prepararon en 50 mL al 1 M de ácido sulfúrico y sulfato de sodio, la otra es 50 mL de agua residual.

Después se ocuparon 3 caimanes con cable que se conectaron a 3 electrodos, por donde se pasó corriente entre la solución que se analizó y el equipo que suministro el voltaje, el potencióstato-galvanostato (*Modelo: PGSTAT302N, Marca: AUTOLAB*), antes de utilizar los caimanes, a cada uno se le deberá revisar con el multímetro digital de alta impedancia (*Modelo: 34401 A, Marca: Agilent*) si hay continuidad de corriente, también checar si la resistencia que hay es debajo de 1 ohm, esta última no debe ser mayor a 1 ohm porque si no dificultará el paso de la corriente, de ser el caso que es mayor a 1 ohm se deberá cepillar cada caimán con un cepillo de alambre hasta conseguir que la resistencia sea debajo de 1 ohm.

Posteriormente ocupar como electrodo de trabajo, una barra de acero dulce en donde una parte de ella es cubierta con cinta de aislar dejando libre un área de aproximadamente de 1 X 1 cm, esto porque es el área que se sumerge a la solución, esta área se lija y utilizando agua destilada enjuagar hasta quedar brillante o sin ningún rasguño, además se debe poner la barra en el sonicador (*Modelo: Deruisonic SC07, Marca: Derui*) para quitar partículas.

NOTA: Los 3 electrodos de los que se habló anteriormente serán sumergidos en la solución a analizar. La función de los electrodos es: electrodo de referencia de

calomel saturado (RE) su potencial debe ser conocido, además de permanecer constante durante todo el experimento por lo que si hace falta energía suministra más carga, electrodo de trabajo (WE) su potencial se hace variar linealmente con el tiempo para poder generar la reacción de interés en el electrodo de acero dulce (figura 15), por lo que este es el que se electrodisuelve durante la voltamperometría y contraelectrodo (CE) es el que da equilibrio a la celda, además de que conduce la electricidad desde la fuente de señal, a través de la solución hasta el electrodo de trabajo.



*Figura 15: Electroodos, barra de acero dulce y grafito*

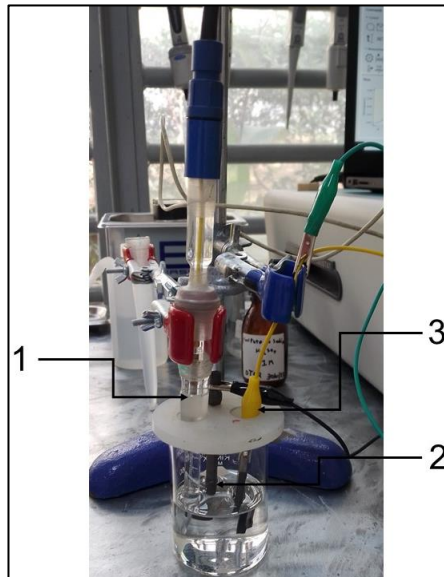
Por otra parte, encender la computadora y potencióstato, una vez hecho esto ejecutar la interfaz del potencióstato llamado *NOVA 2.1*, esperando a que cargue bien para posteriormente apagar la celda del potencióstato.

Dicho lo anterior se comenzó a montar la celda electroquímica para la voltamperometría, para esto se ocupó un soporte universal que se le colocó una pinza doble (color rojo) con nuez para sujetar el electrodo de referencia que es de color azul con amarillo (figura 16).



Figura 16: Soporte universal y pinzas con nuez para sostener electrodos

Posteriormente se agregó a un vaso de precipitado de 100 mL la solución de ácido sulfúrico tapándolo con una tapa con orificios que fue por donde se colocaron los electrodos, después se colocó el electrodo de referencia en la tapa sumergiéndolo en la solución, después se colocó el contraelectrodo que es de grafito y por último se colocó el electrodo de trabajo que es una barra de acero dulce, esta se debe sumergir solo la parte que se lijó para que entre en contacto con la solución, aquí los 3 electrodos no deben tocarse entre ellos pero deben estar muy cerca uno de otro para que se dé la mejor electrólisis, cuidando que la parte descubierta de la barra de acero quede hacia enfrente del electrodo de grafito y del electrodo de referencia, también los electrodos al sumergirse no deben tocar ni el fondo, ni las paredes del vaso de precipitado para evitar perturbaciones. La celda electroquímica que se utilizó para este experimento es la que se muestra en la figura 17.



*Figura 17: Celda electroquímica para la voltamperometría cíclica (1 RE, 2 CE, 3 WE)*

Montando la celda electroquímica, cada electrodo se conectó al potenciostato-galvanostato (figura 18), teniendo la precaución de conectar cada electrodo con el cable que corresponda del equipo, a su vez verificar que cuando se esté conectando los cables del equipo estos no se deben de tocar entre ellos.

Después de lo explicado anteriormente se configuro la interfaz del *NOVA 2.1* para después encender la celda del equipo, luego en la computadora dar comienzo para correr el experimento. El potenciostato durante el experimento trabajo con una velocidad de barrido en unidades de V/s para esto se debe convertir de 10 m/s a 0.01 V/s, también el equipo aplico voltajes desde 1.5 V hasta -1.5 V en cada prueba, con estos voltajes el equipo nos dio el voltamperograma positivo y negativo, así como la gráfica de OCP, terminando el equipo de realizar el experimento lo primero que se hará es apagar la celda del equipo.

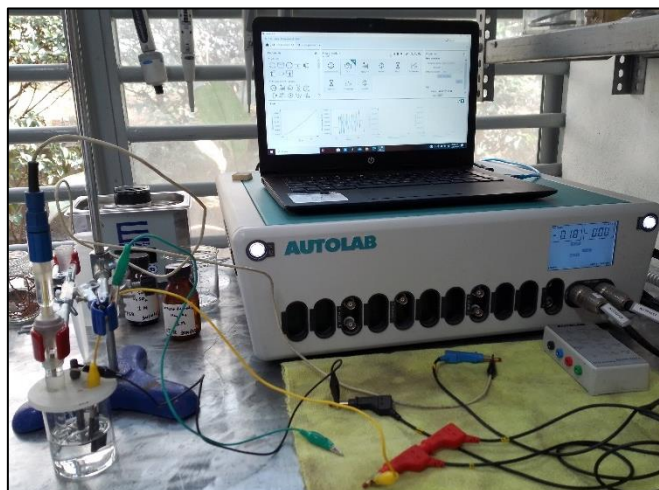


Figura 18: Equipo y celda electroquímica trabajando en la voltamperometría cíclica

Luego retirar los electrodos, cada uno enjuagarlo con agua destilada en un vaso de precipitado de residuos, luego lijar de nuevo el electrodo de acero dulce, cuidando que quede igual de brillante que la primera vez, pues de no ser así no abra reproducibilidad, es decir, no se dará el mismo fenómeno que la primera vez, porque no se estaría trabajando en las mismas condiciones, después continuar con las siguientes soluciones. Como se mencionó anteriormente son 3 soluciones patrón con las que se trabajó, que son: ácido sulfúrico, sulfato de sodio y agua residual, por lo que entonces se repetirá la técnica anterior de voltamperometría cíclica 3 veces.

### **2.2.2 Voltamperometría cíclica positiva (oxidación)**

Determinado ya el voltaje, así también como la intensidad de corriente por medio de voltamperometría cíclica y cronoamperometría, se realizó la voltamperometría cíclica positiva para comprobar resultados.

La solución que se utilizará para esta voltamperometría es el sulfato de sodio, pues esto es lo que se utilizó en las pruebas para determinar la intensidad media de corriente, así como para el voltaje. La finalidad de realizar esta voltamperometría cíclica positiva es para observar en que parte del voltamperograma positivo se

empieza a oxidar la barra de acero, así también como verificar a partir de que voltaje se empieza a electrodisolver el acero dulce.

Para esta prueba experimental se realizó el mismo procedimiento que se hizo en la voltamperometría cíclica que ya se explicó anteriormente, pero de los voltamperogramas positivo y negativo que nos arroja el equipo, solo necesitaremos el positivo.

### ***2.2.3 Voltamperometría lineal a diferentes velocidades de barrido***

La voltamperometría lineal es parte de la voltametría, aquí en este trabajo de tesis se ocupó por dos razones, la primera es porque tanto en la cronoamperometría como en voltamperometría cíclica se utilizó una velocidad de barrido de 10 mV/s, entonces la finalidad de esta voltamperometría lineal es para comprobar entre lo que se obtuvo de esta prueba en comparación con todo lo que se hizo anteriormente en las otras dos técnicas.

Básicamente este método es muy similar a la cronoamperometría con agitación que se explicara más adelante, dado que la celda electroquímica se pone en una parrilla de agitación junto con el agitador magnético, lijar previamente los dos electrodos, luego comprobar conductividad de electrodos y la configuración de la interfaz NOVA 2.1 es muy similar. La diferencia es que el voltaje que se va a aplicar va desde los 0 V hasta los 3.5 V, esto es porque en cronoamperometría el voltaje que se manejó va de 0.13 a 3 Volts.

### ***2.2.4 Cronoamperometría (sin agitación)***

El método de cronoamperometría también es parte de la voltametría. En este trabajo de tesis este es el método que sigue de la voltamperometría cíclica que sirvió para determinar la intensidad media de corriente que se requiere aplicar al hierro, para posteriormente sustituir en la ecuación de la segunda ley de Faraday, con la finalidad de obtener el tiempo de electrólisis para electrodisolver el acero dulce, a continuación, se describe el método.



Determinada la solución más afín al acero dulce para electródissolverlo con la prueba de voltamperometría cíclica, se llegó a que la solución de sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), es lo que se ocupará para la siguiente parte de la metodología que es la cronoamperometría.

Para iniciar se ocuparon 3 caimanes con cable que se conectaron a 3 electrodos, aquí es por donde pasa la corriente entre el sulfato de sodio y el equipo que suministra el voltaje que tiene por nombre potencióstato-galvanostato, antes de utilizar los caimanes a cada uno se le reviso con el multímetro de alta impedancia si hay continuidad de corriente, también checar si la resistencia que hay es debajo de 1 ohm, esta última no debe ser mayor a 1 ohm, porque si no dificultará el paso de la corriente, de ser el caso que es mayor a 1 ohm se deberá cepillar cada caimán con un cepillo de alambre hasta conseguir que la resistencia sea debajo de 1 ohm.

Posteriormente se ocupó dos barras de acero dulce (figura 19), en donde una es el electrodo de trabajo, mientras la otra es el contraelectrodo, en cada barra se hizo lo siguiente: una parte de ellas se cubrió con cinta de aislar dejando un área de aproximadamente de 1 X 1 cm libre, esto porque es el área que se sumerge a la solución, esta área se lija y utilizando agua destilada enjuagar hasta quedar brillante o sin ningún rasguño, además se debe poner la barra en el sonicador para quitar partículas.



*Figura 19: WE Y CE de acero dulce utilizados en cronoamperometría*

NOTA: el RE y WE que se ocuparon, son los mismos que en la voltamperometría cíclica, mientras que el CE que se ocupó ahora en lugar de ser grafito, fue una barra de acero dulce, la función de los 3 electrodos es la misma.

Por otra parte, encender la computadora y potencióstato, una vez hecho esto ejecutar la interfaz del potencióstato llamado *NOVA 2.1*, esperando a que cargue bien para posteriormente apagar la celda del potencióstato. Dicho esto, empezar a montar la celda electroquímica para cronoamperometría, para esto se ocupó un soporte universal que se le coloco una pinza doble (color rojo) con nuez para sujetar el electrodo de referencia de color azul con amarillo.

Posteriormente agregar a un vaso de precipitado de 100 mL la solución de sulfato de sodio preparada previamente, después colocar el electrodo de referencia sujetándolo con la pinza doble (color rojo) sumergiéndolo en la solución, después colocar el contraelectrodo de la barra de acero dulce en la solución y por último colocar el electrodo de trabajo que es la otra barra de acero dulce, las dos barras quedaron colgadas.

En ambas barras se sumergió solo la parte que se lijó para que entre en contacto con la solución (figura 20), aquí los 3 electrodos no deben tocarse entre ellos, pero deben de estar muy cerca uno de otro para que se dé la mejor electrólisis (de preferencia deben quedar sumergidos formando un triángulo), también los electrodos al sumergirse no deben tocar ni el fondo, ni las paredes del vaso de precipitado para evitar perturbaciones, el vaso de precipitado junto con los electrodos será la celda electroquímica.



*Figura 20: Electrodo sumergidos en sulfato de sodio para realizar cronoamperometría*

Después de que se montó la celda electroquímica, cada electrodo se conectó con el potenciostato-galvanostato, pero teniendo la precaución de conectar cada electrodo con el cable que corresponda del equipo, a su vez verificar que cuando se esté conectando los cables del equipo estos no se deben de tocar entre ellos.

Luego de lo explicado anteriormente se configuro la interfaz del *NOVA 2.1* para después encender la celda del equipo, luego en la computadora dar comienzo para correr el experimento. Se realizaron un total de 12 evaluaciones en donde a cada una se le aplico un potencial diferente (los voltajes “V” son: 0.13, 0.25, 0.5, 1, 1.25, 1.5, 1.75, 2, 2.25, 2.5, 2.75 y 3). Terminando el equipo de realizar el experimento, lo primero que se hará es apagar la celda del potenciostato.

NOTA: aquí en cronoamperometría por cada prueba experimental no es necesario desmontar la celda, lijar electrodos y volver a montar como en la voltamperometría, lo único que se realizará cuando se termine la primera prueba, es cambiar el voltaje en el *NOVA 2.1*.

### **2.2.5 Cronoamperometría (con agitación)**

En la cronoamperometría sin agitación o con agitación se llevó a cabo el mismo procedimiento que se explicó en el tema 2.2.4, pero la diferencia es que en la cronoamperometría con agitación (figura 21) cuando se montó la celda electroquímica, el vaso de precipitado se colocó encima de una parrilla de agitación,

también se puso un agitador magnético dentro del vaso de precipitado. Se debe hacer esto con cuidado a causa de que el agitador es de metal, así como los electrodos, pues cuando se empieza la agitación se mueven los electrodos, por ello la agitación se debe realizar lo más lento posible, solo con el fin de que las especies del sulfato de sodio estén en contacto con los electrodos.



*Figura 21: Celda electroquímica montada para la cronoamperometría con agitación*

### **2.3 Macroelectrólisis**

La microelectrólisis se ocupó para determinar experimentalmente las condiciones para electrodisolver al Fe, esas condiciones son el voltaje e intensidad media de corriente, mientras que en la prueba de tubos se determinó la concentración de Fe para posteriormente realizar los cálculos para obtener la masa de Fe.

Con los datos que se obtuvieron anteriormente, lo que hizo es realizar la macroelectrólisis, para empezar con este experimento se requiere escalar el voltaje e intensidad media de corriente, debido a que en la macroelectrólisis lo que se busca es observar como el acero se electrodisuelve, haciendo pasar más corriente y voltaje por los electrodos que ahora solo son el cátodo y el ánodo sumergidos en agua residual, para también observar la electrocoagulación-electrofloculación con la generación de los coágulos que contendrán las partículas coloidales suspendidas en el agua.

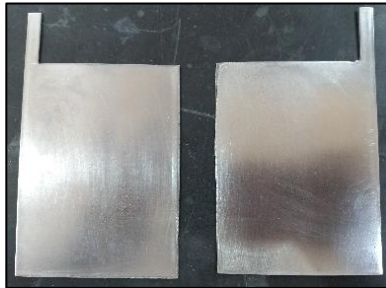
Las ecuaciones para escalar son las que se mencionan a continuación: área de contacto de microelectrólisis, densidad de corriente, área de contacto de

macroelectrólisis y la ecuación de la segunda ley de Faraday despejada para calcular el tiempo de electrólisis.

### **2.3.1 Macroelectrólisis sin agitación**

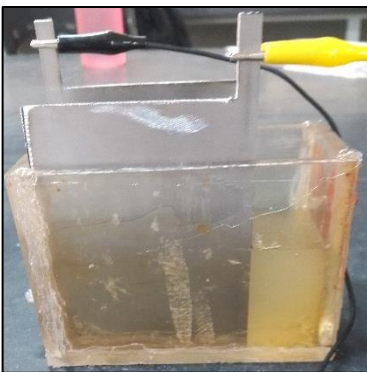
En la microelectrólisis se utilizó el sulfato de sodio para determinar las condiciones que electrodisuelve el hierro, en este del experimento ya no se utilizó el sulfato de sodio si no lo que se ocupo es el agua residual, puesto que lo que se busca es clarificar con el proceso de electrocoagulación-electrofloculación, así que, para esto se requiere realizar pruebas similares a la microelectrólisis, pero a mayor escala. En este caso se inició con macroelectrólisis sin agitación (figura 24), para observar que pasa cuando se electrodisuelve el Fe en el agua residual para generar los coágulos que contendrán las partículas suspendidas en el medio, este proceso se explicará a continuación:

Primero conseguir dos placas de acero (figura 22), estas fueron iguales considerando que funcionaron como electrodos, en donde una fue el cátodo y la otra el ánodo. La forma de cada placa es un cuadrado con las medidas de 7.5 cm de ancho con 10.5 cm de largo, a las placas a lo largo además se les dejo una pestaña de 2 cm por 0.5 cm.



*Figura 22: Placas de acero utilizadas como electrodos para la macroelectrólisis*

Luego tomar una celda de dos electrodos (figura 23) que servirá como celda electroquímica, aquí es donde se agregó el agua residual, después se colocaron las placas de acero para conectarlas a una fuente de poder que suministro energía para llevar a cabo el proceso de electrocoagulación-electrofloculación del agua residual.



*Figura 23: Celda de dos electrodos utilizada en macroelectrólisis sin agitación*

Antes de comenzar con la electrocoagulación-electrofloculación, verificar que la celda de dos electrodos no tenga fugas, después introducir las placas de acero a la celda de dos electrodos, también las placas se fijaron dentro de la celda de dos electrodos para que no se muevan durante el experimento, teniendo en cuenta que si se mueven llegando a hacer contacto entre ellas podrían generar un corto.

Posteriormente de que se fijaron las placas agregar 200 mL de agua residual a la celda de dos electrodos, observando el área que cubrió el agua de las placas para después medirla, una vez hecho esto conectar un caimán a cada pestaña de cada placa, luego cada caimán conectarlo a la fuente de poder en donde uno irá al cátodo y el otro al ánodo, pero antes de conectar los caimanes al sistema, primero probar con el multímetro de alta impedancia si hay conductividad de corriente en los caimanes.

Luego empezar a operar la fuente de poder para que suministre la corriente a la celda electroquímica, también encender el multímetro de alta impedancia para hacer mediciones del voltaje aplicado por la fuente de poder, porque el voltaje debe ser igual al que se marca en la fuente, una vez hecho esto se inició el experimento.

El procedimiento que se acaba de explicar se repitió por 5 veces de las cuales las primeras 4 veces se realizó el experimento por 5 minutos, pasado este tiempo detener el suministro de energía, durante el experimento se realizaron dos mediciones del voltaje con el multímetro de las cuales, la primera fue al iniciar el experimento y la segunda se tomó segundos antes de detener el paso de energía.

El experimento 5 fue igual a los 4 anteriores, la única diferencia fue que en este se llevó a cabo por un tiempo de 10 minutos, en donde las mediciones de voltaje fueron cada dos minutos para tener en total 5 mediciones, cabe destacar que en todos los experimentos se debe anotar los resultados, también observar en cual experimento se da mejor el proceso de electrocoagulación-electrofloculación, pero como en estas pruebas no se llegó a formar los coágulos en el agua residual se pasó al siguiente experimento que es la macroelectrólisis con agitación.

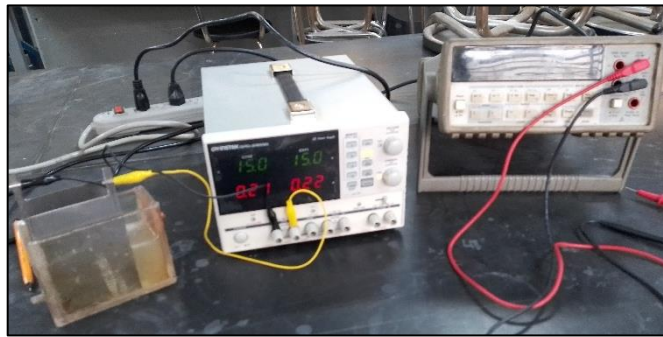


Figura 24: Celda electroquímica y equipos utilizados en macroelectrólisis sin agitación

### **2.3.2 Macroelectrólisis con agitación**

La macroelectrólisis anterior no cumplió con lo esperado para formar los coágulos sin agitar el agua residual, por lo que fue necesario agitar para que las especies se muevan en el medio con la finalidad de que estas estén en contacto entre ellas, así también puedan tocar en diferentes partes el área de las placas de acero para que se dé mejor la coagulación de las partículas coloidales durante el proceso de electrocoagulación-electrofloculación, a continuación se explica esta parte experimental.

El experimento es similar al de macroelectrólisis sin agitación, porque se ocupan dos placas de acero, dos cables con caimanes, multímetro de alta impedancia y fuente de poder. Se cambiaron algunas cosas por el motivo de observar mejor la formación de coágulos.

La diferencia es que en vez de utilizar la celda de dos electrodos se ocupó ahora un vaso de precipitado de 600 mL, este vaso se colocó encima de una parrilla de agitación, al interior se puso un agitador magnético para hacer que las especies se muevan, la velocidad de agitación no fue demasiada, sino fue una velocidad lenta solo para que las partículas viajaran en el agua residual.

Para fijar las placas se ocupó un corcho que hizo presión entre estas, pues se necesitó que no se movieran al introducirlas dentro del vaso, estas también quedaron mínimo 2 cm arriba del agitador magnético, porque son de metal, además de que se trabajó con electricidad, si no se separan las placas del agitador este se pegara a las placas originando que no se dé la agitación (figura 25).

Otra diferencia es que en esta macroelectrólisis antes de introducir las placas de acero al vaso de precipitado, primero se lijaron, limpiaron con agua destilada, después cada placa se pulió con el cuero de vaca, las placas deben de quedar con el mismo brillo y sin rayones.

Cabe destacar que en esta macroelectrólisis con agitación se realizó una corrección en la experimentación, que consistió en lijar las placas antes de cada experimento, considerando que en el experimento anterior que fue sin agitación las placas no se lijaron por lo que no se dio bien el paso de la energía, además de que cuando se terminaban las pruebas, el agua salía con residuos de grasa.

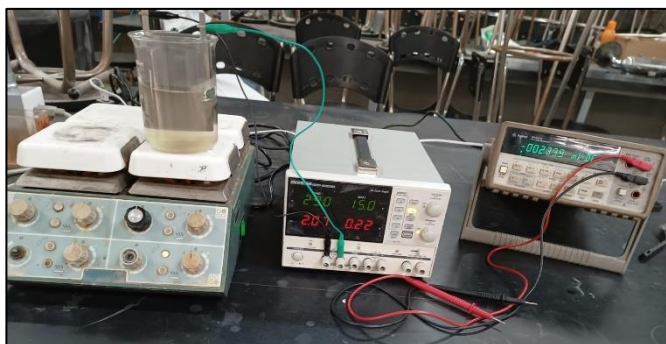
La cantidad de agua residual que se utilizo es hasta cubrir la mitad de las placas, esto es aproximadamente de 300 a 350 mL. El experimento se repitió 5 veces, pero lo que se cambio es el tiempo de electrólisis por cada prueba, con el fin de determinar el tiempo de electrólisis donde se generó la coagulación de las partículas sin exceso de hierro, solo en la segunda prueba no se modificó el tiempo de electrólisis, sino que se mantuvo a 10 minutos como en la primera, en la segunda se mantuvieron los 10 minutos por que se trabajó con una corriente de 2A al igual que la pruebas de la 3 a la 5 de esta experimentación.

En la primera prueba lo que se busco es comprobar que la corriente de 0.013 A que se obtuvo en voltamperometría positiva sumándole 0.2 A, fuera la suficiente energía



a aplicar a las placas para electrodisolverlas y así generar los coágulos, pero esto no fue así, por esta razón es que de los experimentos del 2 al 5 la corriente se incrementó a 2A para electrodisolver las placas, cambiando únicamente el tiempo de electrólisis.

En los experimentos de 2, 3, 4 y 5, como la coagulación se empezó a observar aunque con exceso de hierro, lo que se hizo al terminó de cada experimento es quitar los caimanes, retirar las placas del vaso de precipitado, también a las placas se les quito los coágulos que tienen pegados con una espátula para regresarlo al vaso, después se agito un poco el contenido del vaso para después vaciarlo al cono Imhoff, posteriormente dejar que sedimenten los coágulos, para ver que tanto se clarificó el agua residual, pero como aun no es suficiente se pasó al siguiente experimento.



*Figura 25: Celda electroquímica y equipos utilizados en macroelectrólisis con agitación*

### **2.3.3 Macroelectrólisis con flujo**

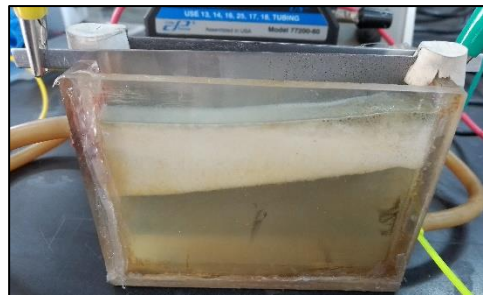
La macroelectrólisis con agitación fue la más cerca al tiempo de electrólisis sin tener tanto exceso de hierro, pero como no es fácil conocer cuántos rpm hay en la agitación se hizo la macroelectrólisis con flujo utilizando una bomba peristáltica (*Modelo:77200-60, Marca: Masterflex*), debido a que el flujo es más sencillo medir, a continuación, se explica en que consistió este experimento.

Esta macroelectrólisis es similar a las anteriores, pues se ocupó una fuente de poder, el multímetro de alta impedancia para medir el voltaje durante el experimento,

los caimanes igualmente se cepillaron, también probar que estos tengan conductividad y las placas de acero se deben lijar por cada experimento.

Aquí lo que cambio es lo siguiente, la celda de dos electrodos que se utilizó en macroelectrólisis sin agitación se volvió a ocupar, pero se le hizo ahora un agujero por cada lado para que fluyera el agua residual, luego se le coloco una manguera de látex que se conectó a la celda de dos electrodos con el fin de que el agua recirculara con ayuda de una bomba peristáltica, posteriormente en la bomba se ajustó el flujo que debe ser moderado solo con el fin de que el agua pudiera estar en constante movimiento para que las especies estén en contacto entre ellas y así mismo con las placas.

Con respecto a las placas (figura 26), estas se colocaron dentro de la celda de dos electrodos de manera vertical, también se hizo una adaptación de la siguiente manera, las placas se colocaron en medio de la celda de dos electrodos de manera horizontal muy juntas sin tocarse una con otra, también con el fin de que estas no se vallan al fondo de la celda de dos electrodos las placas se sujetaron con un tapón de hule.

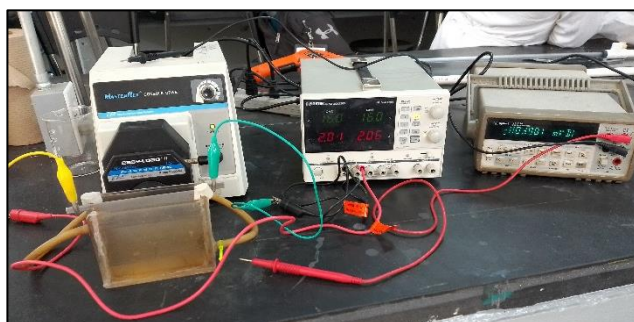


*Figura 26: Celda de dos electrodos con placas de acero en horizontal y con flujo del agua residual*

Los caimanes de igual manera se conectaron a las pestañas de las placas, luego se configuro la fuente de poder, el multímetro de alta impedancia y después se realizó el experimento 5 veces variando el tiempo de electrólisis. Cuando se termine de realizar cada prueba experimental retirar los caimanes, después retirar las placas para quitarle los coágulos regresándolos a la celda de dos electrodos, luego agitar con una espátula, para posteriormente verter el contenido al cono Imhoff, luego lo que se hizo es esperar a que sedimenten los coágulos mínimo 10 minutos para ver

que tanto se clarificó el agua residual, también para observar que se tenga menos exceso de hierro.

Con esta prueba de macroelectrólisis con flujo (figura 27) se terminó la parte experimental de la tesis a causa de que finalmente se determinó el tiempo de electrólisis para electrodisolver las placas de acero, generando la sal metálica que nos formó los coágulos con las partículas coloidales del agua que se analizó sin tener exceso de hierro en el agua.



*Figura 27: Celda electroquímica y equipos utilizados en macroelectrólisis con flujo*

## **Capítulo 3**

---

### **Análisis y discusión de resultados**

En este 3<sup>er</sup> capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos de la parte experimental que se explicó en el capítulo 2, con el fin de entender por qué se realizó cada experimento y también de los resultados conocer que es lo que nos indica cada uno.

### **3.1 Prueba de tubos**

La prueba consistió en verter a 5 tubos de ensayo la misma cantidad de agua residual, inmediato a esto se adicionó a cada tubo una alícuota de solución de hierro (1000 ppm Fe), buscando desestabilizar a la materia orgánica y propiciar una coagulación, en donde se observa cual tubo tiene mayor cantidad de clarificado y un lodo compacto, en esta condición se determinó la cantidad de hierro necesario para coagular las partículas suspendidas en el agua residual, esta metodología evita desperdicio de grandes cantidades de sal metálica (sulfato férrico).

Como se dijo anteriormente se realizó dos veces la prueba de tubos, porque en cada día se requiere una concentración de hierro diferente, a la acción microbiana que se encuentra en el agua. Los resultados obtenidos de la coagulación del primer día, se muestran en la tabla 4, previamente se determinaron los parámetros (pH, sólidos disueltos totales y conductividad eléctrica) del efluente antes de iniciar el proceso de coagulación (tabla 3).

*Tabla 3: Parámetros medidos en el agua residual*

Parámetros	Valores
pH	7.85
Sólidos Disueltos Totales	3533.33 (ppm)
Conductividad Eléctrica	6762 ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )

Tabla 4: 1<sup>er</sup> experimento de coagulación de agua residual con sulfato férrico

Tubo de ensayo	Vol. agua residual (mL)	Vol. coagulante (mL)
1	10	0.2
2	10	0.4
3	10	0.6
4	10	0.8
5	10	1

La concentración en donde se visualiza separación se encuentra entre el intervalo de 74.08 ppm (0.8 mL) y 90.91 ppm (1 mL), sin embargo, es necesario encontrar la condición en donde la separación se lleve a cabo y sea máxima, es por ello que se realizó una nueva serie de experimentos dentro de ese intervalo, estos resultados se muestran en la tabla 5.

Tabla 5: 2<sup>do</sup> experimento de coagulación de agua residual con sulfato férrico

Tubo de ensayo	Vol. agua residual (mL)	Vol. coagulante (mL)
1	10	0.84
2	10	0.88
3	10	0.92
4	10	0.96
5	10	1

La concentración adecuada en donde se observa mayor separación fue de 84.25 ppm (0.92 mL), tal como se muestra en la Figura 28.



Figura 28: Concentración determinada de 84.25 ppm necesaria de sulfato férrico para coagular el agua residual

La concentración de 84.25 ppm de sulfato férrico es la adecuada para coagular el agua residual, considerando que el coaguló se ve compacto en el fondo del tubo de ensayo, no se ve hidratado y se obtiene mayor cantidad de clarificado.

La ecuación empleada para convertir de mL a ppm tiene como referente la ley de conservación de masa y se representa como una relación de alícuotas:

$$C_1V_1 = C_2V_2 \dots \dots \dots \text{(Ec.1)}$$

En donde:

- $C_2$  es la concentración que se busca del sulfato férrico de los mL utilizados.
- $V_2$  es el volumen total utilizado del coagulante y del agua residual.
- $C_1$  es la concentración del sulfato férrico de la solución preparada.
- $V_1$  es el volumen utilizado del sulfato férrico para coagular.

Sustituyendo datos y resolviendo queda:

$$C_2 = \frac{(1000 \text{ ppm})(0.92 \text{ mL})}{10.92 \text{ mL}} = 84.25 \text{ ppm}$$

De la concentración de 84.25 ppm se realiza el siguiente cálculo para determinar la masa de hierro que finalmente es de 0.09282 mg Fe.

$$(84.25 \text{ ppm})(0.01092 \text{ L}) = 0.9282 \text{ mg Fe}$$

Los resultados de la tabla 6 corresponden a la prueba de tubos del segundo día de experimentación, primero se muestran los parámetros obtenidos del pH, los sólidos disueltos totales y la conductividad eléctrica de la muestra del agua residual.

*Tabla 6: Parámetros medidos en el agua residual*

Parámetros	Valores
pH	7.31
Sólidos Disueltos Totales	3485.67 (ppm)
Conductividad Eléctrica	6894.34 ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )

En la tabla anterior se hizo un promedio de los datos. En la tabla 7 se muestran los datos obtenidos del experimento de coagulación del agua residual con sulfato férrico.

*Tabla 7: Resultados del experimento de coagulación de agua residual con sulfato férrico*

Tubo de ensayo	Vol. agua residual (mL)	Vol. coagulante (mL)
1	10	0.2
2	10	0.4
3	10	0.6
4	10	0.8
5	10	1

Este experimento solo se realizó una vez, porque con la concentración de 90.91 ppm (1 mL), es la suficiente cantidad de coagulante para coagular las partículas coloidales, esto es así por el cambio de la concentración que se tubo de DQO en este día. Estos resultados se utilizaron para escalar la prueba de tubos de 10 mL a una prueba de jarras de 100 mL.



### 3.2 Prueba de jarras

Siguiendo con el resultado que dio en el segundo día del experimento de la prueba de tubos, a continuación, se dará a conocer los cálculos que se realizaron para obtener 90.91 ppm de sulfato férrico a partir del 1 mL que se ocupó del coagulante, pero antes conocer que esta concentración se debe escalar para un volumen de 100 mL como volumen máximo entre el agua residual y el sulfato férrico, con el fin de hacer la prueba de jarras para observar mejor el proceso de coagulación.

Empleando la ley de conservación (ec.1), en donde la incógnita es el volumen de solución madre de hierro a emplear en 100 mL, sustituyendo datos y resolviendo:

$$V_1 = \frac{C_2 V_2}{C_1}$$

Sustituyendo datos y resolviendo queda:

- $V_1 = \frac{(90.91 \text{ ppm})(100 \text{ mL})}{1000 \text{ mL}} = 9.09 \text{ mL de coagulante}$

El resultado anterior es el volumen que se requiere del coagulante, para determinar el volumen a utilizar del agua residual se realiza la siguiente, se resta los mL totales menos el volumen del coagulante.

$$100 \text{ mL total} - 9.09 \text{ mL coagulante} = 90.91 \text{ mL de agua residual}$$

Como ya se pudo observar bien la coagulación en la prueba de jarras escalando la concentración del sulfato férrico, se realizó el siguiente cálculo para determinar la masa de hierro que se ocupó en la segunda ley de Faraday, finalmente el resultado es de 1.00001 mg Fe.

$$(90.91 \text{ ppm})(0.011 \text{ L}) = 1.00001 \text{ mg Fe}$$

### 3.3 Voltamperometría cíclica

Al término de la prueba de jarras después de determinar la masa de hierro, se realizó un estudio voltamperométrico, el cual consiste en utilizar un equipo llamado

potenciostato-galvanostato, para suministrar energía a una celda electroquímica que se compone de 3 electrodos sumergidos en una solución: el electrodo de trabajo (WE) que es de acero dulce, el segundo electrodo es el de referencia (RE) de calomel saturado y el tercer electrodo es el contraelectrodo (CE) de grafito, este experimento se realizó en tres soluciones diferentes: 50 mL al 1 M de  $H_2SO_4$ , 50 mL al 1M de  $Na_2SO_4$  y 50 mL de agua residual. A continuación, se muestran las figuras 29, 30 y 31 de las soluciones patrón utilizadas en la celda electroquímica y posteriormente se dará la explicación del por qué se ocuparon estas soluciones para el experimento.



Figura 30: Solución de 1M de  $H_2SO_4$

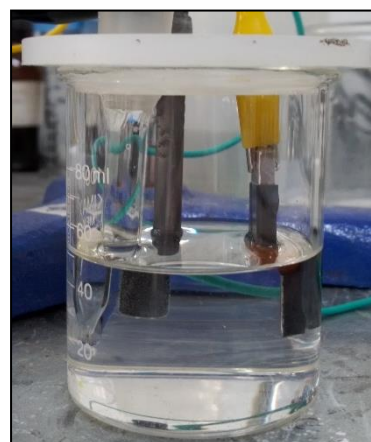


Figura 29: Solución de 1 M de  $Na_2SO_4$



Figura 31: Solución de 1M de agua residual

La solución del ácido sulfúrico se ocupó por los siguientes motivos, el ácido en el agua es un electrolito soporte que tiene baja resistencia para electrodisolver el acero dulce porque es más fácil mover los iones en el ácido, además de que se busca saber cuál es el comportamiento ideal de una solución para disolver el acero, también el ácido sulfúrico tiene cierta actividad que si se disocia en el agua se tienen dos protones, más el sulfato en forma iónica y la nube eléctrica del sulfato es mucho mayor que la del protón.

El sulfato de sodio se ocupó porque es una sal que sirve como electrolito soporte, pero con la diferencia de que ya no se tiene la facilidad de la movilidad iónica que se da en el ácido sulfúrico. El sulfato de sodio es la solución testigo porque es la ideal para electrodisolver el acero dulce debido a que se alcanza el voltaje necesario, es decir, en el sulfato de sodio el acero alcanza el voltaje preciso para que se oxide, pues estos dos son afines en común y ya no hay ninguna interferencia de los protones del ácido.

Mientras que en la solución que se utilizó del agua residual, a esta se le aplicó el experimento de voltamperometría cíclica, porque es el problema real que se debe resolver debido a que aquí es donde se debe electrodisolver el acero dulce para coagular las partículas coloidales que están disueltas, entonces lo que se necesitó es observar en que parte del voltamperograma se comienza a disolver el acero, igualmente que en el sulfato de sodio se tiene afinidad entre el agua residual y el acero para que este se pueda oxidar. Cabe destacar que en el agua residual hay moléculas de la DQO, minerales, microorganismos, etc. que afectan al electrodo a la hora de electrodisolver.

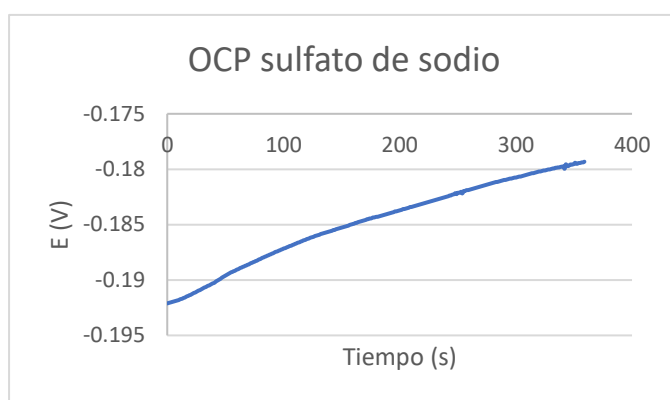
Conociendo por qué se utilizaron estas soluciones patrón como electrolitos soporte en la voltamperometría cíclica. A continuación, se discuten las 3 gráficas que arroja el potencióstato-galvanostato después de terminar cada experimento, estas graficas son la OCP que indica en general cómo se comporta el WE en la solución patrón, otra grafica es el voltamperograma positivo que indica cuando el electrodo de trabajo se oxida (pierde electrones) y la última grafica es el voltamperograma

negativo que indica cuando se reduce la superficie formada en el electrodo de trabajo (gana electrones).

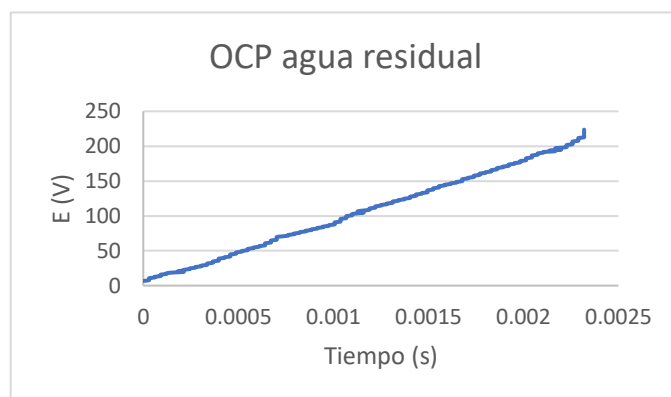
Las gráficas 1, 2, y 3 que se muestran a continuación, son las que corresponden al OCP de cada solución patrón, estas representan físicamente las relaciones de las interacciones que existen entre el electrodo y el electrolito soporte, esas relaciones se deben a las especies que están presentes en el medio.



Gráfica 1: OCP del ácido sulfúrico



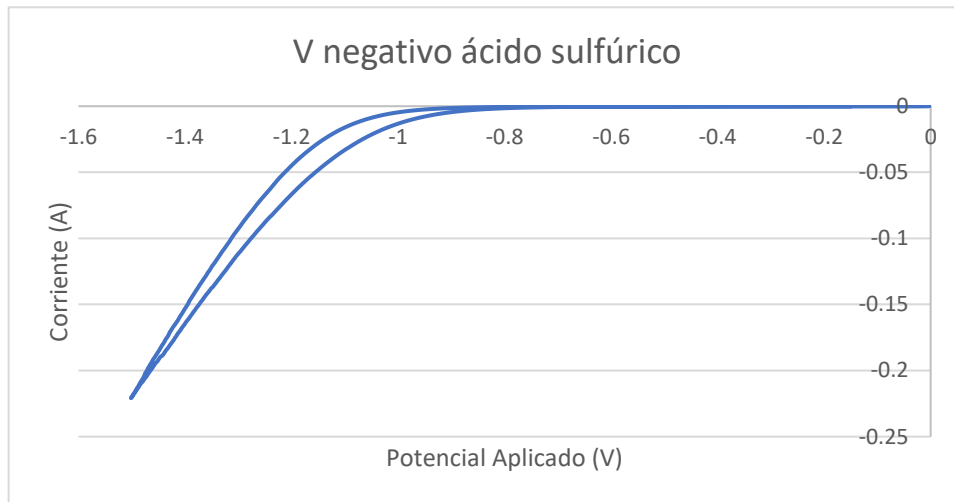
Gráfica 2: OCP del sulfato de sodio



Gráfica 3: OCP del agua residual

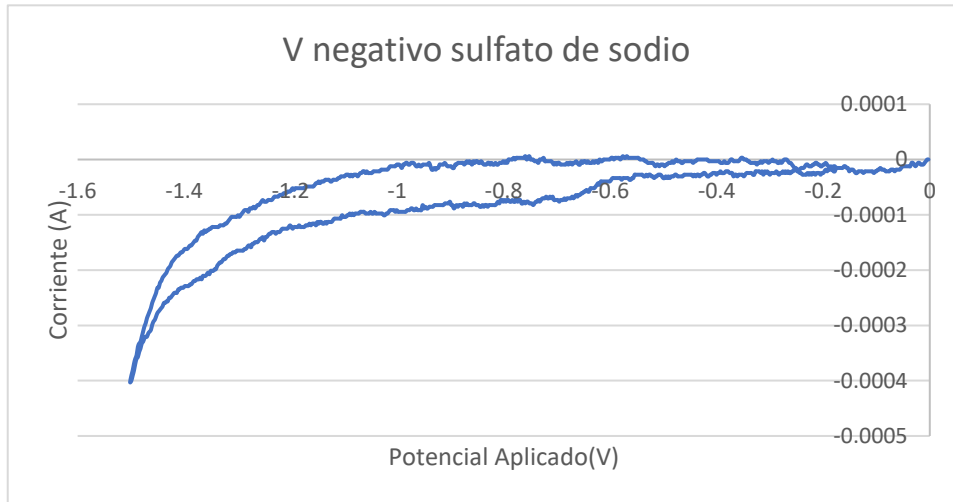
A continuación, se muestran solo los voltamperogramas en dirección negativa de las soluciones patrón a los que se les aplicó la voltamperometría cíclica, el intervalo de barrido fue de -1.5 V a 1.5 V, de estos voltajes en esta parte se suministró energía

iniciando desde los 0 V hasta -1.5 V con el objetivo de observar en donde se empezó a disolver el acero, pero lo que se observó es que solo se está reduciendo tanto la barra de acero como el medio, además de que se está ganando hidrógeno.

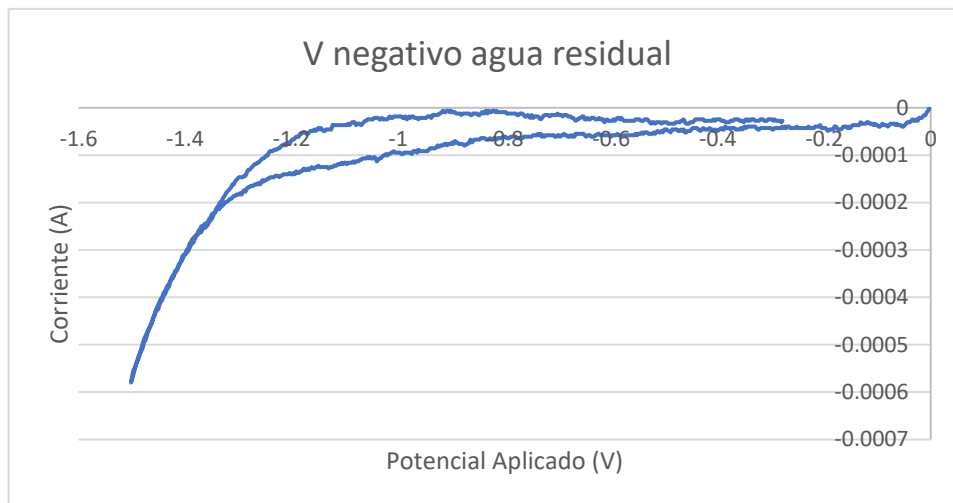


Gráfica 4: Voltamperograma negativo del ácido sulfúrico

En la gráfica 4 se puede observar que de los 0 V hasta los -0.9 V no hay cambio en la barra de acero, es decir, no se está oxidando ni se está reduciendo, pero de los -1 V hasta los -1.5 V la corriente aplicada incrementa rápidamente siendo aquí donde se está reduciendo el WE y después del pico que se ve abajo en la gráfica, se regresa a los 0 V.



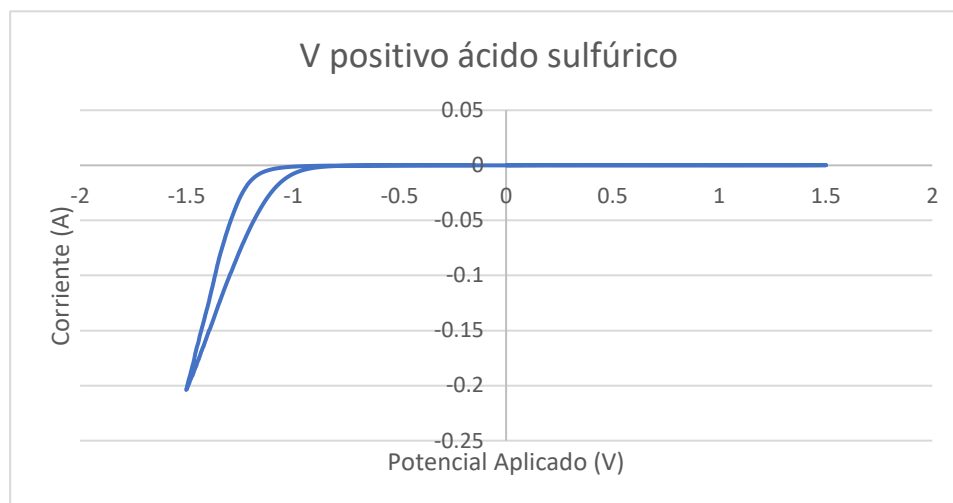
Gráfica 5: Voltamperograma negativo del sulfato de sodio



Gráfica 6: Voltamperograma negativo del agua residual

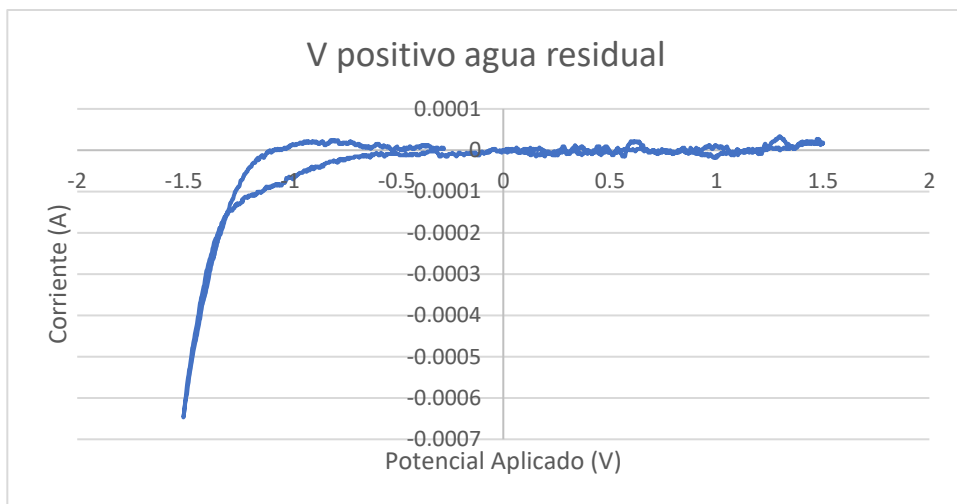
En las gráficas 5 y 6, lo que se puede observar es que en ambas soluciones la barra de acero solo se está reduciendo, esto no es lo que se busca de esta prueba, pues lo que se necesita es que el acero se oxide para que se electrodisuelva en el medio, porque los iones del  $\text{Fe}^{+3}$  que suministre el acero son para coagular las partículas suspendidas en el agua residual.

Los siguientes voltamperogramas positivos de los electrolitos soporte, se les llama así porque el potenciostato-galvanostato suministró energía desde 0 V hasta 1.5 V, pero en las gráficas como se puede ver, tienen tanto el voltamperograma negativo como el voltamperograma positivo, esto es por ser una prueba cíclica en la que se aplica el voltaje desde los -1.5 V a los 1.5 Volts.



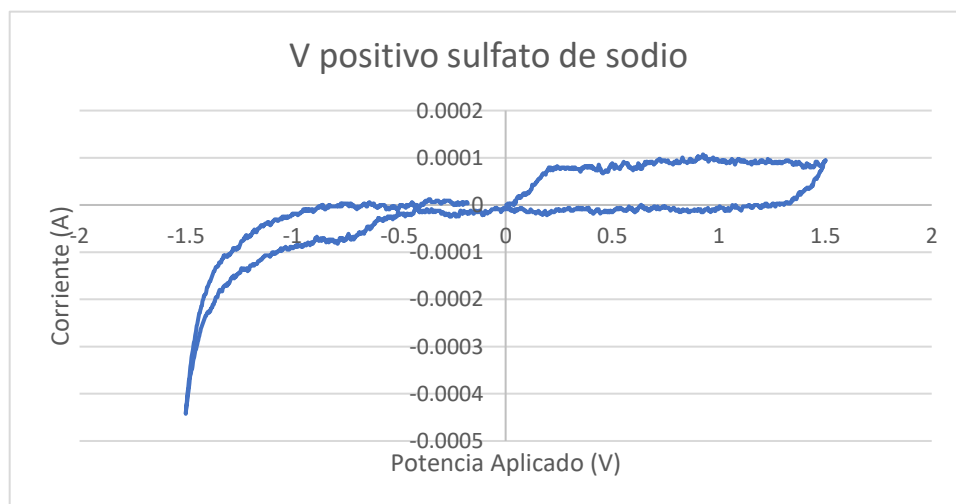
*Gráfica 7: Voltamperograma positivo del ácido sulfúrico*

La gráfica 7 corresponde al voltamperograma positivo del ácido sulfúrico, como se puede ver el electrodo de trabajo no se oxidó ni se redujo.



Gráfica 8: Voltamperograma positivo del agua residual

En el voltamperograma positivo de la gráfica 7 y 8, no hubo ninguna oxidación o reducción en el electrodo de trabajo, entonces lo que se puede decir es que las soluciones patrón del ácido sulfúrico y del agua residual no son las recomendadas para determinar el voltaje necesario para disolver el electrodo de acero dulce.



Gráfica 9: Voltamperograma positivo del sulfato de sodio



De todos los voltamperogramas positivos y negativos que se analizaron anteriormente el que se ocupó para determinar el voltaje para disolver el acero dulce es el voltamperograma positivo de sulfato de sodio (grafica 9), pues aquí es donde se puede ver que a partir del voltaje de 0.13 V hasta 1.5 V hay oxidación, es decir, el acero se está disolviendo electroquímicamente pasando de Fe a Fe<sup>+2</sup>, además aquí se puede observar el proceso de reducción, que va después de los 1.5 V hasta llegar a los 0 V.

En un voltamperograma cíclico, se puede decir que el voltamperograma negativo como el positivo ocurre el mismo proceso de reducción y oxidación, pero la diferencia es en la gráfica donde se está aplicando el voltaje negativo, porque no se alcanzan a ver los procesos claramente pues es un proceso de reducción, a diferencia en el voltamperograma positivo, ahí si se ven los procesos muy claros, por eso anteriormente se dijo que la solución del sulfato de sodio es afín al acero dulce para electródissolverlo.

### ***3.4 Voltamperometría cíclica positiva (oxidación)***

Esta voltamperometría consistió en realizar un procedimiento similar que al de voltamperometría cíclica, solo que aquí se realizó el experimento una vez con el sulfato de sodio, esto es así porque en los voltamperogramas positivos se observa mejor el voltaje que se necesita aplicar para disolver el hierro, entonces lo que se buscó es comprobar por medio de un voltamperograma positivo de sulfato de sodio, que el voltaje que se estableció antes es el correcto para disolver electroquímicamente el acero dulce, además se utilizó esta grafica porque aquí es donde se puede ver más clara la oxidación del acero.

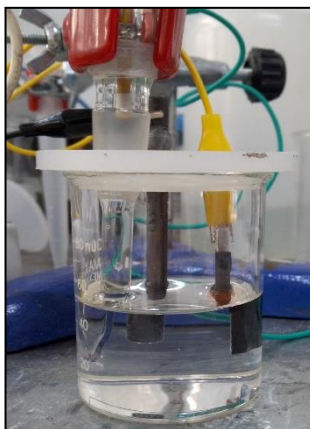
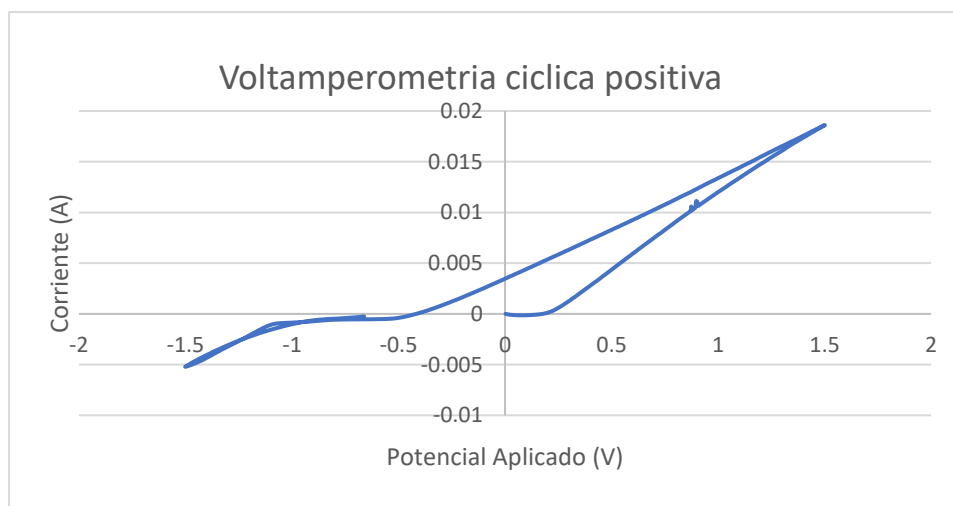


Figura 32: Voltamperometría cíclica positiva con solución de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$

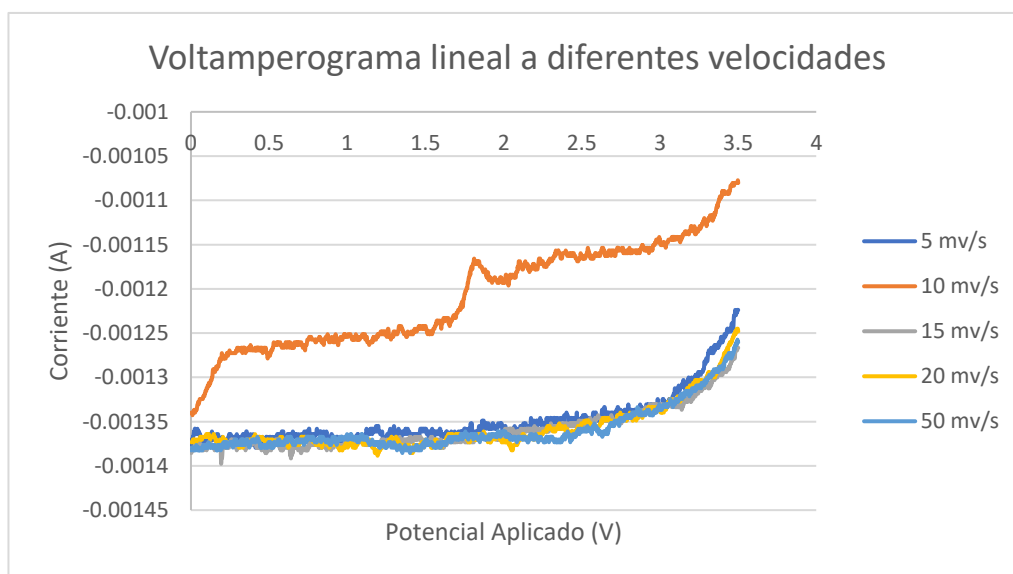
En la figura 32 se observa cómo se montó la celda electroquímica para el experimento de voltamperometría cíclica positiva (oxidación). A continuación, se muestra el voltamperograma que se obtuvo de esta prueba (gráfica 10). A lo que se llegó, es que el voltaje obtenido antes en comparación con el obtenido en esta prueba, se puede decir que es el correcto para oxidar la barra de acero.



Gráfica 10: Voltamperograma cíclico positivo del sulfato de sodio

### 3.5 Voltamperometría lineal a diferentes velocidades de barrido

La voltametría lineal consistió en montar la celda electroquímica igual que en cronoamperometría con agitación, pero la configuración de la interfaz del NOVA 2.1 es diferente debido a que cada experimento arroja datos diferentes, esta voltametría se realizó 5 veces, porque en cada experimento se debe variar la velocidad de barrido para observar que cambios se dan en las gráficas para compararlas unas con otras, de igual manera se comparó lo que se obtuvo de las pruebas de voltamperometría y la cronoamperometría. A continuación, se muestra la gráfica 11 obtenida de los 5 experimentos realizados.



Gráfica 11: Voltamperograma lineal a diferentes velocidades de barrido

De la línea de barrido de 10 mV/s con respecto a las de 5, 15, 20 y 50 mV/s, se puede decir que se ve claro lo que ocurre durante el experimento, pues se observa un incremento de voltaje al inicio de la prueba, también en el pico que va de 1.65 V hasta los 1.84 V se oxida el electrodo de trabajo, a diferencia de las otras velocidades de barrido que no se alcanzaron a ver los procesos, más que sólo el

incremento del voltaje. Por otro lado, esta prueba se hizo con el fin de comprobar el voltaje determinado para disolver las placas, pero como en la línea se ve un pico, se tuvo que hacer las demás voltamperometrías lineales para ver si ocurría lo mismo.

En el voltamperograma anterior la línea que corresponde a la velocidad de barrido de 10 mV/s, es a lo que se trabajó en voltametría y cronoamperometría. Como se puede ver desde los 0 V hasta aproximadamente 0.13 V, la energía incrementa rápido, por lo que se puede decir que desde el inicio se empieza a oxidar un poco el acero, aunque sea  $\text{Fe}^{+2}$ , después de los 0.13 V se sigue oxidando el acero mientras el voltaje sigue incrementando más lento hasta el valor de 1.65 V.

Después de los 1.65 V hasta los 1.84 V se observa un cambio de pendiente en donde se llega a un pico que está asociado a la aparición de una especie en la interface que es donde se incrementa la energía rápido, porque es donde el acero pierde un electrón para el paso de  $\text{Fe}^{2+}$  a  $\text{Fe}^{3+}$  siendo el punto máximo de 1.84 V donde se alcanza totalmente la oxidación del hierro para generar la sal metálica que coagula las partículas suspendidas, después del punto máximo la energía disminuye y luego sigue incrementando casi constantemente hasta el final del experimento, en toda esta última parte se sigue generando el  $\text{Fe}^{3+}$  pero con oxígeno como reacción parásita.

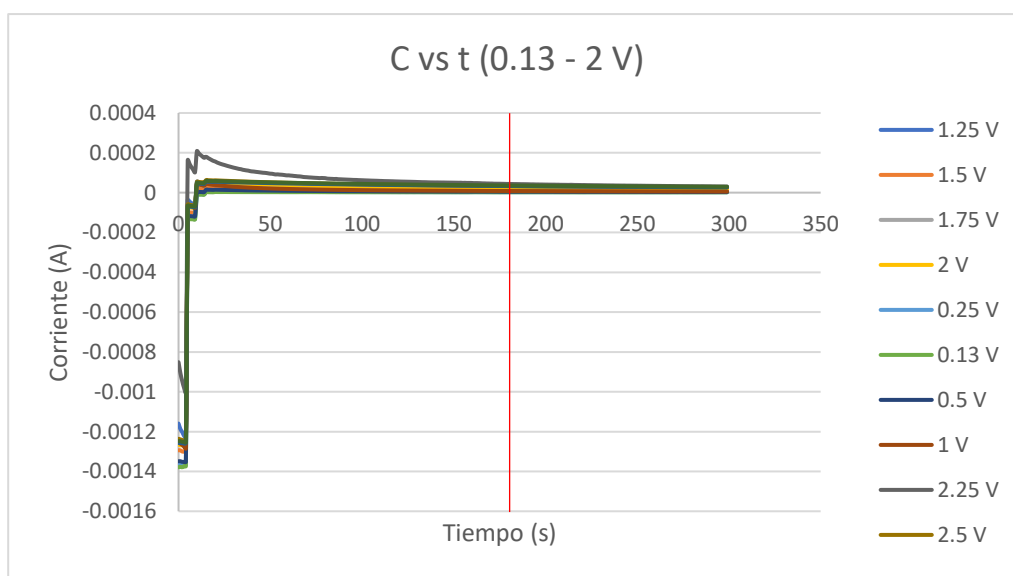
Por lo que se puede decir que es correcto que a los 0.13 V que se determinó en esta prueba y en voltametría cíclica y las pruebas de cronoamperometría es el necesario para oxidar el acero dulce.

### ***3.6 Cronoamperometría (sin agitación)***

La cronoamperometría sin agitar el agua residual es lo que sigue después de la voltamperometría cíclica considerando que se necesita determinar la intensidad media de corriente para la macroelectrólisis, entonces ya determinado que 0.13 V es lo que se requiere para electrodisolver el acero se puede iniciar con esta prueba, que consistió en montar una celda electroquímica con dos electrodos de acero dulce

y un electrodo de referencia sumergidos en el sulfato de sodio, mientras la interfaz del NOVA 2.1 se configuró específicamente para este experimento. Se repitió 12 veces esta evaluación aplicando en cada una los siguientes voltajes: 0.13, 0.25, 0.5, 1, 1.25, 1.5, 1.75, 2, 2.25, 2.5, 2.75 y 3.

Después de terminar todas las evaluaciones se obtuvo una gráfica de “Corriente Vs Tiempo”, que se construyó a partir de los 12 experimentos teniendo en cuenta que en cada evaluación se obtuvo una gráfica de C Vs t. Se graficaron todos los resultados en una sola, porque lo que se buscó es colocar una línea vertical en la gráfica, de tal manera que los resultados coincidieran en un mismo punto para obtener la “intensidad de corriente media”, como se muestra en la gráfica 12.



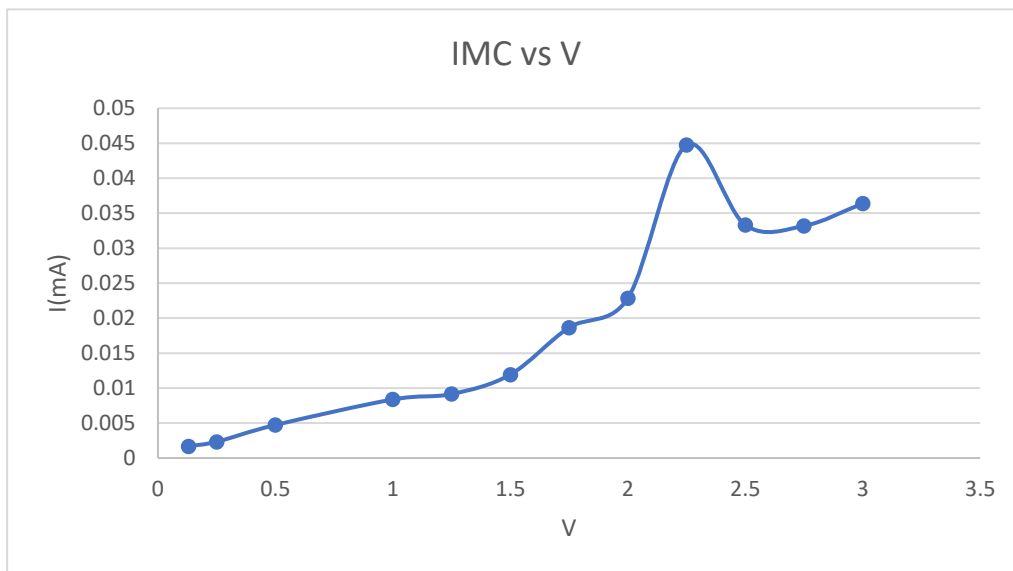
Gráfica 12: Gráfica de corriente vs tiempo obtenida de las 12 evaluaciones

La línea roja que se ve en la gráfica anterior se colocó en el tiempo de 2.92 min, en vista de que aquí es en donde todas las líneas de la corriente aplicada a los electrodos de acero se ven constantes, obtenido esto se realizó la tabla 8 que se muestra a continuación.

Tabla 8: Intensidad media de corriente vs voltaje aplicado en cada prueba

Tiempo 2.92 min	
I (mA)	V
0.001690674	0.13
0.002319336	0.25
0.004721069	0.5
0.008374023	1
0.009152222	1.25
0.011932373	1.5
0.018658447	1.75
0.022845459	2
0.044747925	2.25
0.033322144	2.5
0.033187866	2.75
0.036380005	3

En la tabla 8 se colocó el voltaje aplicado a cada experimento, así como la intensidad media de corriente que se tiene al tiempo de 2.92 min, estos datos se graficaron para observar la tendencia, como se muestra en la gráfica 13.



Gráfica 13: Gráfica de IMC Vs voltaje aplicado de cada experimento

La gráfica 13 se ocupó para determinar la intensidad de corriente que se debe ocupar en la fórmula de la densidad de corriente, para luego escalar la intensidad de corriente que se necesita aplicar a electrodos de acero de mayor tamaño. Lo que significa esta grafica es lo siguiente: desde el inicio hasta el punto 3 es una zona limitada de carga, es decir, no hay suficiente energía para disolver el acero, del punto 3 hasta al punto 5 es una zona limite mixto, es decir, está limitada por la transferencia de masa y alguna reacción, del punto 5 hasta el punto 9 es una zona donde hay transferencia de masa, pasando del punto 9 hasta el final es la zona donde hay transferencia de masa y reacciones parásitas.

También se puede observar que hay un punto alto en la gráfica con valor de intensidad de corriente de 0.0448 mA con 2.25 V, este punto dice que puede haber electrodisolución del acero, un proceso faradaico o reacciones parásitas, este valor es el que se ocupó para escalar los Amperes que se necesitan en las pruebas de macroelectrólisis. Ahora los siguientes cálculos son los que se realizaron para escalar los Amperes y obtener el tiempo de electrólisis de los electrodos.

Primero calcular el área de los electrodos de microelectrólisis, estas son las barras de acero que se utilizaron para la voltamperometría y cronoamperometría:

$$A_{mic} = L * L = 1.25 \text{ cm} * 1.25 \text{ cm} = 1.5625 \text{ cm}^2$$

- *L es el lado de cada electrodo*
- *A<sub>mic</sub> es el área de microelectrólisis*

Luego calcular la densidad de corriente de microelectrólisis utilizando el A<sub>mic</sub> que se calculó de las barras de acero:

$$J = \frac{I}{A} = \frac{0.0448 \text{ mA}}{1.5625 \text{ cm}^2} = 0.0286 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2}$$

- *I es la intensidad de corriente media*
- *A es el área de los electrodos utilizados*
- *J es la densidad de corriente*

Después calcular el  $A_{mac}$  de los nuevos electrodos para la de macroelectrólisis:

$$A_{mac} = B * A = 7.5 \text{ cm} * 4.9 \text{ cm} = 36,75 \text{ cm}^2$$

- *B es base del electrodo*
- *A es ancho del electrodo*
- *$A_{mac}$  es área de macroelectrólisis*

Con la nueva área y densidad de corriente, despejar la fórmula de la densidad de corriente para obtener la intensidad de corriente:

$$I = JA = \left( 0.028638672 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2} \right) (36.75 \text{ cm}^2) = 1.052471191 \text{ mA} = 0.00105 \text{ A}$$

- *I es intensidad de corriente media*
- *A es área de los electrodos utilizados*
- *J es densidad de corriente*

A la intensidad de corriente obtenida se le sumó 0.2 A para alcanzar una mayor corriente, dado que la intensidad de corriente determinada experimentalmente es muy pequeña la fuente no puede suministrar esa energía, la intensidad de corriente que se suministró por la fuente de poder es de 0.200105 A.

De la concentración de hierro obtenida en la prueba de jarras se obtuvo que la masa de hierro es de 1.001 mg de hierro, esta cantidad se debe de convertir a g porque las unidades deben ser consistentes cuando se ocupe la ecuación de la segunda ley de Faraday, el valor obtenido es  $1.001 \times 10^{-3}$  g de hierro.

NOTA: De los dos días que se realizaron las pruebas para determinar la concentración de hierro para coagular las partículas suspendidas en el agua residual, se ocupó los resultados del segundo día que dio una concentración de 90.91 ppm que es igual a una masa de  $1.001 \times 10^{-3}$  g de hierro para la ecuación de la segunda ley de Faraday, esto con el objetivo de poder alcanzar el voltaje necesario para electrodisolver las placas, también esta masa es la que se ocupó para los cálculos en cronoamperometría con agitación.



Luego se utilizó la ecuación de la segunda ley de Faraday, pero esta se debe despejar para obtener el tiempo de electrólisis de los nuevos electrodos de acero en la macroelectrólisis.

$$m_{Fe} = \frac{t_{elec}PM_{Fe}I}{nF} \rightarrow t_{elec} = \frac{nFm_{Fe}}{PM_{Fe}I}$$

Sustituyendo datos y convirtiendo de segundos a minutos, queda:

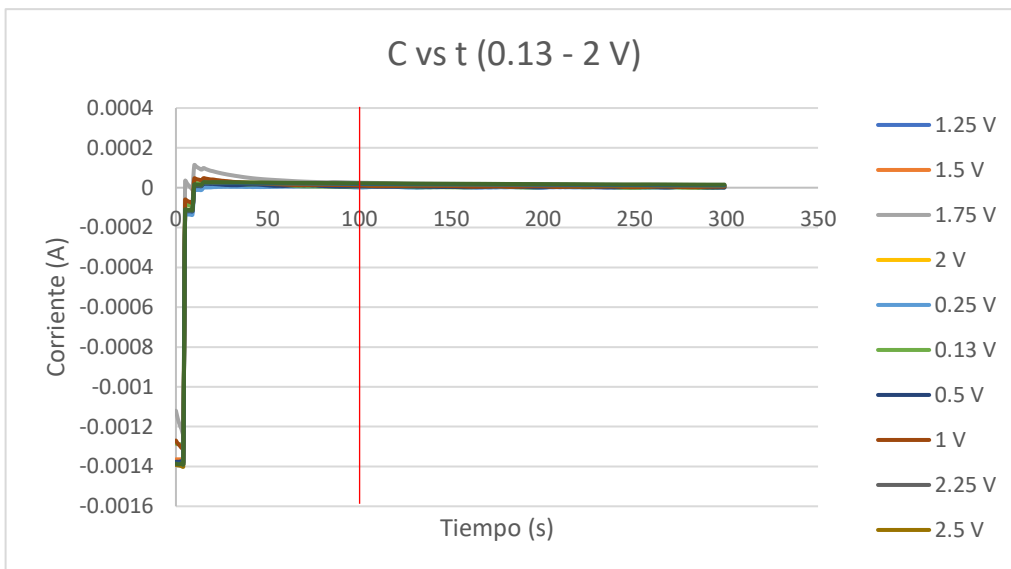
$$t_{elec} = \frac{nFm_{Fe}}{PM_{Fe}I} = \frac{(3)(96485 \frac{A \cdot S}{mol})(1.001 \times 10^{-3} g)}{(55 \frac{g}{mol})(0.201 A)} = 25.81 s = 0.430 min$$

El valor de **0.430 min** es el tiempo de electrólisis necesario a utilizar en la prueba de macroelectrólisis.

### **3.7 Cronoamperometría (con agitación)**

Como se dijo en el capítulo 2, esta prueba es muy similar a la cronoamperometría sin agitación, solo con la diferencia que la celda electroquímica se coloca arriba de una parrilla de agitación con el objetivo de que las especies entren más en contacto con los electrodos de acero, para obtener mejores resultados, los voltajes que se aplicaron a cada experimento son los mismos de las 12 evaluaciones anteriores partiendo de 0.13 V.

La primera grafica es la de “Corriente Vs Tiempo”, que se hizo de los 12 experimentos, teniendo en cuenta que cada uno arrojó una gráfica de C Vs t. Se graficaron todos los resultados en una sola, porque lo que se busco es colocar una línea vertical en la gráfica, de tal manera que los resultados coincidieran en un mismo punto para obtener la “intensidad de corriente”. En la gráfica 14 se muestran los datos obtenidos.



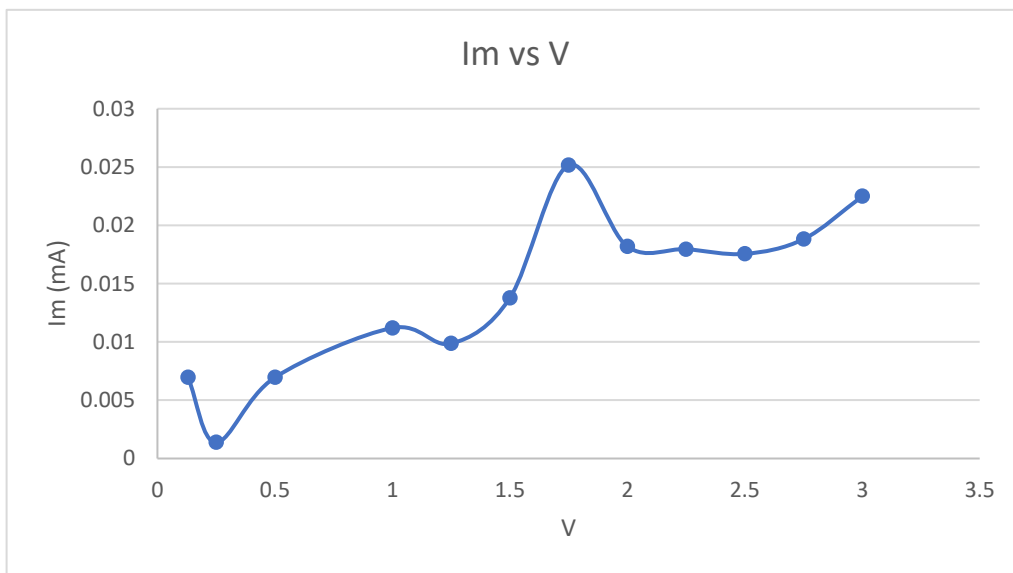
Gráfica 14: Gráfica de corriente vs tiempo obtenida de las 12 evaluaciones

La línea roja que se ve en la gráfica anterior se colocó en el tiempo de 1.67 min, en vista de que aquí es en donde todas las líneas de la corriente aplicada a los electrodos de acero se ven constantes, obtenido esto se realizó la tabla 9 que se muestra a continuación.

Tabla 9: Intensidad media de corriente vs voltaje aplicado por cada prueba

Tiempo 1.67 min	
I (mA)	V
0.00695496	0.13
0.00138245	0.25
0.0069519	0.5
0.01119995	1
0.00986328	1.25
0.01376343	1.5
0.02515869	1.75
0.01819458	2
0.01795349	2.25
0.01755066	2.5
0.01881104	2.75
0.02248535	3

En la tabla 9 se colocó el voltaje aplicado a cada experimento, así como la intensidad media de corriente que se tiene al tiempo de 1.67 min, con estos datos lo que se hizo es graficarlos para observar la tendencia, como se muestra en la gráfica 15.



Gráfica 15: Gráfica de IMC Vs voltaje aplicado de cada experimento

La grafica anterior se ocupó para determinar la intensidad de corriente que se debe ocupar en la fórmula de la densidad de corriente, para así escalar la intensidad que se necesita aplicar a electrodos de acero de mayor tamaño.

También como se puede observar hay un punto alto en la gráfica con valor de intensidad de corriente de 0.0251 mA con 1.75 V, este punto dice que puede haber electrodisolución del acero, un proceso faradaico o reacciones parásitas, este valor es el que se ocupó para escalar los Amperes que se necesitan para las pruebas de macroelectrólisis.

En esta cronoamperometría con agitación, se obtuvo una intensidad de corriente de 0.0251 mA aplicando un voltaje de 1.75 V mientras que en la cronoamperometría anterior para tener la intensidad de corriente de 0.0448 mA se aplicó un voltaje de 2.25 V, estos valores corresponden al pico más alto de cada gráfica.

Comparando los valores de los voltajes de cada experimento, se puede decir que en cronoamperometría con agitación se tiene que aplicar menos voltaje con respecto a cronoamperometría sin agitación, esto es así porque las especies se mueven constantemente dentro de la celda electroquímica y entran en contacto unas con otras, así también las especies entran en contacto con los electrodos.

Los siguientes cálculos corresponden a lo que se realizó para escalar los amperes y obtener el tiempo de electrólisis.

Primero calcular el área de electrodos de microelectrólisis, estas son las barras de acero que se utilizaron para la voltamperometría y cronoamperometría:

$$A_{mic} = L * L = 1.25 \text{ cm} * 1.25 \text{ cm} = 1.5625 \text{ cm}^2$$

- *L es el lado de cada electrodo*
- *A<sub>mic</sub> es el área de microelectrólisis*

Luego calcular la densidad de corriente de microelectrólisis utilizando el A<sub>mic</sub> que se calculó de las barras de acero:

$$J = \frac{I}{A} = \frac{0.02515869 \text{ mA}}{1.5625 \text{ cm}^2} = 0.0161 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2}$$

- *I es la intensidad de corriente media*
- *A es el área de los electrodos utilizados*
- *J es la densidad de corriente*

Después calcular el A<sub>mac</sub> de los nuevos electrodos para la de macroelectrólisis:

$$A_{mac} = B * A = 7.5 \text{ cm} * 4.9 \text{ cm} = 36,75 \text{ cm}^2$$

- *B es la base del electrodo*
- *A es el ancho del electrodo*
- *A<sub>mac</sub> es el área de macroelectrólisis*

Con la nueva área y densidad de corriente, despejar la fórmula de la densidad de corriente para obtener la intensidad de corriente:

$$I = JA = \left(0.0161 \frac{mA}{cm^2}\right) (36.75 cm^2) = 0.5917mA = 0.00059 A$$

- *I es la intensidad de corriente media*
- *A es el área de los electrodos utilizados*
- *J es la densidad de corriente*

A la intensidad de corriente obtenida se le sumó 0.2 A para alcanzar una mayor corriente, dado que la intensidad de corriente es muy pequeña la fuente no puede suministrar esa energía, quedando la intensidad de corriente como: 0.2006 A.

Con la concentración de hierro de  $1.001 \times 10^{-3} g$  de hierro, obtenido de la prueba de jarras junto con la intensidad de corriente determinada, se utilizó la ecuación de la segunda ley de Faraday, pero esta se debe despejar para obtener el tiempo de electrólisis de los nuevos electrodos de acero en la macroelectrólisis.

$$m_{Fe} = \frac{t_{elec} PM_{Fe} I}{nF} \rightarrow t_{elec} = \frac{nF m_{Fe}}{PM_{Fe} I}$$

Sustituyendo datos y convirtiendo de segundos a minutos, queda:

$$t_{elec} = \frac{nF m_{Fe}}{PM_{Fe} I} = \frac{(3)(96485 \frac{A * S}{mol})(1.001 \times 10^{-3} g)}{(55 \frac{g}{mol})(0.2006 A)} = 25.8653 s = 0.431 min$$

El valor de **0.431 min** es el tiempo que se debe utilizar para la prueba de macroelectrólisis.

### **3.8 Macroelectrólisis sin agitación**

El tiempo de electrólisis que se determinó después de todas las pruebas anteriores es de **0.431 minutos**, esto quiere decir que las nuevas placas de acero de mayor tamaño requieren de ese tiempo para generar la sal metálica en el agua residual con el proceso de electrocoagulación-electrofloculación. Cabe destacar que se utilizó este tiempo de electrólisis que se determinó en cronoamperometría con agitación, porque se utiliza un menor voltaje.

Antes de avanzar con tablas y resultados, se explicará brevemente en que consistió esta prueba, las 2 nuevas placas se pondrán dentro de una celda de dos electrodos estas no deben tocarse porque podrían hacer corto, después se le pondrá a cada una un caimán que se conectó a una fuente de poder que suministró energía para oxidarlas. Para iniciar con la experimentación, se ocuparon los resultados que se obtuvieron de los cálculos para escalar la intensidad de corriente y el tiempo de electrólisis.

Así que primero se ocupó una intensidad de corriente de 0.2006 A, el voltaje que se aplicó, la misma fuente de poder lo ajusta dependiendo de la intensidad de corriente, el tiempo de electrólisis es el que ya se había comentado.

Antes de mostrar los resultados, se debe aclarar que solo en la primera evaluación se ocupó el tiempo de electrólisis determinado con la segunda ley de Faraday, esto fue así porque las placas de acero nuevas tienen impurezas que no permitieron el paso de la energía, esas impurezas son aceites y exceso de carbón. Si las placas de acero utilizadas aquí fueran del mismo material que las barras de acero dulce que se ocuparon en microelectrólisis, se hubiera observado el proceso de electrocoagulación-electrofloculación, pero como no fue el caso, entonces para determinar el tiempo de electrólisis necesario se terminó realizando de manera experimental. A continuación, se muestran los resultados de cada experimento.

En la tabla 10 se muestra el voltaje de la fuente de poder, este es el que se aplicó a los electrodos de acero con la intensidad de corriente a la que se programó la fuente, debido a que dependiendo de la intensidad de corriente que se aplique son los volts que suministra la fuente, también se muestran los volts medidos por el multímetro de alta impedancia, la intensidad de corriente aplicada es la que se determinó anteriormente.

Tabla 10: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 1

V Medido Con Multímetro	V De La Fuente
6.4	6.8
6.39	6.6

Cabe decir que, con respecto al tiempo de electrólisis en esta primera evaluación, se inició usando el tiempo determinado por la segunda ley de Faraday, pero como no se observó ningún floc, se dejó que siguiera el experimento hasta los 5 minutos, esperando hubiera algún cambio, pero como se puede apreciar en la figura 33 no se obtuvo nada.



Figura 33: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 1

En las tablas 11, 12 y 13, se realizó el mismo experimento aplicando la misma intensidad de corriente, así como un tiempo de electrólisis de 5 minutos, esperando poder ver los coágulos, pero como se puede observar en la figura 34 no hay se ve nada.

Tabla 11: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 2

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente
6.7	7.0
6.4	6.7

Tabla 12: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 3

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente
7.8	8.1
6.6	6.8

Tabla 13: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 4

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente
6.4	6.8
6.39	6.6

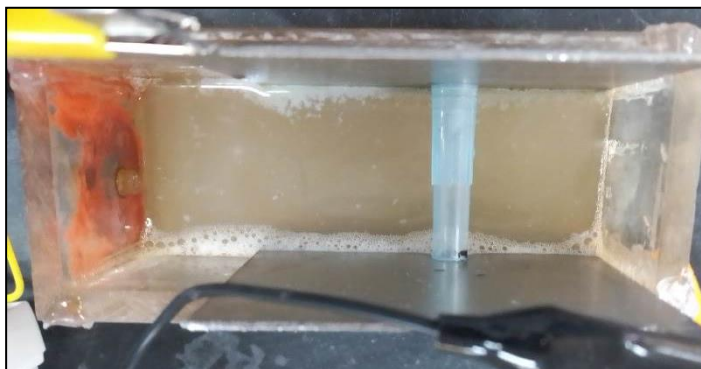


Figura 34: Macroelectrólisis de agua residual, evaluaciones 2,3 y 4

Los resultados de la 5<sup>to</sup> evaluación se muestran en la tabla 14, aquí se hizo un cambio, debido a que se aplicó corriente a las placas por un tiempo de 10 minutos manteniendo la misma intensidad de corriente, pero terminando el experimento se llegó a la conclusión de que las placas de acero no eran puras, porque cuando se terminó el tiempo del experimento se observaron residuos de grasa y apenas se veían algunos coágulos tal como se puede apreciar en la figura 35.



Tabla 14: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 5

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
6.44	6.6	2
6.43	6.6	4
6.42	6.6	6
6.48	6.7	8
6.49	6.7	10

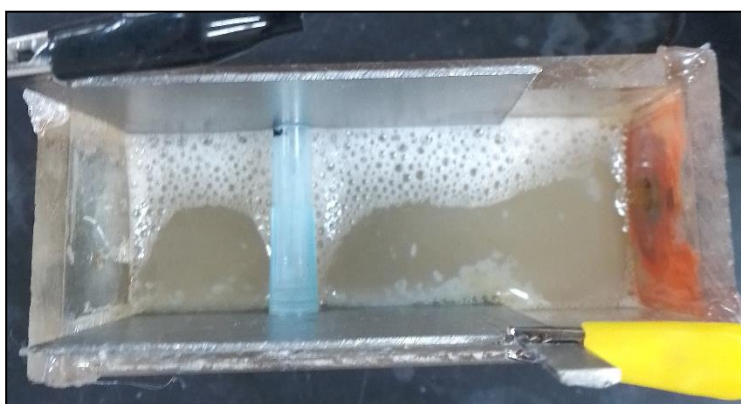


Figura 35: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 5

### **3.9 Macroelectrólisis con agitación**

Continuando con los experimentos anteriores, en esta parte se ocupó la fuente de poder, el multímetro y las placas de acero, pero como se encontró que las placas tenían grasa, se hizo modificaciones en la experimentación para mejorar resultados, estas consistieron en lijar las placas al igual que en microelectrólisis, se utilizó un vaso de precipitado como celda electroquímica en donde se le puso un agitador magnético en el fondo para mover el agua residual, las placas se alzaron para que el agitador no se pegue y el vaso de precipitado se colocó arriba de una parrilla de agitación, todo esto que se mencionó se hizo hacer para todos los experimentos restantes.

En la prueba de la tabla 15 se dio el mismo tiempo de electrólisis de 10 min, pero lo que cambio aquí es que se aplicó una intensidad de corriente de 0.213 A, a este valor si se le quitan 0.2 A nos queda 0.013 A, que como se recordará es el valor que se obtuvo en la voltamperometría positiva para que el acero se empiece a oxidar, el motivo de que se cambiara un poco la intensidad de corriente aplicada es para buscar a qué condiciones el acero se empieza a electrodisolver para generar los coágulos en el agua residual, pues se está trabajando con un acero diferente, pero en este caso hubo muy pocos coágulos generados como se puede observar en la figura 36.

*Tabla 15: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 6*

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
3.57	3.8	2
3.59	3.8	4
3.58	3.8	6
3.60	3.8	8
3.61	3.8	10



*Figura 36: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 6*

NOTA: Los coágulos que se generan son los que están pegados en las placas de acero, también es la espuma que está en la superficie del agua residual.

Como se dijo anteriormente se debe buscar de manera experimental la intensidad de corriente y el tiempo de electrólisis para electrodisolver el acero, así que para la 7<sup>ma</sup> evaluación se dio un tiempo de electrólisis de 10 minutos, pero ahora con una intensidad de corriente incrementada a 2 A, el resultado es que después de esta modificación se empezó a observar un poco de coágulos, pero no los suficientes, los resultados se pueden observar en la tabla 16 y figura 37.

*Tabla 16: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 7*

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
23.47	25.9	1
23.43	25.9	2
23.41	25.9	3
23.41	25.9	4
23.46	25.9	5
23.44	25.9	6
24.38	27.0	7
24.50	26.9	8
24.52	26.9	9
25.49	27.9	10



Figura 37: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 7

En la prueba 7, aplicando 10 minutos de electrólisis con 2 amperes, no se generó los coágulos necesarios, así que en el experimento 8 se mantuvo 2 A de intensidad de corriente, incrementando el tiempo de electrólisis hasta los 15 minutos, el resultado fue que se logró coagular las partículas suspendidas en el agua residual que es lo sedimentado en el fondo del cono de color gris, pero hay exceso de hierro, esto se puede observar en la figura 38 puesto que el agua pasó de color gris a color verde, por lo que se puede decir que los 2 A aplicados está bien para electrodisolver las placas de acero, pero ahora hay que buscar el tiempo de electrólisis adecuado, en la tabla 17 se puede observar los voltajes aplicados en la evaluación 8.

Tabla 17: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 8

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
22.76	25.4	3
23.6	26.3	6
24.70	27.4	9
25.38	27.9	12
26.41	28.9	15



*Figura 38: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 8*

En el experimento 8 hubo un exceso de hierro aplicando un tiempo de electrólisis de 15 minutos, entonces para mejorar este resultado lo que se hizo es reducir el tiempo de electrólisis a 12 minutos, como se puede observar en la figura 39 las partículas del agua se siguen coagulando y sedimentando, también ya no hay tanto exceso de hierro, pero se sigue viendo un poco verde el agua residual, en la tabla 18 se puede observar los voltajes aplicados en la evaluación 9.

*Tabla 18: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 9*

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
21.55	24.2	2
21.9	24.5	4
22.33	24.9	6
22.78	25.4	8
23.13	25.8	10
23.42	26	12



*Figura 39: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 9*

Partiendo de los resultados del experimento anterior, en la evaluación 10 se disminuyó el tiempo de electrólisis a 11 minutos manteniendo la intensidad de corriente a 2 A. Lo que se obtuvo es lo que se observa en la figura 40, ahí un poco menos de exceso de hierro y los coágulos se siguen generando, en la tabla 19 se puede observar los voltajes aplicados en la evaluación 10.

*Tabla 19: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 10*

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
22.34	24.9	2
22.61	25.3	4
23.07	25.7	6
23.29	25.9	8
23.33	25.9	10
23.36	25.9	11



*Figura 40: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 10*

### **3.10 Macroelectrólisis con flujo**

En macroelectrólisis con agitación ya se obtuvo algunos resultados favorables para determinar el tiempo de electrólisis, así como la intensidad de corriente que se debe aplicar a las placas de acero, entonces para seguir mejorando resultados lo que se hizo ahora es macroelectrólisis con flujo que consiste en cambiar la agitación de la celda electroquímica por un flujo realizado con una bomba peristáltica, aquí ya no se usa el vaso de precipitado si no que se ocupó una celda de dos electrodos en donde se hicieron las modificaciones de cambiar la agitación por un flujo puesto que es más fácil cuantificar un flujo que las rpm de una parrilla de agitación.

En la evaluación 11 se aplicó 2 amperes en un tiempo de electrólisis de 10 minutos con 20 segundos, si se observa la figura 41 se ve menos hierro en el agua, por lo que se consideró bajar más el tiempo, en la tabla 20 se puede observar los voltajes aplicados en la evaluación 11.

Tabla 20: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 11

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
6.06	9.5	2
6.19	9.6	4
6.67	10.1	6
6.82	10.5	8
7.45	10.9	10
7.30	11	10:20



Figura 41: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 11

El tiempo que se realizó el experimento 12 fue de 8 minutos, lo que se observa en la figura 42 es que se generan los coágulos, pero no los suficiente porque el agua se ve turbia, pero hay muy poco hierro, en la tabla 21 se puede observar los voltajes aplicados en la evaluación 12.

Tabla 21: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 12

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
8.46	11.8	2
8.68	12.1	4
9.04	12.5	6
9.50	13.00	8



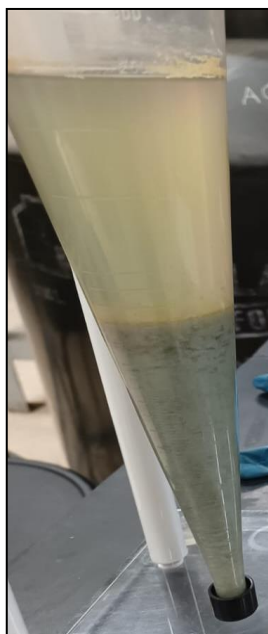


Figura 42: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 12

Como en la evaluación 12 el agua se ve turbia, ahora lo que se hizo es incrementar 30 segundos a la prueba y lo que se ve es que aún falta dar un poco más tiempo de electrólisis (tabla 22 y figura 43).

Tabla 22: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 13

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
10.98	14.2	2
11.24	14.6	4
11.69	15.2	6
12.28	15.7	8
12.55	16.1	8:30



*Figura 43: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 13*

En la evaluación 14 se agregó 30 segundos más, dando un tiempo de electrólisis de 9 minutos, a lo que se llegó es que este tiempo de electrólisis es el necesario para electrodisolver las placas de acero para coagular los coloides, también se aplicó una intensidad de corriente de 2 A que es la correcta, como se puede apreciar en la figura 44 hay muy poco exceso de hierro, el agua se ve más clara por que los coloides quedaron sedimentados al fondo del cono, en la tabla 23 se puede observar los voltajes aplicados en la evaluación 14.

*Tabla 23: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 14*

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
8.06	11.5	2
8.33	11.8	4
8.62	12.0	6
9.02	12.4	8
9.35	12.7	9



*Figura 44: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 14*

La evaluación 15 (tabla 24 y figura 45), se realizó con el fin de observar si aplicando un tiempo de electrólisis de 9 minutos 30 segundos, se mejoraría el resultado, pero al final se decidió que la evaluación 14 es la que da mejores resultados.

*Tabla 24: Voltaje medido en la fuente y en el multímetro durante evaluación 15*

Voltaje medido con multímetro	Voltaje de la fuente	t (min)
7.42	10.8	2
7.51	10.9	4
7.91	11.3	6
8.01	11.6	8
8.60	12.0	9:30



*Figura 45: Macroelectrólisis de agua residual, evaluación 15*

Después de haber realizado todos los experimentos anteriores desde la prueba de tubos, voltamperometría, cronoamperometría, macroelectrólisis sin agitación, con agitación y con flujo, se analizaron las condiciones obtenidas de cada prueba, llegando a la conclusión que aplicando a las placas de hierro una intensidad de corriente de 2 A en un tiempo de 9 minutos, se obtiene la mayor cantidad de clarificado en el agua residual en la parte central del cono Imhoff, pues como se puede observar en la figura 44, la mayor parte de los coloides se coagularon y sedimentaron en el fondo del cono Imhoff, mientras una pequeña parte del floc está flotando en la superficie del cono tal como se dijo en la teoría, así también si se compara este resultado con el obtenido en los demás experimentos de macroelectrólisis se observa que no hay exceso de hierro.

Así también las barras de acero utilizadas en microelectrólisis como las placas que se utilizaron en macroelectrólisis, no son del mismo acero puesto que las placas tienen grasa, exceso de carbón y son ligeramente más delgadas que el electrodo de trabajo ocupado en microelectrólisis, por esa razón se quedaron abajo en las condiciones energéticas determinadas con las barras de acero dulce, porque no coincide en la intensidad de corriente y se tuvo que modificar en la fuente.

## **Conclusión**

---

De los objetivos que se propusieron en esta de tesis, se llegaron a las siguientes conclusiones:

1. El agua residual tiene residuos de materia como los coloides (partículas suspendidas sin disolverse en el medio), en este tipo de agua se determinó que tiene las siguientes características fisicoquímicas: pH de 7.31, sólidos disueltos totales de 3485.67 ppm y conductividad eléctrica de 6894.34  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .
2. Para coagular los coloides del agua residual se determinó que la concentración exacta que se necesita de sulfato férrico es de 90.91 ppm, realizando los cálculos correspondientes queda que se requiere una masa  $1.001 \times 10^{-3}$  g de hierro para utilizar en la ecuación de la segunda ley de Faraday.
3. La microelectrólisis sirvió para determinar las condiciones energéticas que se debe aplicar al acero dulce para electrólisis, siendo un valor de 0.13 V que se debe suministrar al acero para que en su interface empiece un cambio de  $\text{Fe}^{2+}$  a  $\text{Fe}^{3+}$ , también se determinó que la intensidad de corriente debe ser de 0.2006A. Por otro lado, tanto las barras de acero utilizadas en microelectrólisis como las placas que se utilizaron en macroelectrólisis, no son del mismo acero, dado que estas últimas placas tienen grasa, exceso de carbón y son más delgadas que el electrodo de trabajo ocupado en microelectrólisis, por esa razón las condiciones energéticas determinadas con las barras de acero dulce no se ocuparon en macroelectrólisis.
4. De las pruebas de tubos y jarras se determinó que se requiere una masa de hierro de  $1.001 \times 10^{-3}$  g para llevar a cabo el proceso de coagulación de las partículas coloidales, por otro lado, con las pruebas realizadas en microelectrólisis se determinó que se requiere una intensidad de corriente de 0.2006 A para oxidar el acero dulce de  $\text{Fe}^{+2}$  a  $\text{Fe}^{+3}$ , con estos datos obtenidos se calculó el tiempo de electrólisis mediante la ecuación de la segunda ley de Faraday, en donde el resultado es 0.431 minutos de tiempo de electrólisis.
5. Las condiciones energéticas establecidas por microelectrólisis no funcionaron, porque el acero usado tanto en esta prueba como en

macroelectrólisis debe ser del mismo material para que al escalar los parámetros pueda ocurrir lo esperado, por este motivo las condiciones se determinaron experimentalmente por medio de macroelectrólisis para el proceso de electrocoagulación, obteniendo una intensidad de corriente de 2A con un tiempo de electrólisis al acero de 9 minutos, para generar la sal metálica en el agua residual sin obtener un exceso de hierro.

6. A las placas de hierro utilizadas en macroelectrólisis aplicando intensidad de corriente de 2 A en un tiempo de electrólisis de 9 minutos, se obtiene la mayor cantidad de clarificado en el agua residual en la parte central del cono Imhoff, pues cómo se puede observar en la figura 44, la mayor parte de los coloides se coagularon y sedimentaron en el fondo del cono Imhoff, mientras una pequeña parte flotaba en la superficie tal como se dijo en la teoría, también comparando este resultado con el obtenido en los demás experimentos de macroelectrólisis se observa que no hay exceso de hierro, las condiciones mencionadas en este apartado son las más adecuadas para llevar a cabo el proceso de electrocoagulación-electrofloculación de aguas residuales.

## **Bibliografía**

---



- Andía Cárdenas Y. Tratamiento de agua coagulación y floculación, (2000), Lima.
- Aragón La puente, R. (s.f.). Tema 23: Productos Bituminosos. Universidad De Alicante, 89.
- Badui Dergal, S. (2006). Química De Los Alimentos. México: Pearson.
- BBVA. (27 de octubre de 2021). Obtenido de ¿Qué son y cómo se pueden clasificar las aguas residuales?: <https://www.bbva.com/es/sostenibilidad/que-son-y-como-se-pueden-clasificar-las-aguas-residuales/>
- Calidad del Agua. Biblioteca del Congreso Nacional de Chile, (2016).
- Comisión Nacional De Áreas Naturales Protegidas. (s.f.). Obtenido de SEMARNAT - CONANP: <http://www.conabio.gob.mx/uicn/SEMARNATCONANP.html#:~:text=La%20Secretar%C3%ADa%20de%20Medio%20Ambiente,desarrollo%20sustentable%20en%20el%20pa%C3%ADs.>
- Cruz Hernández, K. (s.f.). Electrodo de referencia. UNAM.
- E. A. Collins (1997), in Emulsion Polymerization and Emulsion Polymers (Eds. P.A. Lovell y M.S. El-Aasser), J. Wiley and Sons, Chichester, 385.
- Espigares García, M., & Pérez López, J. A. (s.f.). Aguas residuales composición. Obtenido de [https://cidta.usal.es/cursos/edar/modulos/edar/unidades/LIBROS/logo/pdf/Aguas\\_Residuales\\_composicion.pdf](https://cidta.usal.es/cursos/edar/modulos/edar/unidades/LIBROS/logo/pdf/Aguas_Residuales_composicion.pdf)
- FCCyT. (2019). Tratamiento de aguas residuales. Oficina de información científica y tecnológica para el congreso de la unión, 6.
- Fernández Arévalo, M. (s.f.). sistemas dispersos heterogéneos. 91.
- *Fiscalización ambiental en aguas residuales.* (2014). Lima, Perú: Organismo de evaluación y fiscalización ambiental.
- Gobierno De México. (s.f.). Obtenido de ¿Qué hacemos?: <https://www.gob.mx/semarnat/que-hacemos>
- Gobierno de México. (09 de octubre de 2019). Obtenido de instrumentos de gestión del agua: <https://www.gob.mx/conagua/acciones-y->



- Van Breemen, A. N. (2001). Water treatment 1 conventional and advance treatment methods international institute for infrastructural, hydraulic and environmental engineering, Holanda.
- Vargas C., M., & Romero E., L. G. (s.f.). Desarrollo de coagulantes y floculantes para el tratamiento de aguas en países en desarrollo. Centro de investigación en protección ambiental.
- Wikipedia. (s.f.). Obtenido de doble capa eléctrica:  
[https://es.wikipedia.org/wiki/Doble\\_capa\\_el%C3%A9ctrica](https://es.wikipedia.org/wiki/Doble_capa_el%C3%A9ctrica)