



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA
INGENIERÍA AMBIENTAL – AGUA

TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES DE LA INDUSTRIA TEXTIL MEDIANTE
BIODEGRADACIÓN AEROBIA SEGUIDA POR OXIDACIÓN ELECTROQUÍMICA

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRA EN INGENIERÍA AMBIENTAL

PRESENTA:
ERIKA VALERDI NEGREROS

TUTOR PRINCIPAL
DRA. PETIA MIJAYLOVA NACHEVA, FACULTAD DE INGENIERÍA

COMITÉ TUTOR
DR. IVÁN MORENO ANDRADE - INSTITUTO DE INGENIERÍA
DR. IGNACIO MONJE RAMÍREZ - INSTITUTO DE INGENIERÍA

JIUTEPEC, MORELOS, AGOSTO DE 2019



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO

Presidente: Dr. González Barceló Oscar

Secretario: Dra. Fernández Villagómez Georgina

Vocal 1: Dr. Monje Ramírez Ignacio

Vocal 2: Dr. Moreno Andrade Iván

Vocal 3: Dra. Mijaylova Nacheva Petia

Lugar donde se realizó la tesis:

Instituto Mexicano de Tecnología del Agua

Director de Tesis

Dra. Petia Mijaylova Nacheva

Firma

A QUIENES
OCUPAN UN LUGAR ESPECIAL
EN MI VIDA...

“Solo existe un bien: el conocimiento. Solo hay un mal: la ignorancia”

Sócrates

AGRADECIMIENTOS

A Ruffy, eres mi gran ejemplo mamá, eres la mujer más extraordinaria del mundo, te quiero con todo el corazón, gracias por escucharme, aconsejarme en todo momento y sobre todo gracias por darme el regalo más grande... la vida.

A Julián, sin ti no sería lo que hoy soy, gracias por tus enseñanzas, por apoyarme en todo, por consentirme, por tenerme paciencia y por respetar mis decisiones, te quiero muchísimo papá.

A Mayra, por ser amiga y hermana, gracias por tu apoyo y cuidado cuando más lo he necesitado. Te admiro muchísimo por todo lo que has logrado, eres un gran ejemplo. Te quiero Mirita.

A Julio, que irónicamente gracias a la distancia, hemos podido valorarnos como hermanos. Porque a pesar de las diferencias que podemos llegar a tener, los dos sabemos que siempre estaremos ahí apoyándonos en todo. Te quiero Julito.

A la Dra. Petia, fue un honor trabajar con usted, gracias muchas gracias por compartir sus conocimientos conmigo, por guiarme en esta etapa tan importante, por su apoyo en todo momento, me siento muy afortunada de haberla conocido, mil gracias doctora.

A los miembros del jurado por sus observaciones, comentarios y sugerencias para este trabajo: Dr. Ignacio Monje Ramírez, Dr. Iván Moreno Andrade, Dra. Georgina Fernández Villagómez y Dr. Oscar González Barceló.

A todos los profesores-investigadores que impartieron las asignaturas durante la maestría, gracias por todos los conocimientos compartidos.

A Abraham, gracias por tu apoyo incondicional, por alentarme a seguir adelante cuando sentía que no podía, por ayudarme en todo momento, por escucharme y aceptar mis sugerencias, gracias por comprenderme y por estar a mi lado, te quiero mucho Ab.

A mis amigos Nohemicin, Ash, Sandy, Peru, Yaz, Nadi, Paulette, Ari, Jona, Gaby, Are, Abe, Aroches, Pepe V., Isma, Ing. Ale y Andy, su apoyo moral fue muy importante en esta etapa, gracias por creer en mí y por sus ánimos en todo momento.

A mis amigos y compañeros que conocí en el instituto Luis, Efrén, Gaby, Joss, Yara, Germán, Lupita, Katy, Angie, Yanni, Fany, Ing. Ernesto y Leisbel. Gracias por todos los

momentos compartidos, gracias por permitirme conocerlos y descubrir las grandes personas que son. Fue un placer coincidir con ustedes.

A la familia Delgado Beltrán, por ofrecerme su confianza abriéndome las puertas de su hogar desde el principio, porque sin su apoyo esta etapa hubiera sido muy difícil. Los quiero mucho

A la Universidad Nacional Autónoma de México y al Instituto Mexicano de Tecnología del Agua por el apoyo para la realización de este trabajo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por el apoyo económico durante la maestría.

Contenido

| | |
|--|-----------|
| RESUMEN..... | x |
| INTRODUCCIÓN..... | xiv |
| HIPÓTESIS..... | xvi |
| OBJETIVOS..... | xvi |
| 1. Capítulo 1. MARCO TEÓRICO..... | 1 |
| 1.1. La importancia del agua..... | 1 |
| 1.2. El agua en la industria..... | 2 |
| 1.3. La industria textil..... | 3 |
| 1.4. Colorantes..... | 5 |
| 1.4.1. Colorantes directos..... | 6 |
| 1.4.2. Colorantes reactivos..... | 6 |
| 1.4.3. Colorantes dispersos..... | 7 |
| 1.4.4. Colorantes básicos..... | 7 |
| 1.4.5. Colorantes ácidos..... | 7 |
| 1.4.6. Colorantes mordientes..... | 8 |
| 1.4.7. Colorantes índigos..... | 8 |
| 1.5. Tratamiento de aguas residuales..... | 9 |
| 1.5.1. Tratamiento secundario..... | 10 |
| 1.5.1.1. Degradación aerobia y anaerobia de colorantes textiles..... | 10 |
| 1.5.1.2. Tecnologías de tratamiento secundario para tratamiento de aguas residuales con colorantes textiles..... | 11 |
| 1.5.1.3. Biorreactor con membranas..... | 13 |
| 1.5.2. Tratamiento terciario o avanzado..... | 18 |
| 1.5.2.1. Electroquímica..... | 19 |
| 1.5.2.2. Celda electroquímica..... | 20 |
| 1.5.2.3. Electro-oxidación..... | 22 |
| 1.5.3. Acoplamiento de tratamientos secundario y terciario..... | 26 |
| 2. Capítulo 2. METODOLOGÍA..... | 31 |
| 2.1. Biodegradación en un reactor biológico con membranas sumergidas..... | 31 |
| 2.1.1. Sistema experimental BRM..... | 31 |
| 2.1.2. Pruebas abióticas..... | 32 |
| 2.1.3. Procedimiento experimental y seguimiento del proceso biológico..... | 34 |
| 2.1.4. Sistema experimental RBS..... | 35 |

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 2.1.5. | Técnicas analíticas | 36 |
| 2.2. | Oxidación electroquímica..... | 37 |
| 2.2.1. | Sistema experimental..... | 37 |
| 2.2.2. | Procedimiento experimental..... | 38 |
| 2.2.3. | Diseño experimental | 39 |
| 3. | Capítulo 3. ANÁLISIS DE RESULTADOS..... | 41 |
| 3.1. | Biodegradación en un reactor biológico con membranas sumergidas (BRM) | 41 |
| 3.1.1. | Operación del BRM: determinación de flux crítico y subcrítico | 41 |
| 3.1.2. | Evaluación del sistema..... | 44 |
| 3.1.2.1. | Parámetros de campo | 44 |
| 3.1.2.2. | Seguimiento de la biomasa en reactor BRM | 46 |
| 3.1.2.3. | Degradación de materia orgánica y remoción de color en el sistema experimental, seguimiento de la concentración de biomasa y relación alimento microorganismo..... | 47 |
| 3.1.2.4. | Remoción de nitrógeno y fósforo | 51 |
| 3.2. | Biodegradación en reactores biológicos secuenciales (RBS)..... | 54 |
| 3.3. | Oxidación electroquímica con efluentes de tratamientos aerobios..... | 56 |
| 3.3.1. | Resultados del diseño de experimentos para el efluente de RBS-R2 | 57 |
| 3.3.1.1. | Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de RBS-R2 | 57 |
| 3.3.1.2. | Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de RBS-R2 | 62 |
| 3.3.2. | Resultados del diseño de experimentos para el efluente de BRM fase 1..... | 64 |
| 3.3.2.1. | Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de BRM fase 1 | 64 |
| 3.3.2.2. | Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de BRM fase 1 | 68 |
| 3.3.3. | Resultados del diseño de experimentos para el efluente de BRM fase 2..... | 70 |
| 3.3.3.1. | Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de BRM fase 2 | 70 |
| 3.3.3.2. | Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de BRM fase 2 | 73 |
| 3.3.4. | Resultados del diseño de experimentos para el efluente de BRM fase 3..... | 76 |
| 3.3.4.1. | Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de BRM fase 3..... | 76 |
| 3.3.4.2. | Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de BRM fase 3 | 80 |
| 4. | Capítulo 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS..... | 83 |
| | REFERENCIAS | 85 |

Lista de figuras

| | |
|---|----|
| Figura 1.1 Evolución del volumen asignado al consumo del agua, 2006-2015 | 2 |
| Figura 1.2. Caudal de aguas residuales industriales tratadas ($\text{m}^3 \text{min}^{-1}$) | 3 |
| Figura 1.3. Colorante rojo directo 14 | 6 |
| Figura 1.1. Estructura general del colorante reactivo | 7 |
| Figura 1.5. Amarillo disperso 58 | 7 |
| Figura 1.6. Amarillo ácido 25 | 8 |
| Figura 1.7. Estructura química del colorante índigo | 8 |
| Figura 1.8. Tecnologías empleadas para el tratamiento de aguas residuales industriales ... | 12 |
| Figura 1.9. Filtración de flujo cruzado (a) y filtración sin salida (b) | 14 |
| Figura 1.10. Diagrama de un biorreactor con membrana | 15 |
| Figura 1.11. Reactor electroquímico y sus componentes principales | 23 |
| Figura 1.12. Esquema de los diferentes pasos necesarios aplicar una estrategia combinada de AOP y tratamiento biológico | 28 |
| Figura 1.1. Esquema de biorreactor con membranas sumergidas escala laboratorio | 33 |
| Figura 2.2. Esquema de reactor biológico secuencial a escala laboratorio | 36 |
| Figura 2.3. Esquema de reactor electroquímico a escala laboratorio | 38 |
| Figura 3.1. Comportamiento de la PTM y el flux con licor mezcla a una concentración de SST de 1980 mg L^{-1} | 43 |
| Figura 3.2. Comportamiento de la PTM y el flux con licor mezcla a una concentración de SST de 4020 mg L^{-1} | 43 |
| Figura 3.3 Valores de pH en los tres puntos monitoreados del sistema | 44 |
| Figura 3.4 Perfil de temperatura en los tres puntos monitoreados del sistema | 45 |
| Figura 3.5 Concentración de oxígeno disuelto en los tres puntos monitoreados del sistema | 45 |
| Figura 3.6 Perfil de conductividad eléctrica en los tres puntos monitoreados del sistema | 46 |
| Figura 3.7. Concentración de la biomasa dentro del reactor | 47 |
| Figura 3.8. Valores de DQO en el influente y efluente del reactor | 48 |
| Figura 3.9. Valores de color en el influente y efluente del reactor BRM | 49 |
| Figura 3.10. Variación de la relación A/M durante las fases experimentales | 50 |
| Figura 3.11. Valores obtenidos para nitrógeno amoniacal en el influente y efluente | 52 |
| Figura 3.12. Valores obtenidos para nitritos y nitratos en el efluente del BRM | 53 |
| Figura 3.13. Valores de fósforo como ortofosfato en el influente y efluente del reactor ... | 54 |
| Figura 3.14. Valores de DQO en el influente y efluente del RBS | 55 |
| Figura 3.15. Valores de color en el influente y efluente del RBS | 55 |
| Figura 3.16. Perfil de DQO determinado durante 120 min a tres intensidades de corriente | 56 |
| Figura 3.17. Perfil de color determinado durante 120 min a tres intensidades de corriente | 56 |

| | |
|---|----|
| Figura 3.18. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente RBS-R2 | 60 |
| Figura 3.19. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente RBS-R2 | 61 |
| Figura 3.20. Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente RBS-R2 | 61 |
| Figura 3.21. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente RBS-R2 | 61 |
| Figura 3.22. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente RBS-R2 | 62 |
| Figura 3.23 Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente RBS-R2 | 63 |
| Figura 3.24 Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente de BRM primera fase | 66 |
| Figura 3.25. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente de BRM primera fase | 67 |
| Figura 3.26 Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente de BRM primera fase | 67 |
| Figura 3.27. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente de BRM primera fase | 67 |
| Figura 3.28. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente de BRM primera fase | 69 |
| Figura 3.29. Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente de BRM primera fase | 69 |
| Figura 3.30. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente de BRM segunda fase | 72 |
| Figura 3.31. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente de BRM segunda fase | 72 |
| Figura 3.32. Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente de BRM segunda fase | 73 |
| Figura 3.33. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente de BRM segunda fase | 73 |
| Figura 3.34. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente de BRM segunda fase | 75 |
| Figura 3.35. Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente de BRM segunda fase | 75 |
| Figura 3.36. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente de BRM tercera fase | 78 |
| Figura 3.37. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente de BRM tercera fase | 78 |
| Figura 3.38 Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente de BRM tercera fase | 79 |
| Figura 3.39. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente de BRM tercera fase | 79 |
| Figura 3.40. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente de BRM tercera fase | 81 |
| Figura 3.41. Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente de BRM tercera fase | 81 |

Lista de tablas

| | |
|---|----|
| Tabla 1.1. Consumo de agua para los procesos en húmedo en el acabado de algodón | 4 |
| Tabla 1.2. Calidad adecuada para todos los procesos | 5 |
| Tabla 1.3. Calidad adecuada del agua para los procesos de lavado y lavado de equipo .. | 5 |
| Tabla 1.4. Resumen de tecnologías usadas para el tratamiento de aguas residuales industriales | 12 |
| Tabla 1.1. Características de diseño y operación de varios sistemas de BRM | 17 |
| Tabla 1.6 Parámetros de operación en los biorreactores con membrana | 18 |
| Tabla 1.7. Poder de oxidación del material del ánodo en medios ácidos | 25 |
| Tabla 1.8. Resumen de estudios realizados en el campo de las tecnologías integradas avanzadas | 29 |
| Tabla 1.9. Ventajas y desventajas de usar las diferentes tecnologías de forma independiente | 30 |
| Tabla 1.1. Propiedades del módulo de membrana | 32 |
| Tabla 2.2. Condiciones de operación evaluadas en el BRM | 35 |
| Tabla 2.3. Parámetros de muestreo en los diferentes puntos del sistema | 35 |
| Tabla 2.4. Condiciones de operación evaluadas en el RBS | 36 |
| Tabla 2.5. Técnicas analíticas para la determinación de parámetros fisicoquímicos y biológicos | 37 |
| Tabla 2.6. Matriz experimental de diseño factorial 3^2 total 9 experimentos | 39 |
| Tabla 2.7. Matriz experimental de diseño central compuesto con dos extremos, total experimentos | 39 |
| Tabla 3.1. Caracterización de agua residual de la industria textil | 42 |
| Tabla 3.2. Valores promedio para cada fase del proceso experimental | 46 |
| Tabla 3.3. Valores promedio de DQO del proceso experimental del BRM | 48 |
| Tabla 3.4. Valores promedio de color del proceso experimental del BRM | 49 |
| Tabla 3.5. Valores promedio de $N-NH_4$ del proceso experimental del BRM | 52 |
| Tabla 3.6. Valores promedio de $N-NO_2$ y $N-NO_3$ en el efluente del BRM | 53 |
| Tabla 3.7. Valores promedio de datos correspondientes al RBS durante 42 días de operación | 55 |
| Tabla 3.8. Intervalo experimental y niveles de las variables independientes | 57 |
| Tabla 3.9. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño 3^2 efluente de RBS-R2 | 57 |
| Tabla 3.10: Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente de RBS-R2 | 58 |

| | |
|--|----|
| Tabla 3.11. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de RBS-R2: degradación de materia orgánica | 59 |
| Tabla 3.12. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de RBS-R2: remoción de color..... | 59 |
| Tabla 3.13. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño central compuesto del efluente de SBR-R2 | 62 |
| Tabla 3.14. Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente RBS-R2 | 64 |
| Tabla 3.15. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño 3^2 , efluente de BRM primera fase | 64 |
| Tabla 3.16 Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente del BRM primera fase | 65 |
| Tabla 3.17. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM primera fase: degradación de materia orgánica | 66 |
| Tabla 3.18. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM primera fase: remoción de color | 66 |
| Tabla 3.19. Valores de matriz experimental para la degradación de materia orgánica medida como DQO y remoción de color en el diseño central compuesto en efluente de BRM primera fase | 68 |
| Tabla 3.20. Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente de BRM fase 1 | 69 |
| Tabla 3.21. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica medida como DQO y remoción de color en el diseño 3^2 , efluente de BRM segunda fase | 70 |
| Tabla 3.22. Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente del BRM segunda fase | 71 |
| Tabla 3.23. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM segunda fase: degradación de materia orgánica | 71 |
| Tabla 3.24. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM segunda fase: remoción de color | 72 |
| Tabla 3.25. Valores de Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y color en el diseño central compuesto en efluente de BRM segunda fase | 74 |
| Tabla 3.26 Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente de BRM fase 2 | 75 |
| Tabla 3.27. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño 3^2 , efluente de BRM tercera fase | 76 |
| Tabla 3.28. Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente del BRM tercera fase | 77 |
| Tabla 3.29. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM tercera fase: degradación de materia orgánica | 77 |
| Tabla 3.30. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM tercera fase: remoción de color | 78 |
| Tabla 3.31. Valores de Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño central compuesto en efluente de BRM tercera fase | 80 |
| Tabla 3.32. Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente de BRM fase 3 | 81 |

Abreviaturas, acrónimos y fórmulas químicas

| | |
|------------------------------|--|
| μS | Microsiemens |
| $\cdot\text{OH}$ | Radicales hidroxilo |
| A | Amper |
| A/M | Relación alimento/microorganismo |
| ANOVA | Análisis de varianza |
| BRM | Biorreactor con membrana sumergida |
| C.E. | Conductividad eléctrica |
| COV | Carga orgánica volumétrica |
| DQO | Demanda química de oxígeno |
| H_2O_2 | Peróxido de oxígeno |
| H_2SO_4 | Ácido sulfúrico |
| HNO_3 | Ácido nítrico |
| N-NH ₄ | Nitrógeno amoniacal |
| N-NO ₂ | Nitritos |
| N-NO ₃ | Nitratos |
| OD | Oxígeno disuelto |
| OE | Oxidación electroquímica |
| P-PO ₄ | Ortofosfato |
| PTM | Presión transmembrana |
| Q | Caudal |
| R1 | Reactor biológico secuencial 1 |
| R2 | Reactor biológico secuencial 2 |
| R ² | Coefficiente de determinación |
| R ² _{aj} | Coefficiente de determinación ajustado |
| RBS | Reactor biológico secuencial |
| SSTVL | Sólidos suspendidos totales en el licor mezcla |
| SSVLM | Sólidos suspendidos volátiles en el licor mezcla |
| Ti/PbO ₂ | Óxido de plomo soportado sobre titanio |
| TRH | Tiempo de retención hidráulico |
| TRS | Tiempo de retención de sólidos |
| UPt-Co | Unidades platino cobalto |
| V | Voltaje |

RESUMEN

La presente tesis fue realizada con el objetivo de evaluar la remoción de materia orgánica y color en aguas residuales de una industria textil que procesa algodón y tiñe usando colorantes azul índigo y negro disperso sulfuroso.

El estudio se realizó en laboratorio evaluando un sistema acoplado de biodegradación aerobia seguida por una oxidación electroquímica para el tratamiento de las aguas residuales de la industria textil para su recuperación y reúso en los procesos de producción. Se utilizó un biorreactor con membrana sumergida (BRM) como primer sistema biológico, el cual fue operado durante 222 días, iniciando con una aclimatación de la biomasa mediante incrementos sucesivos de carga, esta fase tuvo una duración de 50 días. Una vez estabilizado el proceso, se evaluó la primera fase durante 99 días con un caudal de alimentación de 5 L d^{-1} , tiempo de retención hidráulico (TRH) de 24.6 horas, tiempo de retención de sólidos (TRS) de 11 días y una carga orgánica volumétrica (COV) de $2.1 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. Posteriormente se evaluó la segunda fase con una duración de 37 días, alimentando el reactor con un caudal de 9.8 L d^{-1} , TRH de 12.5 horas, TRS de 11 días y COV de $2.5 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. Para la tercera fase el BRM se alimentó con un caudal de 15.1 L d^{-1} , durante 36 días, con TRH de 7.9 horas, TRS de 10 días y una COV de $3.6 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. El segundo sistema biológico que se evaluó constó de dos reactores biológicos secuenciales (RBS) mismos que fueron operados en una única fase durante 42 días con tiempo de ciclo de 24 horas, TRS de 19 días y una COV de $1.21 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$.

Los porcentajes de degradación de materia orgánica medida como DQO y la remoción de color en el BRM durante la primera fase fueron de 96.2% y 93.2%, respectivamente, con valores en el efluente de 80 mg L^{-1} y 162 UPt-Co, respectivamente. Durante la segunda fase las remociones fueron de 95.3% y 91.7%, respectivamente, con valores en el permeado de 60 mg L^{-1} y 99 UPt-Co. Durante la tercera fase se obtuvieron remociones de DQO y color de 94.1% y 86.9% respectivamente, con valores en el permeado de 69 mg L^{-1} y 105 UPt-Co. Los porcentajes de degradación de materia orgánica medida como DQO correspondientes a los dos RBS fueron de 94% y 95% para reactor 1 (R1) y reactor 2 (R2), respectivamente, con valores en el clarificado de 134 mg L^{-1} y 103 mg L^{-1} , respectivamente y para la remoción de color fueron de 84% para R1 y 86% para R2, con valores en el clarificado de 311 UPt-Co y 276 UPt-Co.

Los efluentes de los sistemas biológicos fueron tratados en un reactor de oxidación electroquímica por separado, ya que presentaban diferentes características fisicoquímicas. Se realizaron experimentos aplicando un diseño factorial 3^2 y un diseño central compuesto con tres puntos centrales y 4 niveles extremos. Los experimentos se realizaron para cada efluente de las 3 fases del BRM y la única fase del RBS. Los factores analizados fueron intensidad de corriente y tiempo de reacción. De acuerdo con los diagramas de Pareto obtenidos en el diseño factorial para cada conjunto de experimentos, en la fase 1 del BRM la corriente tuvo un efecto estadísticamente significativo para la remoción de DQO y color, en la fase 2 del BRM la corriente tuvo un efecto significativo para la degradación de materia orgánica. Sin embargo, en la remoción de color no se tuvo un efecto significativo. En lo que se refiere a la fase 3 del BRM ninguno de los factores tuvo un efecto para la degradación de materia orgánica, no así para la remoción de color, donde el tiempo fue el factor con mayor efecto. Por último, el diagrama de Pareto correspondiente al RBS-R2 mostró que ninguno de los factores tiene un efecto en la degradación de materia orgánica y para la remoción de color la corriente es el factor con mayor efecto significativo.

Con el diseño central compuesto se obtuvieron las condiciones óptimas de operación para lograr el mayor porcentaje de degradación global, así mediante el sistema $BRM_{Fase1}+OE$ se obtuvieron porcentajes de degradación globales de materia orgánica medida como DQO y remoción de color de 98.4% y 99.9% con valores en el efluente de 33.5 mg L⁻¹ y 1.6 UP-Co, respectivamente. En el caso del tratamiento $BRM_{Fase2}+OE$ la degradación global fue de 98.7% para materia orgánica con valores medidos como DQO en el efluente de 16.8 mg L⁻¹ y 99.9%, para remoción de color con valores en el efluente de 1 UPt-Co. En el sistema $BRM_{Fase3}+OE$ se lograron porcentajes de degradación de materia orgánica de 98.8% con valores medidos como DQO de 13.8 mg L⁻¹ y para remoción de color de 98.2% con valores de 15.1 UPt-Co. Finalmente, el tratamiento RBS+OE logró una degradación global de 96.0% para materia orgánica con valores en el efluente medidos como DQO de 89.8 mg L⁻¹ y una remoción de color de 97.2% con valores en el efluente de 56.1 UPt-Co. De esta manera los tratamientos de BRM+OE, muestran mejores resultados en el tratamiento de agua, y permite lograr una calidad del efluente adecuada para su reúso en los procesos de producción.

Abstract

This thesis was carried out with the objective of evaluating the removal of organic matter and color present in wastewater from a textile industry that processes cotton and stains using indigo blue and sulfurous dispersed black dyes.

The study was performed in the laboratory where a coupled system of aerobic biodegradation followed by an electrochemical oxidation was evaluated for the treatment of wastewater derived from a textile industry for its retrieval and reuse in the production processes. A membrane bioreactor (MBR) was used as the first biological system, which was operated for 222 days, starting with the biomass acclimatization by successive load increases. This phase lasted 50 days. Once the process was stabilized, the first phase was evaluated for 99 days with a feed flux of 5 L d^{-1} , a hydraulic residence time (HRT) of 24.6 hours, a solid retention time (SRT) of 11 days and a volumetric organic load (VOL) of $2.1 \text{ kg COD m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. Subsequently, the second phase was evaluated for 37 days, feeding the reactor with a flux of 9.8 L d^{-1} , a HRT of 12.5 hours, a SRT of 11 days and a VOL of $2.5 \text{ kg COD m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. For the third phase, the MBR was fed with a flux of 15.1 L d^{-1} for 36 days, a HRT of 7.9 hours, SRT of 10 days and a VOL of $3.6 \text{ kg COD m}^{-3} \text{ d}^{-1}$. The second biological system evaluated, consisted of two sequential biological reactors (SBR) which were operated in a single phase for 42 days with a cycle time of 24 hours, a SRT of 19 days and a VOL of $1.21 \text{ kg COD m}^{-3} \text{ d}^{-1}$.

During the first phase, the degradation percentages of organic matter measured as COD and the color removal in the MBR were 96.2% and 93.2%, respectively, with effluent values of 80 mg L^{-1} and 162 UPt-Co, respectively. During the second phase the removal was 95.3% and 91.7%, respectively, with permeate values of 60 mg L^{-1} and 99 UPt-Co. COD and color removal of 94.1% and 86.9% respectively, were obtained during the third phase with permeate values of 69 mg L^{-1} and 105 UPt-Co. The degradation percentages of organic matter measured as COD corresponding to the two MBR were 94% for reactor 1 (R1) and 95% for reactor 2 (R2), with clarification values of 134 mg L^{-1} and 103 mg L^{-1} , respectively, and for the color removal were 84% for R1 and 86% for R2, with clarification values of 311 UPt-Co and 276 UPt-Co.

The effluents from the biological systems were treated independently in an electrochemical oxidation reactor, since they presented different physicochemical features. Experiments were performed by applying a 3^2 factorial design and a composite central design with

three central points and four extreme levels. Also, they were carried out for each effluent of the three phases of the MBR and for the only phase of the SBR. The factors that were analyzed were the current intensity and the reaction time. According to Pareto's diagrams that were obtained from the factorial design made for every group of experiments, the current had a statistically significant effect on the removal of COD and color in phase 1 of the MBR. In phase 2, the current had a significant effect on the degradation of the organic matter, however, it had no significant effect on the color removal. Regarding the phase 3, none of the factors influenced the degradation of organic matter, nevertheless, they influenced the color removal, in which time had the highest. Finally, Pareto's diagram of the SR-R2 showed that none of the factors influenced the degradation of organic matter, as for color removal, the current was the factor with the highest significant effect.

Optimal operation conditions were obtained with the composite central design in order to achieve the highest percentage of the global degradation, thus, with MBR_{Phase1}+OE system, the percentages obtained for the global degradation of organic matter measured as COD and color removal were 98.4% and 99.9%, with effluent values of 33.5 mg L⁻¹ and 1.6 UP-Co, respectively. As for the MBR_{Phase2}+OE treatment, the global degradation of organic matter was 98.7% with values measured as COD in the effluent of 16.8 mg L⁻¹, and 99.9% for the color removal with effluent values of 1 UPt-Co. In MBR_{Phase3}+OE system, the percentages obtained for the degradation of organic matter were 98.8% with values measured as COD of 13.8 mg L⁻¹, and for color removal was 98.2% with values of 15.1 UPt-Co. Finally, SBR+OE treatment achieved a 96.0% of global degradation of organic matter with effluent values measured as COD of 89.8 mg L⁻¹, and a 97.2% for color removal with effluent values of 56.1 UPt-Co. Thus, MBR+OE treatments show better results for the treatment of water and allow to obtain an adequate quality of the effluent for its reuse in the production processes.

INTRODUCCIÓN

El tema del agua y su importancia es un tema que incluye a todos, sin embargo, no se le da la importancia necesaria, debido a que diariamente los cuerpos receptores, llámese ríos, lagos y/o mares, reciben una enorme cantidad de materia orgánica proveniente de descargas domésticas e industriales (CONAGUA, 2016b), donde éstas últimas son las que mayor contaminación aportan.

La industria textil es una de las industrias que mayor cantidad de agua utiliza para llevar a cabo todos los procesos de producción. Tan sólo para el tratamiento de algodón se utilizan 170 litros de agua por kilogramo (CONAGUA, 2007) entre el blanqueamiento y teñido del mismo. Si bien es cierto que muy pocas industrias se interesan por el tratamiento de sus aguas residuales, la industria textil no es una excepción, se tienen datos de que el 20% de los colorantes textiles utilizados en los diferentes procesos son descargados sin tener tratamiento alguno (Barakat, 2011). Este tipo de descargas no contienen únicamente colorantes, sino también está presente materia orgánica, productos de compleja estructura química, sólidos disueltos totales y metales pesados que los hacen poco o nada biodegradables (IPCC, 2003; Lu *et al.*, 2010, Ejder-Korucu *et al.*, 2015). Aunado a esto, existe un tipo de colorantes llamados “azo” que se encuentran asociados con la toxicidad al estar en contacto con ellos, por lo que incluso en casos extremos, puede provocar cáncer (Chavan, 2011). Es por esto la importancia de proponer alternativas de tratamiento que coadyuven a remover la contaminación en el agua a causa de este tipo de contaminantes. Para el caso específico de las aguas residuales provenientes de la industria textil, los tratamientos convencionales no son suficientes ni adecuados para mejorar la calidad de agua, por esta razón, la presente investigación tiene como objetivo remover materia orgánica y color en aguas residuales de la industria textil mediante un sistema acoplado constituido por dos tipos de tratamiento; el primero corresponde a una biodegradación aerobia en un reactor con membranas sumergidas, seguida por una oxidación electroquímica. Se propone este arreglo, debido a que los procesos biológicos no siempre son eficientes, sobre todo para remover los colorantes.

La razón de usar el primer tratamiento es porque combina la biodegradación aerobia de la materia orgánica y la separación de sólidos mediante membranas, ya sea de microfiltración o ultrafiltración, de esta manera la ventaja principal es que se obtiene una biomasa más concentrada, la cual puede permanecer en el reactor durante largos tiempos

de retención, incrementándose así la eficiencia del tratamiento, además de que se elimina la etapa de sedimentación (Hai *et al.*, 2014). Para comprobar su eficiencia, Salazar *et al.* (2009) compararon este sistema contra un tratamiento convencional de lodos activados y observaron una mayor remoción de materia orgánica en el tratamiento usando biorreactor con membranas, 22% más eficiente que el de lodos activados. Sin embargo, el uso de este tratamiento no asegura la remoción completa del colorante, por lo que se propone adicionar al tratamiento un proceso de oxidación electroquímica el cual, representa una alternativa sostenible para el tratamiento de una infinidad de sustancias difíciles de biodegradar por métodos convencionales, así como también para la destrucción de sustancias ambientalmente tóxicas (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b). Este método se ha utilizado recientemente para decolorar y degradar colorantes en soluciones acuosas (Atalay y Ersöz, 2015).

HIPÓTESIS

El acoplamiento de un sistema de biorreactor con membranas y un reactor de oxidación electroquímica logrará degradar la materia orgánica y remover el color en aguas residuales provenientes de la industria textil para su reúso en los procesos de producción.

OBJETIVOS

Objetivo general

Determinar la degradación de materia orgánica y remoción de color en aguas residuales de la industria textil mediante biodegradación aerobia en un reactor con membranas sumergidas seguida por oxidación electroquímica, con la finalidad de reutilizar el agua tratada dentro de la misma industria, cumpliendo con los parámetros de calidad requeridos.

Objetivos específicos

- Determinar los efectos del tiempo de residencia hidráulica, tiempo de retención de sólidos y de la carga orgánica sobre la degradación de materia orgánica en el BRM, seleccionando las mejores condiciones para su operación.
- Comparar la degradación de materia orgánica y remoción de color de un sistema BRM acoplado a un proceso electroquímico y un reactor biológico secuencial (RBS) acoplado a un proceso electroquímico.
- Determinar los efectos de la intensidad de corriente eléctrica y el tiempo de reacción sobre la remoción de color y materia orgánica en el sistema de oxidación electroquímica.
- Obtener los valores óptimos de la intensidad de corriente y del tiempo para lograr la máxima remoción de color y degradación de materia orgánica en el proceso de electro-oxidación.

Capítulo 1

MARCO TEÓRICO

1.1. La importancia del agua

Tal como lo señala el artículo 4° de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos (1917): "Toda persona tiene derecho al acceso, disposición y saneamiento de agua para consumo personal y doméstico en forma suficiente, salubre, aceptable y asequible." Por lo que es de suma importancia reconocer que la disponibilidad de agua depende del estado en que se encuentren los ecosistemas, hecho que va aunado a factores como el aumento poblacional, la sobreexplotación de los cuerpos subterráneos de agua y sobre todo la contaminación que se genera día a día. Para lograr un desarrollo sustentable es importante reconocer y preservar la calidad de agua.

Hoy en día, el tema de la importancia y conservación del agua es muy conocido, sin embargo, pocas veces se lleva a la práctica, adicionalmente a esto aumenta constantemente el consumo de agua, tan sólo en México, el Registro Público de Derechos de Agua (REPDa) a través de CONAGUA (2016a), en su reporte anual al 2015, se tiene registrado un volumen asignado de 85,664.2 miles de millones de m^3 año⁻¹, 9.5% más que en 2006, tal como se puede observar en la **Figura 1.1**.

Dicho volumen fue utilizado en cuatro sectores consuntivos: agrícola, abastecimiento público, industria autoabastecida y generación de energía eléctrica, excluyendo hidroelectricidad (uso no consuntivo). Lo anterior, proporciona una idea del uso desmedido que se le da al agua en México, aunado a esto, se tiene la generación de

aguas residuales que diariamente se vierten a ríos, lagunas y lagos, sin tener un tratamiento adecuado antes de llegar a dichos cuerpos receptores.

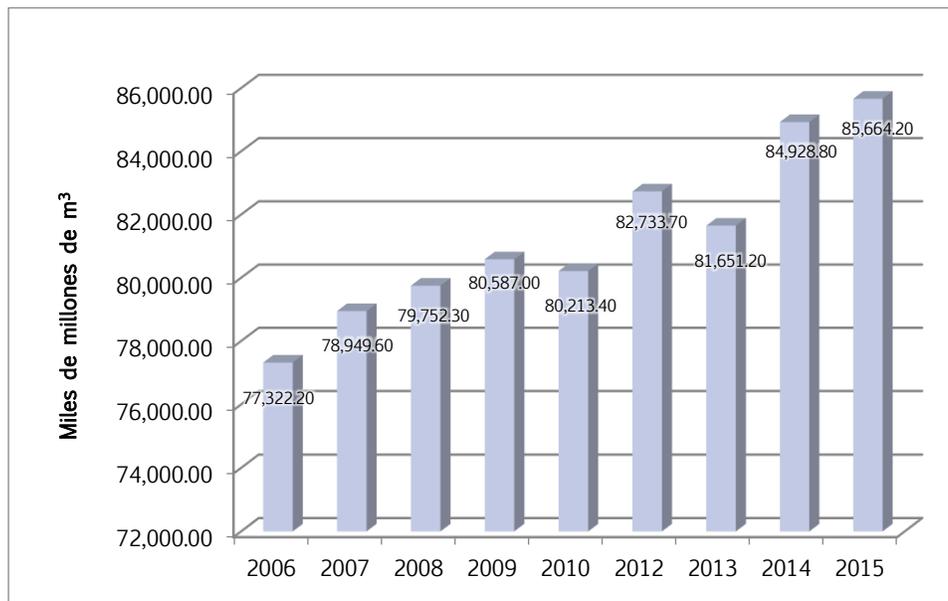


Figura 1.1 Evolución del volumen asignado al consumo del agua, 2006-2015 de acuerdo con CONAGUA (2016a)

Los datos más actuales que se tienen a través de la Subdirección General de Agua Potable, Drenaje y Saneamiento de CONAGUA (2016b), mencionan que en 2015 se generaron 10.15 millones de toneladas de materia orgánica (medida en DBO_5) contenida en descargas de aguas residuales no municipales (incluyendo al sector industrial). Sin embargo, de dicha cifra, únicamente se removieron 1.49 millones de toneladas de DBO_5 , tan sólo el 14.6% de toda la contaminación generada. Es importante recalcar que estos datos únicamente hacen referencia a la carga contaminante medida como DBO_5 , sin embargo, no se tienen datos sobre otros parámetros igual de importantes, como la DQO que proporciona un panorama más completo sobre la carga contaminante que se genera, sobre todo en el sector industrial, debido a que en las descargas no municipales predomina dicho sector.

1.2. El agua en la industria

El sector industrial comprende principalmente la transformación mecánica, física o química de materiales o sustancias con diversos fines tal como obtener productos nuevos, o lograr el acabado de otros productos manufacturados mediante diferentes procesos como teñido, tratamiento calorífico, enchapado y procesos similares (INEGI 2017). Por lo que para lograr dichos fines, se requiere el empleo del agua, de acuerdo a datos de la UNESCO (2017), el aumento del consumo de agua para la industria y la energía coincide, cada vez más, con un rápido desarrollo que transforma los patrones de uso del agua en las economías de mercado emergentes, no obstante, a pesar de que el volumen de agua utilizado por este sector es relativamente bajo, pues constituye menos de un 10%

del total de extracciones de agua, la industria ejerce una increíble presión sobre los recursos hídricos, debido a los impactos derivados de los vertidos de aguas residuales y de su potencial contaminante.

De acuerdo con datos de CONAGUA (2016a) presentados en la publicación de Estadísticas del Agua en México en su versión de 2016, se determinó que el uso industrial incrementó notablemente el volumen asignado (aguas subterráneas) del periodo 2006-2015, con un crecimiento del 51.4%. En la misma proporción incrementaron las cantidades de aguas residuales industriales. Sin embargo, es todavía muy bajo el porcentaje del agua residual industrial que recibe un tratamiento, de solo 29%, a pesar de que se han hecho esfuerzos de incrementar gradualmente la infraestructura de tratamiento, como esto se puede observar en la **Figura 1.2**.

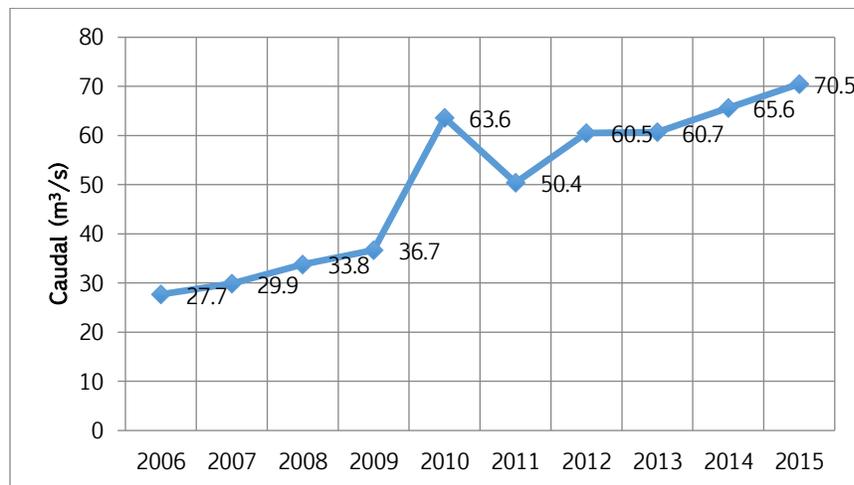


Figura 1.2. Caudal de aguas residuales industriales tratadas ($\text{m}^3 \text{min}^{-1}$) de acuerdo con CONAGUA (2016a)

1.3. La industria textil

La industria textil es una de las industrias que mayor cantidad de agua utiliza en sus procesos, debido a que es uno de sus principales insumos, por ejemplo, para el blanqueamiento de la tela se requieren aproximadamente 30 mil litros de agua por tonelada de algodón y para el teñido de la tela 140 mil litros por tonelada (CONAGUA, 2010). Sin embargo, cada material es diferente, y tal como lo señala Lockuán-Lavado (2012) en la industria textil se utilizan otras fibras además del algodón, como fibras sintéticas, las cuales, debido a sus diversas estructuras, presentan mayor área superficial, lo que las hace más adsorbentes y al mismo tiempo las conlleva a utilizar mayor cantidad de agua en el proceso de teñido.

En la industria textil, los colorantes son la principal razón por la que se consume una enorme cantidad de agua (Hollen *et al.*, 2002). Más de 700,000 toneladas de aproximadamente 10,000 tipos de colorantes y pigmentos se producen anualmente en todo el mundo (Carneiro *et al.*, 2007), de esta cantidad el 20% se descargan como

efluentes industriales durante el teñido y otros procesos sin tener un tratamiento previo (Barakat, 2011). En la **Tabla 1.1**, se muestran los consumos de agua promedio para los diferentes procesos en el acabado de algodón, mostrando que el mercerizado (tratamiento para el hilo y los tejidos de algodón que les otorga un acabado brillante), es el proceso en el que se utiliza una alta cantidad de agua en el acabado de algodón (Valh *et al.*, 2011).

Tabla 1.1. Consumo de agua para los procesos en húmedo en el acabado de algodón (Valh *et al.*, 2011)

| Proceso | Volumen de agua utilizado (litro/kg de algodón) |
|-------------|---|
| Desencolado | 3 - 9 |
| Descrude | 26 - 43 |
| Blanqueo | 3 - 124 |
| Mercerizado | 232 - 308 |
| Teñido | 8 - 300 |

Las aguas residuales generadas por la industria textil contienen grandes cantidades de materia orgánica, incluyendo colorantes y productos químicos (utilizados en las diferentes etapas del proceso), de compleja estructura química que los hace poco biodegradables (IPCC, 2003; Lu *et al.*, 2010), además de que su tratamiento es un problema muy serio debido a la presencia tan alta de sólidos disueltos totales (SDT) y de metales pesados tóxicos que se encuentran en dichos efluentes. Existen muchos procesos disponibles para la eliminación de colorantes mediante tecnologías de tratamiento convencionales que incluyen la oxidación biológica y química, la coagulación y la adsorción, sin embargo, no se pueden usar de manera efectiva individualmente (Ejder-Korucu *et al.*, 2015).

La demanda mundial de colorantes y pigmentos orgánicos prevé que aumente un 3.9% por año. Para que un teñido resulte económico, con material textil eficiente y sobre todo amigable con el medio ambiente, se deben tomar en cuenta algunos puntos importantes como son (Chattopadhyay, 2011):

- la selección de la clase de colorante;
- selección del método de teñido;
- pruebas de laboratorio para obtener tonos adecuados;
- la variación mínima de los parámetros del proceso para evitar la variación de lote a lote;
- el tratamiento posterior adecuado para obtener las propiedades de solidez máxima y
- los efectos ambientales de los colorantes y productos químicos que se utilizarán.

La calidad del agua usada en los procesos textiles es el primer aspecto para tener en cuenta. En cada caso se debe estudiar el pretratamiento necesario. Las exigencias van de un máximo para agua de teñido hasta un mínimo, por ejemplo, agua de lavado. En las **Tablas 1.2 y 1.3** se presenta la calidad que debe tener el agua en la industria textil para poder utilizarse en todos los procesos y en algunos de ellos de acuerdo con Valh *et al.*, (2011):

Tabla 1.2. Calidad adecuada para todos los procesos (Valh *et al.*, 2011)

| Parámetro | Agua fresca blanda | Efluente recirculado |
|------------------------------------|--------------------|----------------------|
| Color ^a (escala Pt) | No visible | No visible |
| DQO (mg L ⁻¹) | | 20 – 50 |
| pH (Unidades de pH) | 6.5 – 7.5 | 6.5 – 7.5 |
| Dureza total (mg L ⁻¹) | 50 ^b | 90 ^b |
| Cloruros (mg L ⁻¹) | 300 | 500 |
| Fe (mg L ⁻¹) | 0.05 | 0.1 |
| Cu (mg L ⁻¹) | 0.05 | 0.005 |
| Cr (mg L ⁻¹) | | 0.01 |
| Al (mg L ⁻¹) | | 0.02 |

^a Especificación sugerida para agua con absorbancia de color no visible en celdas de 10mm: 450nm, 0.02 – 0.04; 500nm, 0.02 – 0.05; 550nm, 0.01 – 0.03; 600nm, 0.01 – 0.02.

^b Medido como ppm de CaCO₃

Tabla 1.3. Calidad adecuada del agua para los procesos de lavado y lavado de equipo (Valh *et al.*, 2011)

| Parámetro | Procesos de lavado ^a | Lavado de equipo |
|---------------------------------------|---------------------------------|------------------|
| Color ^a (escala Pt) | No visible | No visible |
| DQO (mg L ⁻¹) | 200 | 500 – 2000 |
| pH | 7.0 – 8.0 | 6.5 – 8.0 |
| Dureza total (ppm CaCO ₃) | 100 | 100 |
| Cloruros (mg L ⁻¹) | 500 – 2000 | 3000 – 4000 |
| Fe (mg L ⁻¹) | 0.1 | 0.1 |
| Cu (mg L ⁻¹) | 0.05 | 0.005 |
| Cr (mg L ⁻¹) | 0.1 | 0.01 |

^a El lavado de aclarado final emplea agua de alta calidad

^b Especificación sugerida para agua con absorbancia de color no visible en celdas de 10mm: 450nm, 0.02 – 0.04; 500nm, 0.02 – 0.05; 550nm, 0.01 – 0.03; 600nm, 0.01 – 0.02.

1.4. Colorantes

Los colorantes textiles pueden ser clasificados de acuerdo con su aplicación a la fibra o por su constitución química. De acuerdo con su aplicación sobre las fibras, pueden ser ácidos, básicos, directos, mordientes y reactivos (Garzón, 2009). La segunda clasificación se hace con base en el grupo cromóforo principal que constituye el colorante: nitroso, nitro, azo, azoico, estibeno, diarilmetano (Index, 1971).

La descarga de estos contaminantes al medio ambiente provoca graves impactos ambientales. Cerca del 40% del total de colorantes existentes en el mercado son de tipo azo; además de ser los más comercializados (Robinson *et al.*, 2002) y empleados en este tipo de industria, se caracterizan por su grupo funcional cromóforo (responsable del color) que está representado por $-N=N-$, $-N=N-$ y $-N\equiv N-$. De acuerdo con el número de enlaces que contengan estos colorantes se pueden clasificar en monoazo, diazo y triazo (Cobos-Becerra 2013). El color de una molécula puede ser intensificado por otros grupos funcionales llamados auxocrómicos (CH₃, Cl, NH₂, OH, SH, Br) (Smith y Cristol, 1970), que además le dan afinidad a adherirse sobre las fibras (Marco, 1990).

Los colorantes con estructura tipo azo, están asociados con la toxicidad; como resultado, hay una prohibición de varios colorantes azoicos basados en aminas dañinas y estos colorantes han sido retirados del mercado. Los efectos tóxicos en humanos de algunos de los colorantes incluyen problemas respiratorios, sensibilización de la piel y, en casos extremos, provocan cáncer (Chavan, 2011).

A continuación, se presenta una clasificación de los diferentes colorantes que existen en la industria textil.

1.4.1. Colorantes directos

Estos tintes todavía se usan ampliamente para teñir el algodón debido a su facilidad de aplicación, amplia gama de colores y costo relativamente bajo (Clark, 2011)

El grupo cromóforo de colorantes directos incluye azo, estibeno, oxazina y ftalocianina, con algunos colorantes azoicos complejos de tiazol y cobre. La mayoría de los colorantes directos pertenecen a la clase azo. Un ejemplo de un colorante directo monoazoico es rojo directo 14 (Figura 1.3). Los colorantes directos tienen una gran sustentividad y se ven influidos por diversos parámetros de teñido, tales como la temperatura, la concentración de electrolito, etc. Hoy en día existen en el mercado colorantes directos ecológicos con una excelente resistencia al lavado y a la luz (Chattopadhyay, 2011).

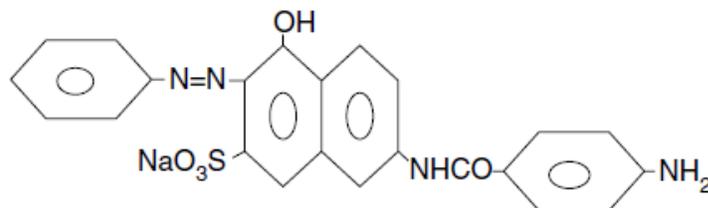


Figura 1.3. Colorante rojo directo 14 (Chattopadhyay, 2011)

1.4.2. Colorantes reactivos

Los colorantes reactivos se caracterizan por tener colores brillantes y por las excelentes propiedades de solidez. Son colorantes aniónicos solubles en agua y varias formas físicas de estos colorantes están disponibles tales como gránulos, polvos terminados y soluciones acuosas altamente concentradas, mientras que en el pasado los colorantes se comercializaban principalmente como polvos. La mayoría de los colorantes reactivos son químicamente de la clase azo, aunque los colorantes reactivos a base de antraquinona también están disponibles. Los materiales textiles que utilizan colorantes reactivos tienen buena solidez al lavado y a la luz. La estructura química general de estos se muestra en la Figura 1.4 (Chattopadhyay, 2011).

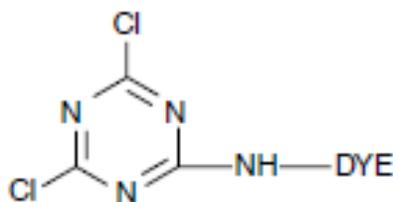


Figura 1.4. Estructura general del colorante reactivo (Chattopadhyay, 2011)

1.4.3. Colorantes dispersos

La mayoría de los colorantes amarillo, naranja, rojo, marrón y negro pertenecen a este grupo. En la Figura 1.5 se muestra un ejemplo de este tipo de colorante. Los colorantes dispersos monoazoicos son fáciles de fabricar y están disponibles a un costo relativamente económico (Chattopadhyay, 2011). En la actualidad, se están realizando esfuerzos para crear colorantes sin dispersante a fin de minimizar la contaminación causada por el teñido de colorantes dispersos sobre poliéster y otros sustratos (Gulrajani, 2011).

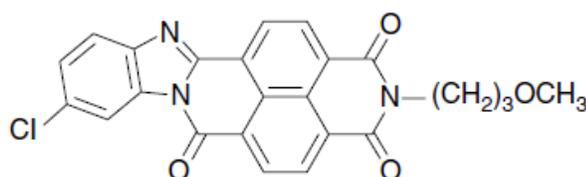


Figura 1.5. Amarillo disperso 58 (Chattopadhyay, 2011)

1.4.4. Colorantes básicos

Los colorantes catiónicos (o básicos) son solubles en agua, se presentan como cationes coloreados en solución, y se aplican al papel, poliacrilonitrilo, nylon modificado y poliésteres modificados. Su uso original era para la seda, la lana y el algodón cuando el brillo de la sombra era más importante que la solidez a la luz y el lavado. Algunos colorantes básicos muestran actividad biológica y se usan en medicina como antisépticos (Ejder-Korucu *et al.*, 2015).

1.4.5. Colorantes ácidos

Los colorantes ácidos (Figura 1.6) se usan generalmente para teñir proteína natural (lana y seda), poliamida sintética (nylon) y en pequeña medida acrílicos y mezclas de estas fibras. Se llaman así porque se aplican a estas fibras del baño de colorante en condiciones ácidas o neutras. Los colorantes de cromo también se consideran colorantes ácidos. Los pesos moleculares de los colorantes ácidos oscilan entre 200 y 900 (Chattopadhyay, 2011). Los colorantes ácidos se obtienen de muchos sistemas cromóforos diferentes tales como; azoicos sulfonados y antraquinona (Sekar, 2011). También se

utilizan en cierta medida para papel, cuero, impresión de inyección de tinta, alimentos y cosméticos (Ejder-Korucu *et al.*, 2015).

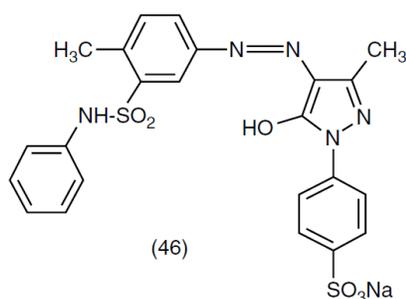


Figura 1.6. Amarillo ácido 25 (Chattopadhyay, 2011)

1.4.6. Colorantes mordientes

Esta clase de tinte se clasifica como colorantes “Mordant” en Color Index, pero el cromo se ha convertido en el mordiente utilizado casi universalmente y la clase se conoce comúnmente como colorantes de cromo. Desde un punto de vista químico, pueden considerarse colorantes ácidos que contienen grupos funcionales adecuados capaces de formar complejos de metal con cromo. No contienen cromo en su molécula, que en cambio se agrega como dicromato o sal de cromato durante o después del teñido para permitir la fijación del colorante. Los colorantes mordientes se usan generalmente para fibras de proteína (lana y seda). Los principales problemas ambientales son la toxicidad humana durante el manejo y la contaminación del efluente por las sales tóxicas de cromo utilizadas después del teñido (Chavan, 2011).

1.4.7. Colorantes índigos

El colorante índigo es un compuesto orgánico con un color azul, representa uno de los colorantes orgánicos más antiguos que se conocen. Se utiliza por lo general para teñir algodón. En su estructura molecular está presente un núcleo de índigo con grupos auxocromos, hidroxilos y/o sulfónicos y sustituyentes amino, halogenado, entre otros. La síntesis de otros compuestos “indigoides” también es importante en ramas como la medicina, semiconductores y cosméticos, pero principalmente su uso se dirige a productos textiles. En la Figura 1.7. se muestra un ejemplo de este tipo de colorante (Gürses, *et al.*, 2016).

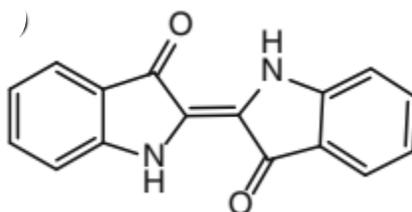


Figura 1.7. Estructura química del colorante índigo (Gürses, *et al.*, 2016)

1.5. Tratamiento de aguas residuales

El tratamiento de aguas residuales industriales ha adquirido una creciente importancia por varias razones; en primer lugar la demanda de calidad en procesos productivos ha ido en aumento, exigiendo tratamientos más complejos; en segundo lugar la calidad de muchos suministros de agua potable ha empeorado con el paso del tiempo y en tercer lugar y no por eso menos importante, ha adquirido importancia debido a la creciente presión de la legislación en cuestiones de medio ambiente, lo que ha obligado a replantear procesos industriales disminuyendo los consumos de agua, analizar las posibilidades de recuperación de agua y tratar las aguas residuales contaminadas antes de su vertido (Lapeña, 1989).

Así de acuerdo con los objetivos de tratamiento para un proyecto específico, y revisadas las reglamentaciones estatales y federales aplicables, el grado de tratamiento puede determinarse comparando las características del agua residual cruda con las exigencias requeridas en el efluente. La clasificación de operaciones y procesos que se propone en Metcalf y Eddy (2003) para el tratamiento de aguas residuales ha considerado lo siguiente:

- Operaciones físicas unitarias. Son aquellos métodos de tratamiento en los cuales predomina la aplicación de fuerzas físicas, dado que estas operaciones fueron originalmente derivadas de observaciones de la naturaleza, constituyen los primeros métodos de tratamiento utilizados. Las operaciones unitarias comúnmente utilizadas son: desbaste, homogeneización, mezclado, floculación, sedimentación, flotación y filtración.
- Procesos químicos unitarios. Son los métodos de tratamiento en los cuales la eliminación o conversión de los contaminantes es provocado por la adición de productos químicos o por otras reacciones químicas, por ejemplo, precipitación química, transferencia de gases, adsorción, desinfección, decloración, desinfección con ozono.
- Procesos biológicos unitarios. Son los métodos de tratamiento en los cuales se consigue la eliminación de los contaminantes por una actividad biológica, dicho tratamiento se utiliza para eliminar sustancias orgánicas biodegradables (coloidales o disueltas) presentes en el agua residual, por ejemplo, procesos aerobios, procesos anóxicos, procesos anaerobios.

Las operaciones y procesos unitarios se agrupan conjuntamente para constituir lo que se conoce como tratamiento primario, secundario y terciario. El primario se refiere a operaciones físicas unitarias; el secundario a procesos químicos y biológicos, y el terciario (o avanzado) a una combinación de los tres procesos (físicos, químicos y biológicos) Metcalf-Eddy (2003). Por lo que a continuación se detallan el tratamiento secundario y terciario, mismos que serán de interés en la presente investigación.

1.5.1. Tratamiento secundario

Tal como se mencionó anteriormente, el tratamiento secundario, está dirigido tanto a la remoción de materia orgánica biodegradable en estado disuelto y coloidal, como de los sólidos en suspensión en los biorreactores. En el caso de las aguas residuales industriales, en el agua residual pueden estar presentes compuestos tóxicos, por lo cual en muchas ocasiones es necesario añadir pretratamiento para su degradación para evitar la pérdida de biomasa en los reactores por intoxicación.

Entre los sistemas tradicionales utilizados en los tratamientos secundarios se encuentran: lodos activados, lagunas aireadas, filtros percoladores, biodiscos, lagunas facultativas (Metcalf y Eddy, 2003), por mencionar algunos, sin embargo, existen otro tipo de tecnologías las cuales se emplean para remover contaminantes, como los colorantes, los cuales no se logran eliminar con tratamientos convencionales.

1.5.1.1. Degradación aerobia y anaerobia de colorantes textiles

Aerobio significa en presencia de oxígeno; mientras que anaerobio significa en ausencia de oxígeno. Estos dos términos están directamente relacionados con el tipo de bacterias o microorganismos que están involucrados en la degradación de impurezas orgánicas en un agua residual dada y las condiciones de operación del biorreactor. Por lo tanto, los procesos de tratamiento aeróbico tienen lugar en presencia de aire y utilizan microorganismos llamados aerobios, los cuales utilizan oxígeno molecular para la asimilación de impurezas orgánicas, que se convierten en dióxido de carbono, agua y biomasa. Por otro lado, los procesos de tratamiento anaerobio ocurren en ausencia de aire (es decir, oxígeno molecular) por parte de microorganismos llamados anaerobios que no requieren aire para la asimilación de impurezas orgánicas. Los productos finales de la asimilación orgánica en el tratamiento anaerobio son el metano y el dióxido de carbono y la biomasa (Metcalf y Eddy, 2003).

Ejder-Korucu *et al.* (2015) mencionan que los tratamientos anaerobios y aeróbicos se han usado juntos o por separado para el tratamiento de efluentes textiles, sin embargo, el tratamiento aeróbico no es efectivo en la eliminación del color de las aguas residuales textiles que contienen colorantes azoicos. Los procesos biológicos convencionales no son efectivos para el tratamiento de las aguas residuales con colorantes porque muchos colorantes comerciales son tóxicos para la biomasa que se utiliza y dan como resultado problemas en la separación de la biomasa mediante sedimentación por problemas de la baja densidad y flotación de los flóculos biológicos. Debido a la baja biodegradabilidad de muchos productos químicos y colorantes textiles, el tratamiento biológico no siempre es eficaz para las aguas residuales de la industria textil. Por lo que se han implementado tecnologías acopladas para remover dichos contaminantes, algunos ejemplos mencionados por Anglada *et al.* (2009) son electrooxidación + biológico, biológico + electrooxidación, BRM + electrooxidación, BRM+ósmosis inversa + electrooxidación, coagulación química + electrooxidación + BRM y electroenzimático + electrooxidación. La mayoría de los efluentes textiles y otros efluentes de tinte se producen a temperaturas relativamente

altas y, por lo tanto, la temperatura será un factor importante en la aplicación real de tratamientos biológicos.

1.5.1.2. Tecnologías de tratamiento secundario para tratamiento de aguas residuales con colorantes textiles

A continuación, se mencionan algunos trabajos de investigación realizados para remover diferentes colorantes textiles. Mejía-López (2014) reporta que el colorante tipo azo Negro Terasil SRL, proveniente de una industria textil productora de hilos, fue removido usando biofiltros empacados con material carbonoso (turba) e inoculados con la cepa bacteriana *Pleurotus ostreatus*, logrando una degradación de 50% para color y 56.7% para materia orgánica.

Otro trabajo sobre remoción de color utilizando tecnologías biológicas, fue realizado por Miranda-Mandujano (2009), quien evaluó la degradación del colorante diazo azul negro directo en agua sintética preparada (colorante y agua residual real), la degradación fue mediante dos procesos biológicos y un proceso fisicoquímico: 1) reactor discontinuo secuenciado, alternando fases de no aireación/aireación (24/24 horas) logrando una degradación de materia orgánica del 91% y 88% de remoción del colorante azul negro directo; 2) reactor de lodos activados con TRH de 24 h, logrando una degradación máxima del 80% para materia orgánica y 70% para la remoción de colorante; 3) reactor donde se efectuaron reacciones de adsorción-sedimentación durante 76 min, la degradación de materia orgánica fue en promedio 98% y la remoción de color fue de 99%

Ahora bien, Cobos-Becerra (2013) degradó colorante azo azul directo 2 (colorante utilizado en la empresa Yucolor-CIVAC, Morelos), empleando dos filtros biológicos con películas fijas: anaerobio y aerobio, teniendo mayores remociones de color al aumentar la carga orgánica, obteniendo un 61% para el anaerobio y 58% para el aerobio, cabe resaltar que en esta prueba se utilizó agua residual sintética. No obstante, se realizaron pruebas de degradación suprimiendo la adición de agua residual sintética, teniendo remociones únicamente del 36% y 39% para cada reactor (anaerobio y aerobio), por lo cual se concluyó que las mejores remociones se obtuvieron en presencia de cosustrato.

De la misma manera Vargas-Espinoza (2015) utilizó dos métodos enzimáticos (con enzimas peroxidasas) para el tratamiento del colorante azul directo 2, el cual fue analizado preparando una solución contaminada artificialmente, logrando una decoloración del 97% a un pH de 3.5 y temperatura de 50°C. Se evaluó la toxicidad del agua y resultó que el agua tratada era tóxica, lo cual se atribuyó a la formación de aminas aromáticas, por lo que la recomendación del autor es utilizar métodos convencionales posteriores al tratamiento enzimático.

Así mismo, cabe resaltar el trabajo realizado por Salazar-Gómez *et al.* (2009), quienes evaluaron el proceso en un biorreactor con membranas (BRM) a escala piloto para el tratamiento de efluentes textiles y los resultados indicaron que el BRM removió 82-92%

de la materia orgánica medida como DQO y 95% de los sólidos suspendidos totales (SST), sin embargo, la degradación del color fue de solo 69%.

El resumen de las tecnologías descritas anteriormente, se presentan en la **Tabla 1.4** y en la **Figura 1.8**, se presentan los porcentajes de degradación para la materia orgánica medida como DQO mostrando que el BRM es la tecnología más prometedora en referencia a la degradación de materia orgánica, no así, para el caso del color, siendo los reactores enzimáticos los que logran una mayor degradación de este.

Por lo anterior, en la presente investigación se abordará el tratamiento mediante biorreactor con membranas, acoplándolo con un proceso de oxidación avanzada (oxidación electroquímica) como pos-tratamiento para lograr una mayor degradación del color.

Tabla 1.4. Resumen de tecnologías usadas para el tratamiento de aguas residuales industriales

| Tecnología | Degradación (%) | | Tipo de agua | Referencia |
|---------------------------------|------------------|-------|----------------|------------------------------|
| | Materia orgánica | Color | | |
| Biofiltros empacados | 56 | 50 | Agua real | Mejía-López (2014) |
| Reactor discontinuo secuenciado | 91 | 88 | Agua sintética | Miranda-Mandujano (2009) |
| Lodos activados por lotes | 80 | 70 | Agua sintética | Miranda-Mandujano (2009) |
| Filtros biológicos | N.D | 59.5 | Agua sintética | Cobos-Becerra (2013) |
| Filtros biológicos | N.D | 37 | Agua real | Cobos-Becerra (2013) |
| Reactores enzimáticos | ND. | 97 | Agua sintética | Vargas-Espinoza (2015) |
| BRM | 92 | 69 | Agua sintética | Salazar <i>et al.</i> (2009) |

N.D. No determinado

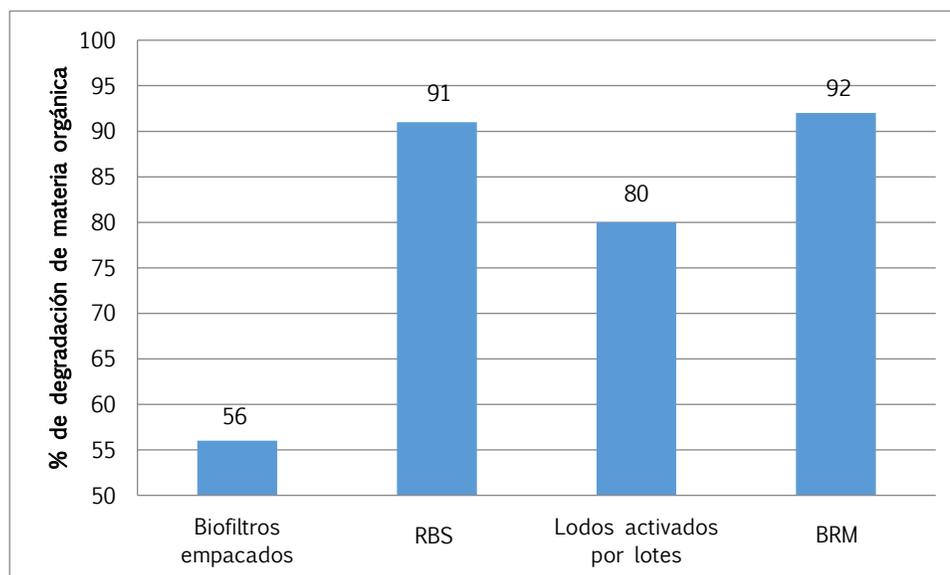


Figura 1.8. Tecnologías empleadas para el tratamiento de aguas residuales industriales

1.5.1.3. Biorreactor con membranas

Los procesos de biorreactor con membranas (BRM) son una de las aplicaciones comerciales más exitosas de la tecnología de membranas. El conocimiento sobre los reactores BRM se ha expandido rápidamente, sin embargo, la brecha entre la investigación académica y la industria ha sido notable, debido a que las situaciones reales de la industria no son del todo compartidas, lo que da como resultado que la información disponible sea limitada (Yoon 2015; Hai *et al.*, 2014).

Según el lugar donde se produce el rechazo de partículas, la filtración puede clasificarse como filtración superficial o filtración en profundidad. En el caso de la primera, las partículas son rechazadas por la superficie del filtro, así cualquier partícula más grande del tamaño de poro será rechazada. Debido a que las partículas se acumulan en espacios bidimensionales en la superficie del filtro, la capacidad de retención de partículas en este primer tipo de filtro, generalmente es baja. Por lo que, para controlar la deposición de partículas, es necesario aplicar métodos que la eviten, algunos de ellos son el contraflujo o la aireación, ya que, al no controlar dicha deposición, afectará de forma negativa la eficiencia de la membrana. En la filtración de superficie, las partículas no se pierden en la profundidad del filtro a diferencia de la filtración en profundidad, esta característica es beneficiosa para recuperar materiales valiosos del agua de alimentación, en caso de ser de interés. Las membranas de microfiltración (MF)/ultrafiltración (UF)/ósmosis inversa (RO), son ejemplos de filtros de superficie (Yoon, 2015).

Los filtros de profundidad consisten en una matriz de fibras o partículas orientadas aleatoriamente con trayectorias de agua turbulenta. Las partículas se introducen en un medio semejante a un laberinto donde son capturadas por el medio filtrante. Sin embargo, algunas pueden pasar el filtro antes de que esto ocurra. En general, la calidad del filtrado no es tan buena como la de los filtros de superficie. La filtración superficial puede ocurrir simultáneamente si las partículas grandes son capturadas por la superficie del filtro y la entrada de partículas al medio filtrante es interrumpida por la capa de torta. Los filtros de cartucho, filtros de arena, filtros multimedia y la mayoría de los filtros de aire entran en esta categoría (Yoon, 2015).

La filtración de superficie se puede dividir en filtración de flujo cruzado y filtración sin salida dependiendo de la existencia de turbulencia en la superficie del filtro, como se muestra en la **Figura 1.9**. Generalmente, el modo de filtración de flujo cruzado se usa para agua con gran cantidad de sólidos suspendidos totales (SST), mientras que el modo de filtración sin salida es para agua con bajo SST (Semmens, 2005, Yoon, 2015).

La mayoría de las filtraciones de aguas residuales se basan en la filtración de flujo cruzado. En la filtración sin salida, la alimentación se empuja a través del medio filtrante sin flujo cruzado. Para lograr una buena operación, es necesario eliminar los sólidos acumulados, por lo que el filtro debe ser reemplazado o retrolavado periódicamente. La filtración sin salida puede ser energéticamente eficiente debido a la falta de flujo cruzado, pero está propensa a pérdidas de rendimiento debido a la acumulación de sólidos. Por

lo tanto, los modos de filtración sin salida son principalmente para agua con baja concentración de SST (Pellegrin *et al.*, 2015).

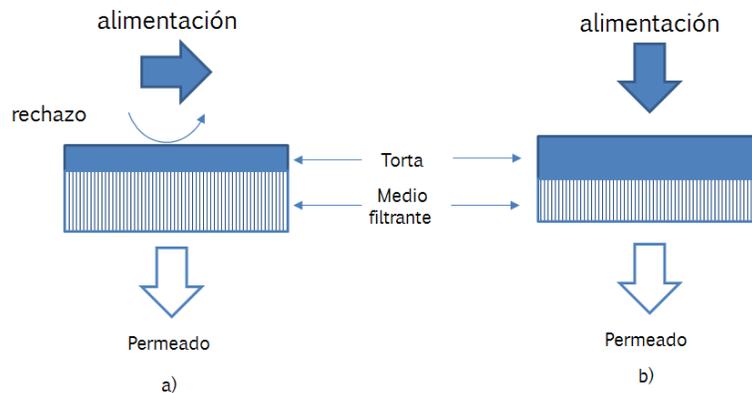


Figura 1.9. Filtración de flujo cruzado (a) y filtración sin salida (b). Adaptado de Yoon (2015)

De acuerdo con una recopilación realizada por Yoon (2015), se llegó a la conclusión que los tamaños de poro no son un factor crítico que afecte la calidad del permeado en la mayoría de los procesos de membrana porosa, en términos de Demanda Química de Oxígeno (DQO), Carbono Orgánico Total (TOC), turbidez, etc. De la misma manera, en el caso de las membranas sumergidas, el flujo de diseño y operación no es función del tamaño de poro de las membranas, a pesar de la gran diferencia entre los tamaños de poro en el rango de 0.03 a 0.45 μm . Sin embargo, la permeabilidad de las membranas sí depende del tamaño del poro.

Debido a que las partículas en el agua de alimentación solo tienen contacto con la capa de la torta, la superficie inicial de la membrana no tiene mucha influencia en la filtración. El tamaño de poro que se forma en la capa de torta es influenciado por las partículas en el agua de alimentación (Semmens, 2005). La capa de torta formada en la superficie de la membrana se denomina "membrana dinámica" que puede eliminarse durante la limpieza de esta. Normalmente puede rechazar la mayoría de los coloides, como bacterias y virus de células individuales en BRM y filtración de agua superficial, pero puede no rechazar de manera eficiente biomoléculas pequeñas quizás de menos de 100 a 300 kDa porque la capa de torta puede proporcionar espacios lo suficientemente grandes para pasarlas dependiendo de su capacidad de unión (Hai *et al.*, 2014).

La calidad del permeado en membranas MF/UF rara vez se ve afectada por la integridad de la membrana, por ejemplo, si se forma un agujero de alfiler en una membrana, la velocidad del flujo de agua al área dañada aumenta enormemente y transporta más sólidos al área, por lo que gradualmente se tapan los orificios, formando una capa de torta densa que funciona como una membrana dinámica (Yoon, 2015).

En las membranas de fibras huecas, la película de la membrana se puede desprender por daños mecánicos y químicos. Sin embargo, los daños moderados se pueden reparar

por sí solos, por lo que no afectan la calidad del permeado, debido a que los poros grandes se tapan fácilmente por los sólidos (Hai *et al.*, 2014, Yoon 2015.). Los módulos de membrana sumergida tienen una capa de tela tejida o no tejida debajo de la membrana y, por lo tanto, los daños moderados en la membrana apenas deterioran la calidad del permeado. Si se desarrollan agujeros en la capa de la membrana, la eliminación de los sólidos puede verse afectada en cierta medida, pero puede recuperarse dependiendo de la condición. De manera similar, si las fibras huecas se cortan durante la filtración, éstas se taponean con sólidos y el efecto sobre la calidad del permeado es temporal. En ciertas aplicaciones, se forma una capa de torta con una alta permeabilidad al comienzo del ciclo de filtración y puede actuar como una barrera contra la deposición de partículas más finas (Semmens, 2005).

El biorreactor con membranas (Figura 1.10), combina el tratamiento biológico con una filtración usando membranas de separación (microfiltración o ultrafiltración), en donde los sólidos (flóculos biológicos) se separan del agua por medio de una membrana en lugar de un sedimentador, el efluente tratado atraviesa la membrana y se extrae en forma de permeado (efluente libre de sólidos suspendidos), mientras que el lodo se acumula en la zona externa de la membrana de donde se extrae periódicamente dependiendo del tiempo de retención de sólidos seleccionado para el reactor (Hernández, 2014, Estrada-Arriaga *et al.*, 2013).

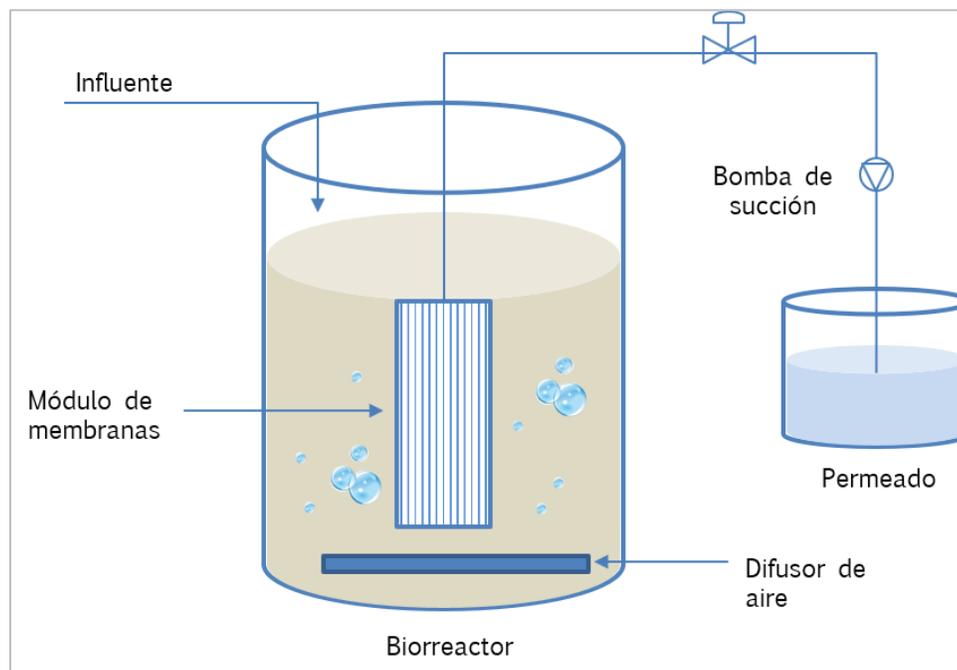


Figura 1.10. Diagrama de un bioreactor con membrana

El flux, es la cantidad de agua que pasa a través de una determinada área unitaria de membrana por unidad de tiempo. La presión transmembrana se puede calcular mediante presión diferencial a través de la membrana y la permeabilidad se calcula dividiendo el flux instantáneo sobre la presión transmembrana. Los fabricantes pueden ofrecer gráficos

que muestran la relación entre la permeabilidad de la membrana y la presión y/o flujo transmembrana para calibrar el sistema (Chakraborty *et al.*, 2003). Sin embargo, los datos experimentales pueden variar por la diferencia en las condiciones de prueba, principalmente debido a:

- Condiciones operativas (por ejemplo, variación de temperatura y pH, carga orgánica, etc.).
- Zonas muertas (áreas de membranas no utilizadas debido a la circulación obstaculizada) debido a la densidad de empaquetamiento y las configuraciones de la membrana.
- Efluente durante el retrolavado y la limpieza de la membrana.
- Deterioro de la membrana con el tiempo.
- Daños físicos.

Las grandes ventajas que ofrece este arreglo con membranas es que se obtiene una biomasa más concentrada, la cual puede permanecer en el reactor durante largos tiempos de retención, incrementándose así la eficiencia del tratamiento, además de que se elimina la etapa de sedimentación (Hai *et al.*, 2014). La superficie específica de las membranas varía de 150 a 334 m² m⁻³ para diferentes diseños, como se muestra en la **Tabla 1.5** obtenida de Metcalf y Eddy (2003). De igual manera los parámetros de operación típicos en los biorreactores con membrana de acuerdo con Stephenson *et al.* (2000) se muestran en la **Tabla 1.6**.

En la práctica de tratamiento de efluentes de la industria textil es frecuente el uso de sistemas de lodos activados, sin embargo en 2009, Salazar *et al.* evaluaron comparativamente el proceso de lodos activados y un BRM a escala piloto para el tratamiento de efluentes textiles y los resultados indicaron que el BRM removió 82-92% de la materia orgánica medida como DQO y 95% de los sólidos suspensión totales (SST), mientras que el proceso de lodos activados removió 54-70% de la DQO y 32-43% de SST, por lo que se demostró que el BRM es 22% más eficiente en la eliminación de materia orgánica en comparación con el proceso de lodos activados.

Los biorreactores de membrana que implementan microorganismos especiales de remoción de colorantes y que implican la adición simultánea de adsorbente en BRM pueden aparecer como potenciales contendientes entre los procesos actuales de tratamiento de aguas residuales con colorantes (Hai *et al.*, 2007). La tecnología BRM también se puede combinar con instalaciones de oxidación avanzadas. La selección específica del caso de la tecnología híbrida apropiada es la clave para un sistema factible.

Tabla 1.5. Características de diseño y operación de varios sistemas de BRM (Metcalf y Eddy 2003)

| Fabricante | GE Zenon | Kubota | Mitsubishi | Siemens | Huber |
|---|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|--------------------------------------|
| Membrana | Fibra hueca | Mamparas | Fibra hueca | Fibra hueca | Mamparas |
| Tamaño de poro (μm) | 0.04 | 0.4 | 0.04 | 0.04 | 0.04 |
| Tipo de filtración | UF | MF | UF | UF | UF |
| Configuración | Vertical | Vertical | Horizontal | Vertical | Discos Rotatorios |
| Área específica de superficie, $\text{m}^2 \text{m}^{-3}$ | 300 | 150 | 333 | 334 | 160 |
| Ubicación | Un solo reactor o separado | Un solo reactor o separado | En todo | Celdas separadas | Un solo reactor o separado en celdas |
| Operacional TMP, kPa | 3 a 14 | 14 a 55 | 3 a 14 | 3 a 14 | 14 a 55 |
| Control de incrustaciones | | | | | |
| Pretratamiento cribado, mm | 1 a 2 | ≤ 3 | 1 a 2 | 1 a 2 | ≤ 3 |
| Purga de aire | | | | | |
| Tipo | Grueso | Grueso | Grueso | Aireación tipo jet | Grueso |
| Aire on/off, seg seg^{-1} | 10/10a | Constante | Constante | Constante | Constante |
| Permeado on/off, min min^{-1} | 9.5/0.5 | 9/1 | 9/1 | 9/1 | Constante |
| Recirculación de Permeado | Si | No | Si | Si | No |
| Recirculación química (cloro) | 1-2 semana ⁻¹ | ninguna | ninguna | 1-2/semana | ninguna |
| Recirculación de ácido cítrico | 1 semana ⁻¹ | ninguna | ninguna | ninguna | ninguna |
| Frecuencia de limpieza | | | | | |
| Frecuencia por año | 2 a 3 | 2 a 3 | 3 a 4 | 3 a 4 | Cuando se necesite |
| Aislado de células | Drenado | En el lugar | En el lugar | Drenado | En el lugar |
| Aplicación | remojado | retrolavado | retrolavado | remojado | retrolavado |
| Químicos | Hipoclorito y ácido cítrico |

Tabla 1.6 Parámetros de operación en los biorreactores con membrana (Stephenson *et al.*, 2000)

| | Parámetro | Unidades | Rango |
|--------------------------|----------------------------|---|--------------|
| Condiciones de operación | Carga orgánica volumétrica | kg DQO m ⁻³ d ⁻¹ | 1.2-3.2 |
| | SSTLM | mg L ⁻¹ | 5,000-20,000 |
| | SSVLM | mg L ⁻¹ | 4,000-16,000 |
| | A/M | g DQO g ⁻¹ SSVLM d ⁻¹ | 0.1-0.4 |
| | TRS | Día | 5-20 |
| | TRH | Hora | 4-6 |
| | Flux | L m ⁻² d ⁻¹ | 600-1100 |
| | Presión de succión | kPa | 4-35 |
| Parámetros de desempeño | OD | mg L ⁻¹ | 0.5-1.0 |
| | DBO efluente | mg L ⁻¹ | < 5 |
| | DQO efluente | mg L ⁻¹ | < 30 |
| | N-NH ₄ efluente | mg L ⁻¹ | < 1 |
| | NT efluente | mg L ⁻¹ | < 10 |
| | Turbiedad efluente | UNT | < 1 |

1.5.2. Tratamiento terciario o avanzado

Ahora bien, los procesos llamados “procesos avanzados de oxidación” (o también llamados AOP por sus siglas en inglés *Advanced Oxidation Process*) se basan en procesos fisicoquímicos capaces de producir cambios profundos en la estructura química de los contaminantes (García-Montaña *et al.*, 2006).

Los procesos biológicos convencionales no siempre proporcionan resultados satisfactorios, especialmente para el tratamiento de aguas residuales industriales, ya que muchas de las sustancias orgánicas producidas por la industria química son tóxicas o resistentes al tratamiento biológico (Oller *et al.*, 2011). Por lo que debido a que las aguas residuales y algunas fuentes de agua pueden contener compuestos orgánicos solubles y además tóxicos, es necesaria su degradación y/o transformación para evitar daños al medio ambiente, para lo cual se utilizan oxidantes convencionales, como el cloro, oxígeno, peróxido de hidrógeno (Treviño Resendez, 2015), por mencionar algunos. Mismos que son selectivos en cuanto a los compuestos que puedan degradar, no así, los AOP que son procesos que degradan los contaminantes orgánicos formando radicales hidroxilo que son altamente reactivos y no selectivos (Oller *et al.*, 2011).

Los AOP se definen como aquellos procesos que involucran la generación y uso de especies transitorias poderosas, principalmente el radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$) (García-Montaña *et al.*, 2006), el cual puede ser generado por medios fotoquímicos o por otras formas de energía y posee además una alta efectividad para la oxidación de materia orgánica (Chong *et al.*, 2010). Por esta razón se consideran las tecnologías más innovadoras de tratamiento de agua.

Los AOP se clasifican en dos tipos: procesos fotoquímicos y no fotoquímicos, estos últimos se refieren al conjunto de reacciones químicas que ocurren por la influencia de energía diferente a energía radiante como, por ejemplo, la electricidad (Chong *et al.*, 2010). Por lo que, en la subclasificación de estos, se encuentra la electroquímica, que tiene como objeto de estudio el diseño y la operación de los equipos y procesos en los que se produce conversión entre energía química y eléctrica

El tratamiento biológico es uno de los procesos más económicos y se utiliza para la eliminación de contaminantes orgánicos "fácilmente degradables" presentes en las aguas residuales. La situación es completamente diferente cuando las aguas residuales contienen contaminantes orgánicos tóxicos y resistentes al tratamiento biológico. Una posibilidad interesante es usar un proceso electroquímico, en el cual el objetivo puede ser aumentar la biodegradabilidad de la materia orgánica en el agua residual, disminuir la toxicidad del agua o mineralizar completamente todos los contaminantes orgánicos (Kapałka *et al.*, 2010).

Los AOP se han considerado como una alternativa prometedora para tratar las aguas residuales que contienen residuos de colorantes, debido a la presencia de los ya mencionados radicales hidroxilos, que promueven la destrucción del contaminante objetivo hasta la mineralización (Atalay y Ersöz, 2015).

1.5.2.1. Electroquímica

La electroquímica de acuerdo con Lefrou *et al.* (2014), es una ciencia que analiza y describe las transformaciones de la materia en la escala atómica mediante cambios de carga electrónica que pueden controlarse mediante dispositivos eléctricos. Tales transformaciones se llaman reacciones de oxidación-reducción. Por lo tanto, es una cuestión de controlar las reacciones de oxidación-reducción con una corriente eléctrica o con un voltaje.

En una reacción de oxidación/reducción, los electrones se transfieren de un reactivo a otro, lo que provoca la transformación de la materia a través de cambios de electrones a nivel atómico. Una sustancia que tiene una fuerte afinidad por los electrones se conoce como agente oxidante, u oxidante y por lo tanto sufre una oxidación. Un agente reductor, o reductor, es una especie, que fácilmente dona electrones a otras especies y sufrirá una reducción (Skoog, 2008, Lefrou *et al.*, 2014).

Se puede dividir cualquier ecuación de oxidación/reducción en dos semirreacciones que muestran qué especies ganan electrones y cuáles los pierden. Las reglas para ajustar las semirreacciones son las mismas que para los demás tipos de reacciones; es decir, el número de átomos de cada elemento, así como la carga neta de cada lado de la ecuación deben ser iguales (Skoog, 2008).

Muchas reacciones de oxidación/reducción se pueden llevar a cabo en cualquiera de las dos formas que son físicamente diferentes. En una, la reacción se desarrolla colocando el oxidante y el reductor en contacto directo en un recipiente adecuado. En la segunda,

la reacción se lleva a cabo en una celda electroquímica en la cual los reactivos no se ponen directamente en contacto uno con el otro. Un aspecto característico de las reacciones de oxidación/reducción es que la transferencia de electrones, que con frecuencia se puede obtener en una celda electroquímica, en la cual el agente oxidante y el agente reductor están separados físicamente entre sí (Skoog, 2008).

El rendimiento general de los procesos electroquímicos está determinado por la compleja interacción de parámetros que pueden optimizarse para obtener una degradación de contaminantes efectiva y económica. Los principales factores que determinan el rendimiento de la electrólisis son (Panizza, 2010):

- Potencial del electrodo y densidad de la corriente. Controla qué reacción debe ocurrir y su velocidad comúnmente determina la eficiencia del proceso.
- Distribución actual. Determina la distribución espacial del consumo de reactivos y, por lo tanto, debe ser lo más homogéneo posible.
- Régimen de transporte masivo. Un alto coeficiente de transporte de masa que conduce a una mayor uniformidad de la concentración de contaminantes en la capa de reacción cerca de la superficie del electrodo y, en general, a una mayor eficiencia.
- Diseño de celda. La dimensión de la celda, la presencia o la ausencia de un separador, el diseño del electrodo, etc., afectan la eficiencia del proceso electroquímico.
- Medio de electrólisis. La elección del electrolito, su concentración, pH y temperatura.
- Materiales de electrodo. El material de electrodo ideal para la degradación de contaminantes orgánicos debe ser totalmente estable en el medio de electrólisis, barato y exhibiendo una alta actividad hacia la oxidación orgánica y baja actividad hacia reacciones secundarias (por ejemplo, evolución de oxígeno).

1.5.2.2. Celda electroquímica

Una celda electroquímica consta de dos conductores llamados electrodos, cada uno de los cuales está sumergido en una solución electrolítica. En la mayoría de las celdas que interesarán, las soluciones que rodean los dos electrodos son diferentes y deben estar separadas para evitar la reacción directa entre los reactivos, sin embargo, en algunas celdas los electrodos comparten un electrolito común; éstas se conocen como celdas sin contacto líquido (Skoog, 2008).

La electroquímica implica el contacto entre diferentes materiales que conducen electricidad (Lefrou *et al.*, 2014), por lo que dicho contacto se puede dar en celdas electroquímicas, que pueden ser galvánicas o electrolíticas. También se pueden clasificar como reversibles o irreversibles. Las celdas galvánicas o voltaicas almacenan energía eléctrica. Una celda electrolítica, en contraste con una celda voltaica, requiere una fuente externa de energía eléctrica para funcionar. En una celda reversible, al invertir la corriente

se invierte la reacción de la celda. En una celda irreversible, al invertir la corriente se provoca que ocurra una semirreacción diferente en uno o en ambos electrodos.

Un cátodo es un electrodo donde se presenta la reducción y además se encuentra conectado al polo negativo de la fuente de alimentación, dándose así la transferencia electrónica desde el electrodo a la especie química. Un ánodo es un electrodo donde se presenta la oxidación, está conectado al polo positivo y la transferencia electrónica de algún compuesto presente en la solución se da de la especie química hacia el electrodo (Skoog, 2008, Balderas-Hernández *et al.*, 2014a, Frontana-Urbe y Vásquez-Medrano, 2014,).

Un área de investigación muy activa en electroquímica es el desarrollo de electrodos producidos por modificación química, los cuales son electrodos llamados "electrodos modificados" que se refiere a un metal cuya superficie haya sido cubierta con una película de material conductor (Lefrou *et al.*, 2014). En principio, esos electrodos pueden diseñarse para adaptarse a diversas funciones. Entre las modificaciones se incluyen la presencia de sustancias de absorción irreversible con las funciones deseadas, la unión covalente de componentes a la superficie y el recubrimiento del electrodo con películas de polímeros u otras sustancias. Son múltiples las aplicaciones de los electrodos modificados, su aplicación analítica más importante es la de sensores analíticos, que se preparan de forma que sean selectivos para una especie o grupo funcional específico (Skoog, 2008).

En un sistema electroquímico donde tiene lugar la electrólisis, los electrones entran en el electrodo negativo. Debido a que no hay electrones libres en el electrolito y debido a que los electrones no se pueden acumular de forma duradera en la interfaz, solo una reacción de reducción puede usar los electrones que llegan a la interfaz. El electrodo negativo es, por lo tanto, el cátodo de la celda electroquímica y el positivo es el ánodo (Lefrou *et al.*, 2014).

Tal como lo indica Balderas-Hernández *et al.* (2014a), todo proceso electroquímico sucede en la interfase electrodo-disolución y los intermediarios de esta reacción redox terminan de reaccionar en el seno de la disolución para dar lugar a las especies estables finales. Esta situación hace que factores como el material de los electrodos, la correcta disposición de estos, el transporte de masa y de caída de potencial sean factores de suma importancia en la concepción de una celda o en el diseño de un reactor electroquímico.

En la mayoría de los casos, el flujo de corriente corresponde a fenómenos reactivos (incluyendo posiblemente intercambio) y/o fenómenos de acumulación en los electrodos. La corriente se puede separar en dos contribuciones aditivas (Balderas-Hernández *et al.*, 2014a):

- la corriente farádica (llamada así porque este componente sigue la ley Faraday) que está vinculada a los fenómenos reactivos con las especies consumidas y producidas en los electrodos; debido a que la corriente que circula en el sistema

durante la electrólisis es directamente proporcional a la concentración de materia prima (Lefrou *et al.*, 2014); es decir, generan corriente que sigue la ley antes mencionada;

- la corriente capacitiva (llamada así por el modelo simplificado de un condensador plano en la escala molecular) que está vinculada a los fenómenos de acumulación de carga en las interfaces.

1.5.2.3. Electro-oxidación

La electro-oxidación, también conocida como “oxidación electroquímica”, es una tecnología concebida tanto para la oxidación electroquímica en el tratamiento de efluentes residuales con carga orgánica como para la electro-síntesis. La primera opción se enmarca en el grupo de los procesos de oxidación avanzada, ya que es posible generar radicales hidroxilos bajo ciertas condiciones de operación y con el uso de ciertos electrodos, oxidando la materia orgánica hasta dióxido de carbono, sin que sea necesario el consumo de reactivos químicos y evitando la generación de lodos (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b).

Los procesos electroquímicos de remediación ambiental presentan una serie de ventajas respecto a las tecnologías no electroquímicas, con las que entran en competencia. Entre otras, destacan las siguientes:

- No se utilizan reactivos químicos, dado que el electrón es el único “reactivo” intercambiado, solo se consume energía eléctrica para la mineralización de contaminantes orgánicos (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b, Kapałka *et al.*, 2010).
- Los procesos electroquímicos se suelen desarrollar a presión atmosférica y a temperaturas próximas a la temperatura ambiente (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b, Kapałka *et al.*, 2010).
- El equipo que se requiere para el tratamiento es muy sencillo, en comparación con el que se utiliza en otras técnicas de remediación como, por ejemplo, la ozonización (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b).

Entre las características que hacen viable el tratamiento de aguas residuales urbanas está la generación de radicales hidroxilos durante la descomposición oxidativa del agua. Estos radicales son agentes oxidantes muy enérgicos con una vida media muy corta. Como consecuencia, una vez generados plantean tres opciones (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b):

- Reaccionan rápidamente con la materia orgánica contenida en el agua residual tratada; o con los microorganismos presentes, ya sean virus, bacterias, etc.
- Reaccionan con otros componentes del agua en tratamiento para generar nuevas especies oxidantes; como hipocloritos, peroxosulfatos, peroxofosfatos, etc.
- Se combinan entre sí para formar oxígeno.

El componente central es un reactor electroquímico (Figura 1.11), en el que el agua a tratar entra en contacto con dos electrodos, entre los que se establece una diferencia de potencial por medio de una fuente de alimentación. Esta diferencia de potencial provoca la movilidad de electrones y las correspondientes reacciones de oxidación en uno de los electrodos y de reducción en el otro (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b), tal como se especificó en el apartado anterior.

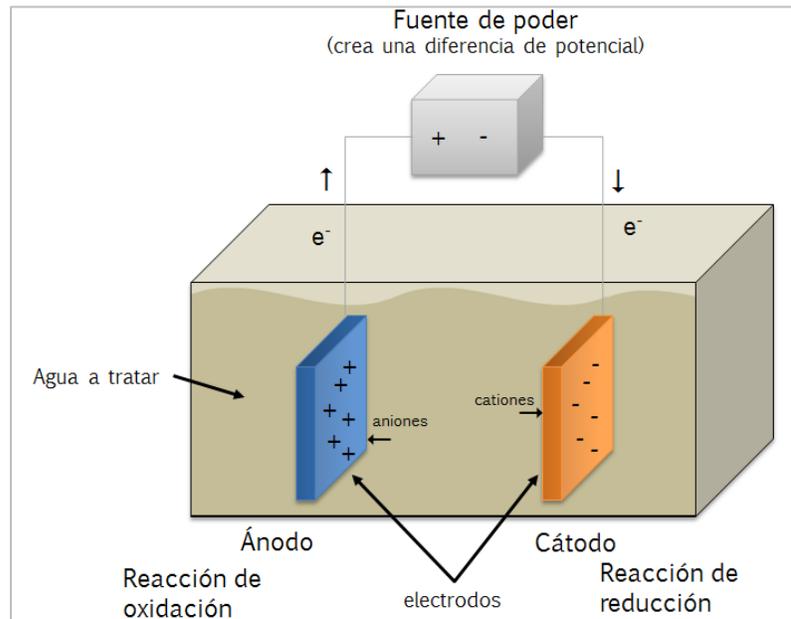


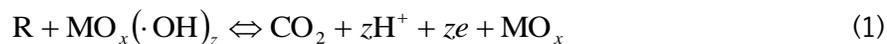
Figura 1.11. Reactor electroquímico y sus componentes principales

El control del potencial puede permitir un tratamiento selectivo de determinadas especies más fácilmente oxidables o reducibles. Ventaja importante respecto a otras tecnologías ambientales en las que la selectividad es prácticamente nula (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b).

Sin embargo, para la optimización de este proceso se prefiere la mineralización completa de los contaminantes orgánicos. La mineralización de estos contaminantes orgánicos se puede lograr mediante la oxidación completa utilizando oxígeno a alta temperatura u oxidantes fuertes combinados con radiación UV. Dependiendo de la temperatura de operación, el tipo de oxidante usado y la concentración de los contaminantes en las aguas residuales, la mineralización se puede clasificar en tres categorías principales: incineración, proceso de oxidación del aire húmedo y oxidación con oxidantes fuertes (Kapařka *et al.*, 2010).

De esta manera, al llevarse a cabo la mineralización por medio de la oxidación con oxidantes fuertes, en los electrodos pueden ocurrir dos tipos de reacciones, por lo que la clasificación que proponen Balderas-Hernández *et al.* (2014a) y que ocurren en una celda electrolítica son:

- Electro-oxidación indirecta. Los compuestos orgánicos no interactúan directamente con la superficie del electrodo, sino que el proceso tiene lugar a partir de la intermediación de algunas especies electroactivas, por lo que se lleva a cabo una electrooxidación mediada en tratamiento de residuos peligrosos. En estos procesos, los iones metálicos, llamados “mediadores”, se oxidan en un ánodo desde un estado de valencia baja estable a un estado de valencia alta reactivo, los cuales atacan a los contaminantes orgánicos directamente. Y pueden de la misma manera producir radicales libres hidroxilo, que promueven la destrucción de los contaminantes orgánicos. Subsecuentemente, los mediadores se generan en el ánodo formando un ciclo. La electro-oxidación mediada usualmente necesita un medio altamente ácido para operar.
- Electro-oxidación anódica directa: La transferencia de electrones se da entre las especies orgánicas y la superficie del electrodo. La electrooxidación de contaminantes también puede ocurrir directamente en los ánodos por generación de “oxígeno activo”, adsorbido físicamente (radicales libres adsorbidos $\cdot\text{OH}$), u “oxígeno activo”, quimisorbido (oxígeno en óxidos metálicos, MO_{x+1}). Este proceso es usualmente llamado “oxidación anódica” u “oxidación directa”. El oxígeno activo adsorbido físicamente causa la combustión completa de compuestos orgánicos (R), y el oxígeno activo quimisorbido (MO_{x+1}) participa en la formación de productos de oxidación selectivos tal como se muestra en la ecuación (1) y (2) (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b).



En general, el radical $\cdot\text{OH}$ es más efectivo para oxidación de contaminantes que el oxígeno en MO_{x+1} , porque la evolución de oxígeno en la reacción (3) se puede efectuar en el ánodo y se requieren altos sobrepotenciales para la evolución de O_2 , para que las reacciones (1) y (2) procedan con una eficiencia de corriente alta (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b).

En caso de que el contaminante inicial se degrade sólo hasta ácidos carboxílicos de cadena corta, los electrodos se denominan activos (ejemplos Pt, RuO_2 , IrO_2), pero si se logra la mineralización completa del contaminante logrando degradar hasta CO_2 , H_2O y otros productos inorgánicos, entonces los electrodos se denominan no activos (PbO_2 , SnO_2 , BDD-diamante dopado con boro) (Blanco Llorca, 2012).

Para demostrar la eficiencia de los electrodos idóneos en el tratamiento de aguas residuales, se han realizado diversos estudios donde se reportan las mejores condiciones del tratamiento para lograr altas eficiencias de degradación, tal es el caso del estudio realizado por Blanco Llorca (2012), quien reportó que a un pH de 3 se logró una buena

decoloración y una tasa de degradación mayor en comparación con otros valores de pH, utilizando BDD como ánodo.

De la misma manera se pueden clasificar los diferentes materiales del ánodo de acuerdo con su poder de oxidación en medios ácidos, como se indica en la **Tabla 1.7**, donde se muestra que para un material de ánodo dado, al aumentar el sobrepotencial de O_2 , mayor será su poder de oxidación. Un ánodo de bajo poder de oxidación se caracteriza por una fuerte interacción entre el electrodo y el hidroxilo que resulta en una baja actividad electroquímica para la reacción de evolución del oxígeno y una alta reactividad química para la oxidación orgánica (baja eficiencia de corriente para la oxidación orgánica). En contraste con este ánodo de potencia de oxidación baja, el ánodo de alta potencia de oxidación se caracteriza por una interacción débil electrodo-radical hidroxilo que resulta en una actividad electroquímica baja para la reacción de evolución de oxígeno y a una alta reactividad química para la oxidación de compuestos orgánicos, alta eficiencia de corriente para oxidación orgánica (Kapałka *et al.*, 2010).

Tabla 1.7. Poder de oxidación del material del ánodo en medios ácidos (Kapałka *et al.*, 2010)

| Electrodo | Potencial de oxidación (V) | Sobrepotencial de la evolución del O_2 (V) | Entalpia de adsorción de M-OH | Poder de oxidación del ánodo |
|---|----------------------------|--|-------------------------------|------------------------------|
| RuO ₂ -TiO ₂ (DSA-Cl ₂) | 1.4-1.7 | 0.18 | Quimisorción radicales ·OH | |
| IrO ₂ -Ta ₂ O ₅ (DSA-O ₂) | 1.5-1.8 | 0.25 | | |
| Ti/Pt | 1.7-1.9 | 0.3 | | |
| Ti/PbO ₂ | 1.8-2.0 | 0.5 | | |
| Ti/SnO ₂ -Sb ₂ O ₅ | 1.9-2.2 | 0.7 | | |
| p-Si/BDD | 2.2-2.6 | 1.3 | Fisorción de radicales ·OH | |

La electro-oxidación es una técnica electroquímica que, ambientalmente hablando, representa una alternativa sostenible para el tratamiento de una infinidad de sustancias difíciles de degradar por métodos convencionales, así como también para la destrucción de sustancias ambientalmente tóxicas (Balderas-Hernández *et al.*, 2014b). Este método se ha utilizado recientemente para decolorar y degradar colorantes a partir de soluciones acuosas. Los resultados de estas investigaciones indicaron que los parámetros de operación tales como el voltaje y el pH de la celda juegan un papel importante en la oxidación electroquímica de contaminantes orgánicos y el control de estos parámetros conduce a un tratamiento eficiente (Atalay y Ersöz, 2015).

Se han realizado diversas investigaciones en donde se tratan colorantes provenientes de la industria textil, mediante procesos electroquímicos, tal es el caso de Arias-Loaiza (2013), quien degradó colorante azul reactivo 69 (en agua sintética), mediante fotocatalisis, en la cual se utilizó $\text{Fe/TiO}_2/\text{SiO}_2$, a un pH de 3 y con luz UV-A, obteniendo remociones de 42% para el parámetro de DQO, 31% para COT y 100% para la degradación del colorante, también se han utilizado otros procesos electroquímicos, como la electrocoagulación para la remoción de colorantes, por ejemplo, García-Silva (2015), logró una remoción de 99% del colorante remazol amarillo (preparando agua sintética), su sistema trabajó con un voltaje 10V y 15V en condiciones neutras de pH, utilizando placas de hierro.

1.5.3. Acoplamiento de tratamientos secundario y terciario

Con base en lo expuesto anteriormente y debido a las grandes ventajas que tienen sistemas como los biorreactores con membranas y las celdas electroquímicas, ambos sistemas se pueden utilizar en combinación para el tratamiento de agua de la industria (Barrera Díaz, 2014).

En la **Figura 1.12** se muestran los diferentes pasos necesarios para evaluar la viabilidad de aplicar una estrategia combinada de AOP y tratamiento biológico para el tratamiento de aguas residuales industriales, tóxicas y/o no biodegradables. Y muestra no solo los análisis químicos y biológicos necesarios que se deben realizar en una determinada línea de tratamiento de aguas residuales industriales, sino también las diferentes situaciones que podrían aparecer dependiendo de las características especiales del agua (Oller *et al.*, 2011). Así mismo se marca con negritas la opción a proponer en este trabajo (biológico + AOP).

Un punto importante de analizar es el conocer el origen del agua residual, si contiene una cantidad considerable de compuestos biodegradables, la etapa de pre-oxidación obviamente no conducirá a una mejora significativa de la biodegradabilidad; más bien, solo causará un consumo innecesario de productos químicos. En tales casos, un pretratamiento biológico (eliminación de compuestos biodegradables) seguido de un AOP (conversión de la parte no biodegradable en compuestos biodegradables con un menor consumo de productos químicos) y un paso de pulido biológico pueden ser más útiles (Hörsch *et al.*, 2003; Vidal *et al.*, 2004).

La **Tabla 1.8** presenta un resumen de varios estudios recientes realizados en el campo de las tecnologías integradas avanzadas, que aplican un AOP como una etapa posterior a la oxidación después de un tratamiento biológico primario, para los efluentes que contienen una fracción alta de DQO biodegradable. Estos estudios cubren un amplio espectro de contaminantes industriales, que contienen la mezcla de varias sustancias persistentes. Además, existe un creciente interés en el desarrollo de configuraciones de reactores biológicos (biomasa suspendida, biomasa fija, sistemas de biomasa aeróbica granular, biorreactores de membrana, etc.) para optimizar este paso de tiempo en la

línea de tratamiento para maximizar la eficiencia y diseñar sistemas biológicos específicos para cada objetivo de aguas residuales industriales (Oller *et al*, 2011).

El rendimiento de un tratamiento de AOP se puede mejorar de varias maneras, la primera posibilidad es posicionar el AOP en una secuencia de tratamientos físicos, químicos y biológicos. Tal enfoque de tratamiento a menudo implica al menos un paso de AOP y un paso de tratamiento biológico. Es importante tener en cuenta que la combinación de procesos químicos y biológicos presenta una dificultad adicional para la operación eficiente de una planta a gran escala, ya que el oxidante químico y el cultivo biológico no deben entrar en contacto entre sí, refiriéndose a una secuencia de AOP seguido por un tratamiento biológico (Kim *et al*, 2002). Ya sea que el AOP o el proceso biológico sea el primero en la línea de tratamiento, el objetivo general de reducir los costos será casi el mismo, minimizar el tratamiento con AOP y maximizar la etapa biológica, debido a la gran diferencia en el costo de los dos tratamientos. La cuestión clave es diseñar el proceso para obtener el mejor rendimiento económico y ecológico en general (Oller *et al*, 2011).

Las investigaciones relacionadas con el tratamiento de aguas residuales industriales utilizando la combinación de AOP y tecnologías biológicas, han aumentado en gran medida (Gogate y Pandit, 2004). El interés en este tema ha crecido debido a la posibilidad real de reutilizar las aguas residuales industriales como un recurso hídrico seguro y en condiciones sanitarias adecuadas.

Hai *et al*. (2007) publicó una revisión de las tecnologías híbridas potenciales que se encuentran en la literatura para el tratamiento de las aguas residuales de colorantes en general, principalmente aquellas provenientes de la industria textil. Con base en la variedad de tecnologías híbridas potenciales y la información de costos disponible, se puede concluir que las tecnologías híbridas biológicas parecen ser las más prometedoras. En la **Tabla 1.9** se muestran las ventajas y desventajas de usar las diferentes tecnologías de forma independiente, al analizar cada tecnología se llegó a la conclusión que no es realista aplicar una única solución, por lo que se requiere una combinación de diferentes técnicas para diseñar una opción técnica y económicamente factible. Además, con base en la variedad de tecnologías híbridas potenciales y la información de costos disponibles, se pudo concluir que las tecnologías híbridas que incluyan procesos biológicos parecen ser las más prometedoras.

Para realizar un sistema acoplado es necesario establecer una metodología de investigación que considere todas y cada una de las propiedades del influente, el tipo de oxidación, reactivos químicos usados y sus dosis, tiempo de contacto, temperatura, toxicidad, etc. Se necesita elucidar el mecanismo y la cinética del proceso de oxidación, determinar los subproductos formados y las especies reactivas sin reaccionar en el agua empleando herramientas analíticas apropiadas, evaluar el efecto del pretratamiento químico sobre la toxicidad y biodegradabilidad, el efecto de cationes y aniones en la matriz de aguas residuales y la aplicación de diversas técnicas para determinar la biodegradabilidad.

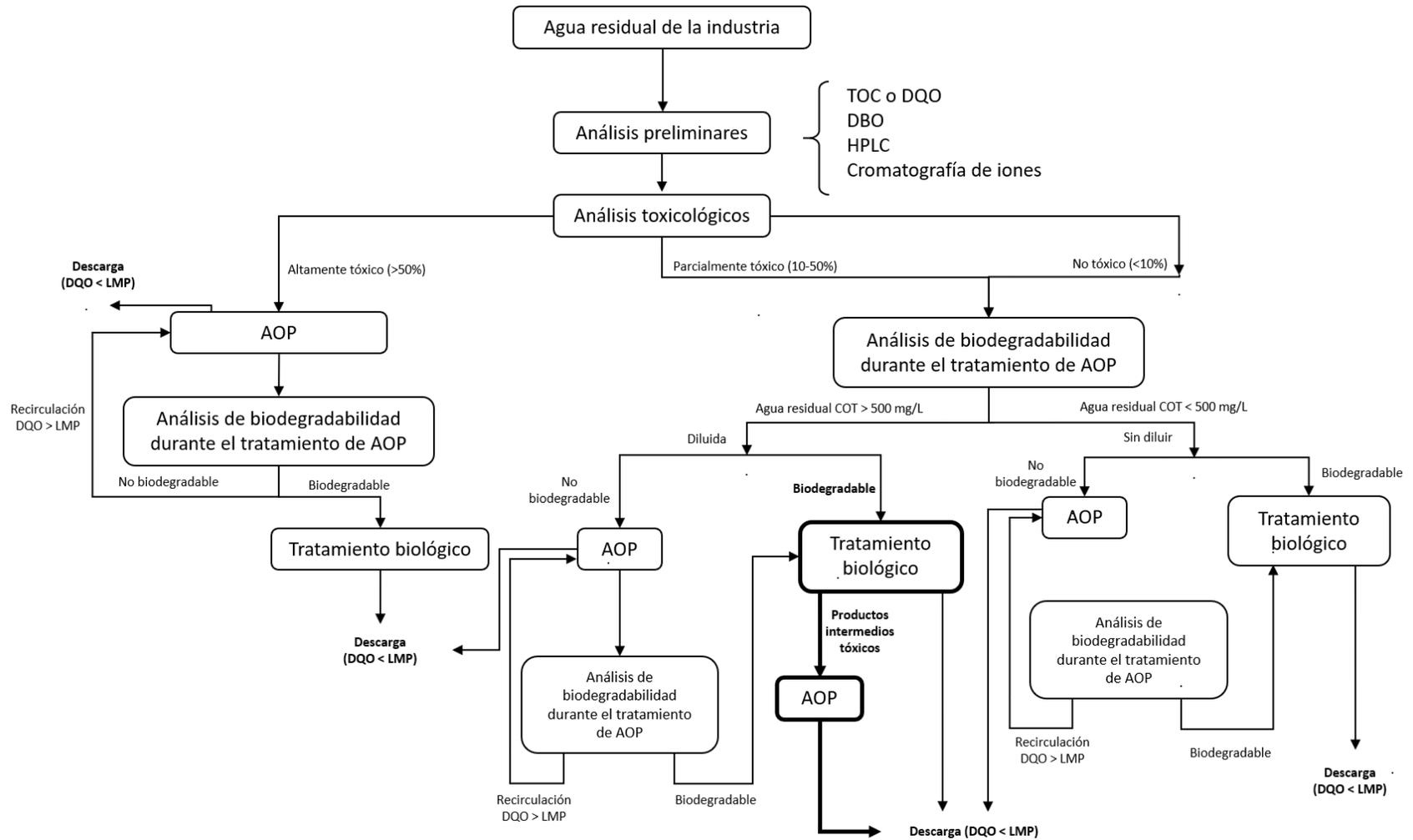


Figura 1.12. Esquema de los diferentes pasos necesarios aplicar una estrategia combinada de AOP y tratamiento biológico. Adaptado de Oller *et al.* (2011)

Tabla 1.8. Resumen de estudios realizados en el campo de las tecnologías integradas avanzadas

| Agua residual para tratar (contaminante degradado) | AOP usado en el tratamiento | Degradación biológica | Resultados principales | Referencia |
|--|--|---|---|-------------------------------------|
| Agua residual textil | Oxidación electroquímica (después de la coagulación química) | Biorreactor de lecho móvil: utilizando: <i>Aeromonas salmonicida</i> y <i>Pseudomonas vesicularis</i> | El proceso de biomasa fluida mostró un 68.8% de eficiencia en degradación de materia orgánica y 54.5% de color. Las eficiencias aumentaron a 95.4% y 98.5% de degradación de materia orgánica y remoción de color, respectivamente, después de adicionar el post-tratamiento mediante oxidación electroquímica. | Kim <i>et al.</i> (2002) |
| Agua residual con colorante (colorante azoico reactivo Cibacron Red FN-R) | Ozonación | Digestión anaerobia | La ozonización como postratamiento a pH 10.5, permitió alcanzar una mineralización de 83%. | García-Montaña <i>et al.</i> (2008) |
| Agua residual textil sintética (colorantes azo) | Foto-Fenton | Biofiltración | En el sistema foto-fenton, se obtuvo una reducción de color de 50%. Posteriormente, al acoplar el biofiltro (empacado con una mezcla 1:1 de turba y trozos de madera de tabachín), se logró una remoción de 90% en el parámetro de DQO y de 88% de color. | Mendoza-López (2009) |
| Agua residual farmacéutica (resultante de la producción de aciclovir: antiviral) | Ozonación | Biorreactor con membrana (BRM) | La eficiencia de BRM fue mejorada del 20% al 60%, después de agregar una etapa de ozonación en el efluente del biorreactor. | Mascolo <i>et al.</i> (2010) |
| Agua potable (mejora en procesos convencionales) | Ozonación | Biorreactor con membrana (BRM) | La mayor parte de la DQO residual después del BRM fue no biodegradable. El tratamiento de post-ozonación aumentó la eficiencia global y la biodegradabilidad. | Treguer <i>et al.</i> (2010) |

Por lo que, una propuesta es utilizar un sistema constituido por dos reactores, uno biológico aerobio con membranas de fibra hueca sumergidas y otro para la oxidación electroquímica del efluente, suponiendo que los compuestos que no pudieron ser degradados en el BRM y quedaron en el efluente de este reactor van a poder ser exitosamente oxidados en el reactor electro-químico, proporcionando así una solución adecuada para el tratamiento de las aguas residuales de la industria textil que permita obtener agua de buena calidad para su reúso o para su disposición segura a los cuerpos receptores de agua.

Tabla 1.9. Ventajas y desventajas de usar las diferentes tecnologías de forma independiente (Hai *et al.*, 2007)

| Proceso | Ventajas | Desventajas |
|---------------------------------------|--|---|
| Biológico | <ul style="list-style-type: none"> • Opción competitiva en cuanto a costos. • Los colorantes directos, dispersos y básicos tienen un alto nivel de adsorción en tratamiento con lodo activado. | <ul style="list-style-type: none"> • Los colorantes ácidos y reactivos son altamente solubles en agua y tienen poca adsorción en los lodos. • Los colorantes son tóxicos para la salud y muy resistentes a la biodegradación. |
| Filtración con membrana | <ul style="list-style-type: none"> • Se pueden remover varios tipos de colorantes por medio de una membrana apropiada y al mismo tiempo hacer posible la reutilización del agua, a partir del efluente del proceso de teñido. | <ul style="list-style-type: none"> • Es costosa la producción de lodo concentrado y reemplazo de membrana. |
| Oxidación química | <ul style="list-style-type: none"> • Inicia y acelera la división del enlace azoico | <ul style="list-style-type: none"> • Las limitaciones termodinámicas y cinéticas, junto con la contaminación secundaria, se asocian con diferentes oxidantes. • No son aplicables a los colorantes dispersos. • La posibilidad de mineralización es mínima. • Producción de aminas aromáticas. |
| Procesos avanzados de oxidación (AOP) | <ul style="list-style-type: none"> • Generar un número mayor de radicales libres altamente reactivos y, por lo tanto, supera los oxidantes convencionales en la decoloración. | <ul style="list-style-type: none"> • Los AOP pueden producir efectos tóxicos indeseables y es posible que no sea posible una mineralización completa. • La presencia de secuestradores de radicales, reducen la eficiencia de los procesos, algunos de los cuales son dependientes del pH. • Costo prohibitivo en su etapa actual de desarrollo. |
| Electroquímica | <ul style="list-style-type: none"> • Decoloración efectiva de colorantes solubles e insolubles; • Reducción de DQO. • No se ve afectado por la presencia de agua residual. | <ul style="list-style-type: none"> • La producción de lodo y la contaminación secundaria, principalmente de compuestos orgánicos clorados, metales pesados, están asociados con la electrocoagulación y la oxidación indirecta, respectivamente. • La oxidación anódica directa requiere un mayor desarrollo para la aceptación industrial. • El alto costo de la electricidad es un impedimento. • La eficiencia depende de la naturaleza del colorante. |

Capítulo 2

METODOLOGÍA

El trabajo experimental se realizó en laboratorio utilizando un sistema constituido por dos reactores; uno biológico aerobio con membranas de fibra hueca sumergidas y otro para la oxidación electroquímica.

El agua residual textil se recolectó de una industria ubicada en la Ciudad de Puebla, se transportó al laboratorio de planta piloto del IMTA y se conservó en un cuarto frío a una temperatura de $4^{\circ}\text{C} \pm 0.5$ y se implementó un pretratamiento mediante sedimentación.

2.1. Biodegradación en un reactor biológico con membranas sumergidas

2.1.1. Sistema experimental BRM

Para llevar a cabo el estudio de la efectividad del tratamiento biológico mediante el reactor biológico con membranas sumergidas se utilizó un reactor cilíndrico elaborado de acrílico, con un diámetro de 0.15 m y una altura de 0.45 m; siendo el volumen efectivo de 5 L. En el interior del reactor aerobio se sumergió un módulo de membrana de ultrafiltración de tipo fibra hueca elaborada de polisulfona de la marca General Electric, las propiedades del módulo de membrana se presentan en la **Tabla 2.1**. Se seleccionó este tipo de membrana debido a que se ha demostrado su efectividad en BRM usados para agua textil (Salazar *et al.*, 2009) y para la degradación de contaminantes emergentes en aguas residuales (Gutiérrez-Macías, 2015; Quiñones, 2017), en estas investigaciones no se presentaron problemas mayores en el control de su ensuciamiento durante la operación.

En la parte inferior del módulo de membrana se instalaron cuatro difusores de piedra porosa que tienen la función de suministrar aire con el objetivo de proveer oxígeno a los microorganismos, permitir un mezclado homogéneo en el reactor y minimizar el ensuciamiento de la membrana.

La aireación fue controlada por medio de una válvula garantizando una concentración de oxígeno disuelto (OD) en el reactor mayor o igual a 2 mg L^{-1} . Para la alimentación del reactor, la obtención del permeado y para el retrolavado se utilizaron bombas peristálticas. El control de los ciclos de succión y de retrolavado se realizó mediante dos válvulas solenoides conectadas a un panel de control. El ciclo de succión fue de 3 minutos y el de retrolavado de 30 segundos. El esquema del mencionado reactor se observa en la **Figura 2.1**.

Tabla 2.1. Propiedades del módulo de membrana

| Características ^a | Valor |
|--------------------------------|-------------------------|
| Tamaño de corte molecular | 300 kDa Ultrafiltración |
| Área superficial | 0.36 m ² |
| Presión mínima de alimentación | 517 kPa |
| Rango de temperatura | 0-80°C |
| Rango de pH | 2-13 |
| Lumen | 1.0 mm |
| Material | Polisulfona |

^a Fabricante: General Electric

2.1.2. Pruebas abióticas

Antes de empezar los experimentos en el reactor biológico con membranas sumergidas se realizaron pruebas abióticas para determinar las condiciones hidrodinámicas óptimas y para disminuir los efectos de ensuciamiento del módulo de membrana. Se determinó el flux y la presión transmembrana (PTM). En general, la presión transmembrana puede variar de acuerdo con la densidad de la partícula, el tamaño, el potencial de incrustación, la eficiencia de limpieza, etc., típicamente varía de 20 a 100 kPa (3 a 14.5 psi) (Hai *et al.*, 2014; Judd, 2010).

Se han realizado diversos estudios con biorreactores, para los cuales fue necesario realizar pruebas previas para determinar los valores críticos de operación, tal es el caso de Cho y Fane (2002) quienes en su experimentación determinaron el flujo crítico efectivo aumentando el flujo de forma escalonada (cada 30 min), mientras se monitoreaba la PTM, de esta forma al apreciar que la presión aumentó de manera perceptible, dicho flujo se consideró como flujo crítico. De la misma manera Ognier *et al.* (2004) determinaron las condiciones de operación críticas, basándose en un aumento gradual del flujo en su unidad experimental, mientras se monitoreaban los cambios de PTM, dando un intervalo de 1 hora para cada valor de flujo, hasta llegar al valor crítico, es decir, cuando la presión transmembrana no se estabilizó con el flujo impuesto.

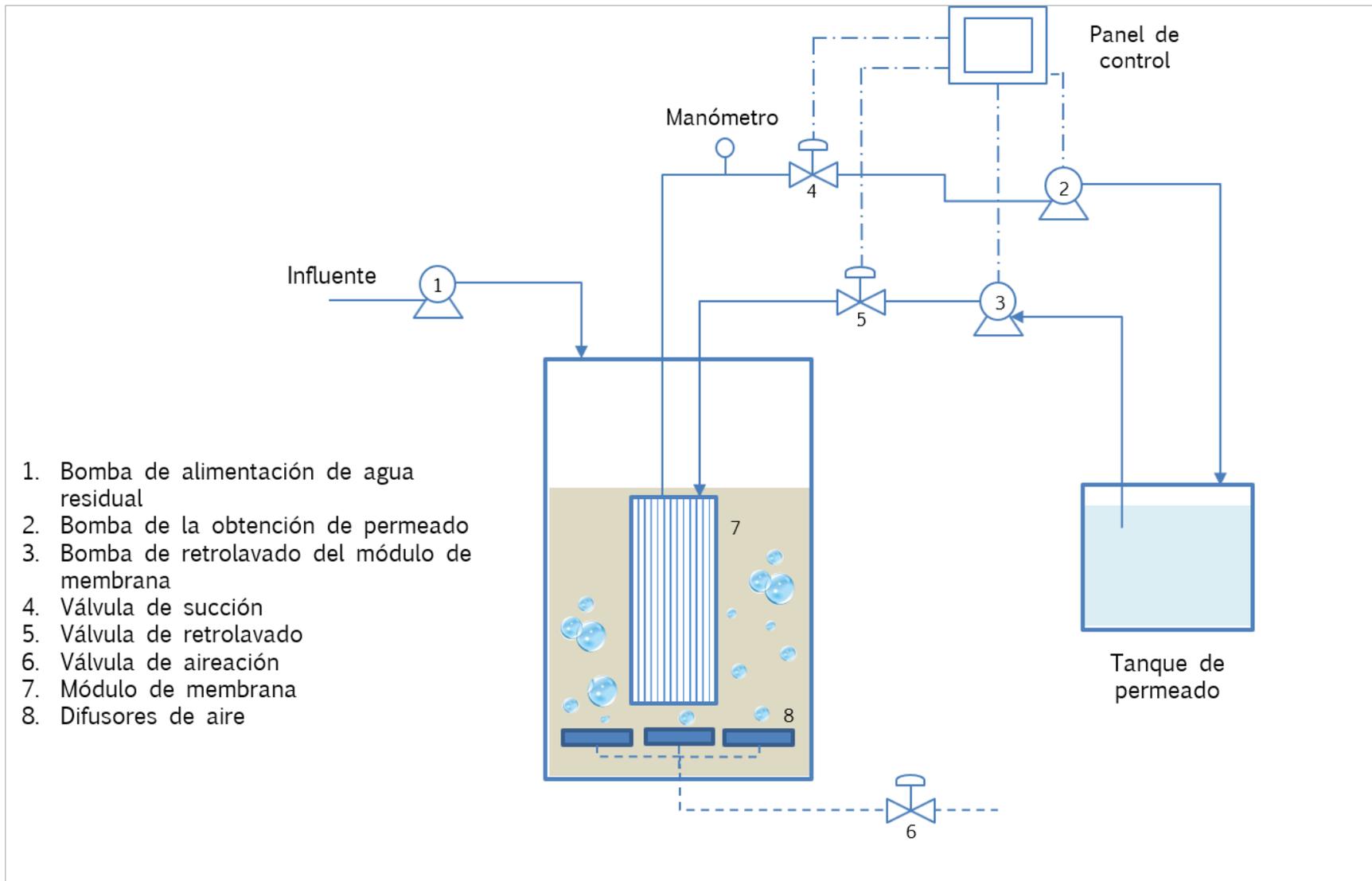


Figura 2.1. Esquema de biorreactor con membranas sumergidas escala laboratorio

En este estudio las pruebas se realizaron de acuerdo con el método de Cho y Fane (2002), primero con agua potable (sin material colmatante) y posteriormente con agua residual y con biomasa. Con base en los resultados se definieron las presiones críticas y supercríticas, se seleccionó el intervalo de variación de la presión transmembrana y el flux durante la operación del reactor.

Durante la operación del reactor, el problema de ensuciamiento de la membrana se controló con retrolavados para la degradación de contaminantes acumulados y ciclos de filtración en un intervalo de 2.5 min por 40 segundos de retrolavado, se determinaron estos tiempos, debido a que las bombas peristálticas se ajustaron a los caudales requeridos. La precisión de los valores para este estudio se realizó mediante pruebas preliminares con biomasa y agua residual.

2.1.3. Procedimiento experimental y seguimiento del proceso biológico

Inicialmente se realizó la inoculación del reactor con biomasa proveniente del reactor biológico tipo lodos activados de la planta de tratamiento de aguas residuales del IMTA, se inició su aclimatación al nuevo sustrato alimentando el reactor con el agua residual de la industria textil, previamente sedimentada con un promedio de SST de 200 ± 50 mg L⁻¹, esta primera etapa de tratamiento también recurrió Nawaz y Ahsan (2014) quienes, al utilizarla como técnica de pretratamiento, removieron el 20% de SST del agua residual textil utilizada en sus experimentos. La alimentación se realizó aplicando incrementos sucesivos de la carga orgánica cada semana ajustando el pH a 6 con una solución de H₂SO₄ al 1 N. La concentración de SSVLM se ajustó a 8 000 - 9 000 mg L⁻¹. Durante esta fase experimental se dio seguimiento a los parámetros DQO, color, sólidos suspendidos totales (SST), los sólidos suspendidos volátiles (SSV), nitrógeno amoniacal (N-NH₄), nitritos (N-NO₂), nitratos (N-NO₃), ortofosfato (P-PO₄), oxígeno disuelto, conductividad, pH y temperatura. El sistema experimental fue operado durante 222 días en continuo.

Una vez aclimatada la biomasa y estabilizado el proceso (con un 90% de degradación de materia orgánica) se procedió a la evaluación de la primera fase experimental, en la cual se aplicó el TRH de 24.6 horas con TRS de 11 días. Siendo este último, un parámetro fundamental para el control del sistema, debido a que dicta la masa de lodos que debe ser purgada del sistema diariamente (López-Vázquez *et al.*, 2017). Para la fase dos el TRH fue de 12.5 horas con TRS de 11 días y finalmente las condiciones de la tercera fase fueron de 7.9 horas para TRH y 10 días para TRS, en la **Tabla 2.2.** se presenta un resumen de las condiciones de operación que se evaluaron en el BRM.

Tabla 2.2. Condiciones de operación evaluadas en el BRM

| Fases experimentales | Duración | Q | TRH | TRS | A/M | | COV | SSTLM | SSVLM |
|----------------------|----------|-------------------|-------|------|-----------------|-------------------------------------|---|--------------------|--------------------|
| | días | L d ⁻¹ | horas | días | mgDQO 1SSTLM | mg ⁻¹ d ⁻¹ | kg DQO m ⁻³ d ⁻¹ | mg L ⁻¹ | mg L ⁻¹ |
| Aclimatación | 50 | 5.6±1.5 | 25.8 | 29 | 0.15 | | 1.0 | 8,867±2,221 | 5,989±1,370 |
| 1 | 99 | 5.0±0.7 | 24.6 | 11 | 0.53 | | 2.1 | 6,306±4,479 | 4,446±3,098 |
| 2 | 37 | 9.8±1.1 | 12.5 | 11 | 0.21 | | 2.5 | 6,412±1,473 | 4,634±1,163 |
| 3 | 36 | 15.1±0.2 | 7.9 | 10 | 0.30 | | 3.6 | 6,281±1,095 | 4,675±827 |

Los parámetros de calidad del agua se determinaron en el influente y efluente del reactor con la frecuencia que se presenta en la **Tabla 2.3**. Los parámetros de campo pH, conductividad, temperatura y OD se determinaron diariamente. Los SST y los SSV se determinaron dos veces por semana en el influente y en el licor mezcla contenido dentro del reactor BRM.

Tabla 2.3. Parámetros de muestreo en los diferentes puntos del sistema

| Parámetro | Frecuencia | Influente | Reactor (BRM) | Efluente BRM |
|---|------------|-----------|---------------|--------------|
| pH | Diario | X | X | X |
| Temperatura | Diario | X | X | X |
| Conductividad | Diario | X | X | X |
| OD | Diario | | X | |
| DQO | 3 semana | X | | X |
| Color | 3 semana | X | | X |
| N-NH ₄ ⁺ | 3 semana | X | | X |
| N-NO ₂ ⁻ y N-NO ₃ ⁻ | 3 semana | | | X |
| P-PO ₄ | 2 semana | X | | X |
| SST | 2 semana | X | X | |
| SSV | 2 semana | X | X | |

2.1.4. Sistema experimental RBS

Para realizar una comparación de remociones globales, se operaron dos reactores biológicos secuenciales R1 y R2 (**Figura 2.2**), elaborados con acrílico y con un volumen de 10 L cada uno, en la parte inferior tenían dos difusores de piedra porosa por los cuales se suministró aire para mantener un mezclado homogéneo y proveer de oxígeno a las bacterias, la aireación fue controlada por medio de una válvula manteniendo así una

concentración de oxígeno disuelto superior a 2 mg L^{-1} . En la parte media del reactor se encuentran válvulas para retirar el clarificado una vez que el ciclo ha concluido.

El agua con la que se alimentó el RBS, fue con el primero lote de agua residual de la industria textil previamente sedimentada. Este sistema experimental fue operado durante 42 días con un tiempo de ciclo de 24 horas, TRS de 19 días y con las condiciones que se presentan en la **Tabla 2.4**.

Tabla 2.4. Condiciones de operación evaluadas en el RBS

| Reactor | SSTLM mg L^{-1} | A/M $\text{mg DQO mg SSV}^{-1} \text{ d}^{-1}$ | COV $\text{kg DQO m}^{-3} \text{ día}^{-1}$ |
|---------|-----------------------------|---|--|
| R1 | $10,331 \pm 1,305$ | 0.151 | 1.21 |
| R2 | $10,670 \pm 1,116$ | 0.148 | 1.21 |

Los parámetros de calidad del agua se determinaron en el influente y efluente de ambos reactores con la misma frecuencia que se presentó en la **Tabla 2.3**.

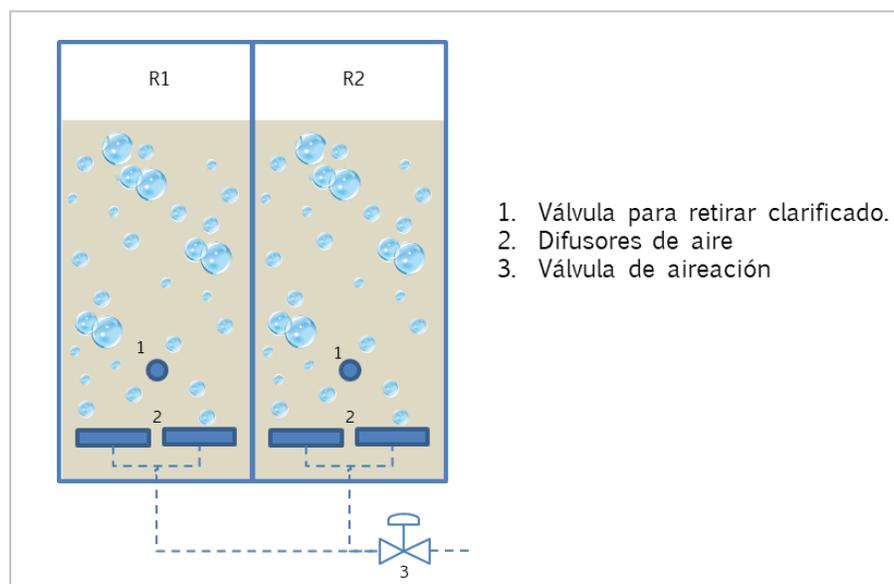


Figura 2.2. Esquema de reactor biológico secuencial a escala laboratorio

2.1.5. Técnicas analíticas

En la **Tabla 2.5** se muestran las técnicas analíticas que se utilizaron para determinar cada parámetro fisicoquímico y biológico.

Tabla 2.5. Técnicas analíticas para la determinación de parámetros fisicoquímicos y biológicos

| Parámetro | Técnica |
|-------------------|--|
| pH | Medición directa de acuerdo con la NMX-AA-008-SCFI-2016 |
| Temperatura | Medición directa de acuerdo con la PROY-NMX-AA-007-SCFI-2011 |
| Conductividad | Medición directa de acuerdo con la NMX-AA-093-SCFI-2018 |
| OD | Medición directa de acuerdo con la PROY-NMX-AA-012/1-SCFI-2009 |
| DQO | - Espectrofotometría de acuerdo con la NMX-AA-030/1-SCFI-2012 y Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, No. 5220 (2001). - Espectrofotometría HACH 8038, Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, No. 4500 (2001) y de acuerdo con la NMX-AA-026-SCFI-2001 |
| N-NH ₄ | - APHA, AWWA, WEF; Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, American Public Health Association, 1998; 20th Ed. Part 4500-NH ₃ . |
| N-NO ₂ | - Espectrofotometría HACH y de acuerdo con la NMX-AA-099-SCFI-2006 - NMX-AA-099-SCFI-2006. Análisis de Agua- Determinación de Nitritos en Aguas Naturales y Residuales- Método de prueba |
| N-NO ₃ | - Espectrofotometría HACH y de acuerdo con la NMX-AA-079-SCFI-2001 - NMX-AA-079-SCFI-2001. Análisis de Agua- Determinación de Nitratos en Aguas Naturales, Potables, Residuales y Residuales Tratadas |
| P-PO ₄ | Espectrofotometría HACH 8048, de acuerdo con la NMX-AA-029-SCFI-2001 |
| SST | Método gravimétrico de acuerdo con la NMX-AA-034-SCFI-2015 y Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, No. 2540 (2001). |
| SSV | Método Gravimétrico de acuerdo con la NMX-AA-034-SCFI-2015 y Standard Methods for Examination of Water and Wastewater, No. 2540 (2001). |
| Color | Espectrofotometría HACH 8048 |

2.2. Oxidación electroquímica

2.2.1. Sistema experimental

Para llevar a cabo el estudio del tratamiento mediante oxidación electroquímica, se utilizó un reactor cilíndrico elaborado de acrílico, con una capacidad operativa de 1.4 L, una altura de 19.5 cm y la parte cónica de 6 cm, en la **Figura 2.3** se muestra un diagrama a escala laboratorio del reactor.

Se utilizaron tres electrodos cilíndricos de malla, siendo dos cátodos de Ti y un ánodo de Ti/PbO₂ con un arreglo de cátodo-ánodo-cátodo, con diámetros de 3.3, 4.7 y 6.4 cm respectivamente. El área de los dos cátodos es de 430 cm² y del ánodo de 207 cm². Los electrodos se conectaron a una fuente de poder (Sorensen DLM 40-15) con un potencial de 40 V. Con la finalidad de tener una solución perfectamente mezclada, esta se recirculó usando la bomba peristáltica a un flujo de 800 mL min⁻¹, se seleccionó este flujo debido a que en el estudio realizado por García-Espinoza (2018) se evaluaron dos flujos a 1700 a 800 mL min⁻¹, utilizando un reactor cilíndrico y rectangular respectivamente, y en ambos flujos no hubo diferencia de concentración.

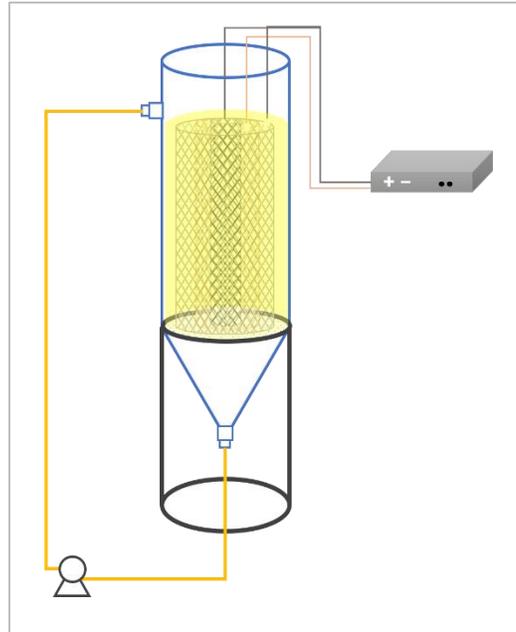


Figura 2.3. Esquema de reactor electroquímico a escala laboratorio

2.2.2. Procedimiento experimental

Las pruebas de oxidación electroquímica se realizaron de manera intermitente, con el efluente del R2 (RBS) y con el efluente del BRM, ambos por separado. Se realizaron pruebas preliminares usando tres diferentes intensidades de corriente: 0.5, 3 y 5 A (correspondiente a las densidades de corriente de 2.42 mA cm^{-2} , 14.49 mA cm^{-2} y 24.15 mA cm^{-2} , respectivamente) y tres tiempos de reacción: 30, 80 y 120 min. Se tomaron estos valores, debido a que García-Espinoza (2018), reportó haber utilizado un reactor electroquímico para degradar compuestos emergentes y observó que al utilizar un ánodo de Ti/PbO_2 , bajo el intervalo de 0.5 hasta 5 A, la eficiencia de degradación del compuesto emergente se incrementó al aumentar la intensidad de corriente hasta 3 A. Dicho valor fue muy semejante al observado con 5 A, por lo que concluyó que este comportamiento indica que la mayor producción de $\cdot\text{OH}$ se logró a 3 A, cuando este valor se incrementó la reacción principal que se llevó a cabo no fue la hidrólisis del H_2O para producir $\cdot\text{OH}$, sino reacciones denominadas parásitas. De la misma manera de acuerdo con el estudio realizado por Kim *et al.*, (2002), quienes trataron un efluente textil utilizando oxidación electroquímica como parte final del tratamiento propuesto, se llevaron a cabo sus experimentos con una intensidad de corriente de 0.35 a 3.15 A, logrando la máxima remoción de color a 3.15 A.

El lavado de los electrodos se realizó al finalizar cada experimento, sumergiendo los electrodos en solución de H_2SO_4 al 1 N, solución de HNO_3 al 10% o en H_2O_2 al 40% durante 30 minutos.

2.2.3. Diseño experimental

Se realizaron experimentos aplicando un diseño factorial 3^2 , donde el 3 se refiere a los niveles y 2 a los factores: intensidad de la corriente y el tiempo de reacción (Tabla 2.6), el cual se complementó con un diseño central compuesto de tres puntos centrales y 4 niveles extremos (Tabla 2.7), con el objetivo de determinar el efecto de cada variable y los valores óptimos de los parámetros de operación. Las matrices propuestas se realizaron en un orden completamente aleatorizado utilizando los efluentes de cada fase experimental del BRM y RBS.

Tabla 2.6. Matriz experimental de diseño factorial 3^2 total 9 experimentos

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo de reacción (min) |
|-----|-----------------------------|--------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 |
| 2 | 0.5 | 80 |
| 3 | 0.5 | 120 |
| 4 | 3 | 30 |
| 5 | 3 | 80 |
| 6 | 3 | 120 |
| 7 | 5 | 30 |
| 8 | 5 | 80 |
| 9 | 5 | 120 |

Tabla 2.7. Matriz experimental de diseño central compuesto con dos extremos, total 11 experimentos

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo de reacción (min) |
|-----|-----------------------------|--------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 |
| 2 | 5 | 30 |
| 3 | 0.5 | 120 |
| 4 | 5 | 120 |
| 5 | 0.1 | 80 |
| 6 | 5.9 | 80 |
| 7 | 3 | 12 |
| 8 | 3 | 140 |
| 9 | 3 | 80 |
| 10 | 3 | 80 |
| 11 | 3 | 80 |

Para el análisis de los resultados se aplicó ANOVA, diagrama de Pareto y efectos principales, así como superficie de respuesta y optimización del proceso.

Capítulo 3

ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1. Biodegradación en un reactor biológico con membranas sumergidas (BRM)

Se inició con una caracterización del agua residual, la cual se muestra en la **Tabla 3.1**, dicha caracterización fue realizada por el laboratorio de calidad del agua del IMTA. Se puede observar que el valor de color aparente es de 50 000 UPt-Co, la DQO a 3 561 mg L⁻¹, así como una alta cantidad de SST con un valor de 4 933 mg L⁻¹, debido a esto fue que se tomó la decisión de implementar el proceso de sedimentación, logrando disminuir los valores a 2 524 UPt-Co, 2 116 mg L⁻¹ y 200±50 mg L⁻¹, para color, DQO y SST respectivamente. Además, el proceso de sedimentación ayudó a lograr un influente más clarificado. En esta tabla también se puede observar que el valor de sulfuros totales corresponde a 103 mg L⁻¹, debido a que, en el proceso de producción de la industria, tiñen con colorantes negro directo sulfuroso y azul índigo.

3.1.1. Operación del BRM: determinación de flux crítico y subcrítico

Para realizar una adecuada operación del BRM, se realizaron pruebas hidráulicas utilizando agua desionizada, agua residual y biomasa a diferentes concentraciones, esto con la finalidad de determinar el estado del módulo de membranas, así como el flux crítico y subcrítico, observando el comportamiento del flux y la PTM del sistema a través del tiempo.

Tabla 3.1. Caracterización de agua residual de la industria textil

| Parámetros | Método de análisis | Resultado |
|--------------------------------|---|--|
| Alcalinidad total | NMX-AA.036-SCFI-2001 | 3 561 mg L ⁻¹ CaCO ₃ |
| Bicarbonatos | CAQAF6-08 | 4 344 mg L ⁻¹ |
| Carbonatos | CAQAF6-08 | <1.31 mg L ⁻¹ |
| Cloruros totales | NMX-AA-073-SCFI-2001 | 86.9 mg L ⁻¹ |
| Color aparente (pH 8.08) | CAQAF6-11 | 50 000 UPt-Co |
| Color verdadero (pH 8.9) | NMX-AA-045-SCFI-2001 | 250 UPt-Co |
| DBO ₅ | NMX-AA-028-SCFI-2001 | 2157 mg L ⁻¹ |
| DQO | NMX-AA-030/2-SCFI-2011 STANDARD METHODS SECCIÓN 3500 | 6134 mg L ⁻¹ |
| Dureza de calcio | Ca B. Edición 1998 | 734 mg L ⁻¹ CaCO ₃ |
| Dureza de magnesio | NMX-AA-072-SCFI-2001 STANDARD METHODS SECCIÓN 3500 Ca D. Edición 1998 | 255 mg L ⁻¹ CaCO ₃ |
| Dureza total | NMX-AA-072-SCFI-2001 | 992 mg L ⁻¹ CaCO ₃ |
| Fenoles totales | NMX-AA-050-SCFI-2001 | 0.1949 mg L ⁻¹ |
| Fluoruros | NMX-AA-077-SCFI-2001 | 2.38 mg L ⁻¹ |
| Fosfato total | NMX-AA-029-SCFI-2001 | 199 mg L ⁻¹ |
| Grasas y aceites | IMTA-CAQAF6-23 | 1 128 mg L ⁻¹ |
| Ion sulfato | NMX-AA-074-SCFI-2014 STANDARD METHODS SECCIÓN 4500 | 1 930 mg L ⁻¹ |
| N-NH ₄ ⁺ | N-NH ₄ 20a Edición 1995 | 9.56 mg L ⁻¹ |
| N-NO ₂ ⁻ | NMX-AA-099-SCFI-2006 | <0.0200 mg L ⁻¹ |
| N-NO ₃ ⁻ | NMX-AA-079-SCFI-2001 | <0.100 mg L ⁻¹ |
| NTK | IMTA-CAQAF6-61 | 171 mg L ⁻¹ |
| Ortofosfatos disueltos | CAQAF6-22 | <0.92 mg L ⁻¹ |
| SAAM | NMX-AA-039-SCFI-2001 | 3.42 mg L ⁻¹ |
| SST | NMX-AA-034-SCFI-2015 | 4 933 mg L ⁻¹ |
| SSV | NMX-AA-034-SCFI-2015 | 2 367 mg L ⁻¹ |
| Sulfuros totales | CAQAF6-40 | 103 mg L ⁻¹ |

Para la determinación de las condiciones críticas y sub-críticas se realizaron pruebas durante 180 minutos, realizando incrementos de flujo cada 30 minutos, registrando el flux y la PTM cada 5 minutos. En la **Figura 3.1.** se muestra el comportamiento de la PTM con respecto al aumento del flux, utilizando biomasa con una concentración de SST de 1 980 mg L⁻¹, se puede observar que a un flux de 20 L m⁻² h⁻¹, se tiene un aumento en la PTM de 8 KPa, con esta prueba se comprobó que el módulo de membrana responde bien a caudales altos (104 mL min⁻¹), llegando a una PTM máxima de 12 KPa, de la misma manera se puede observar que al minuto 90, el flux empezó a disminuir y la PTM

se mantuvo constante, y a partir del minuto 120 empezó a aumentar debido a la colmatación de la membrana.

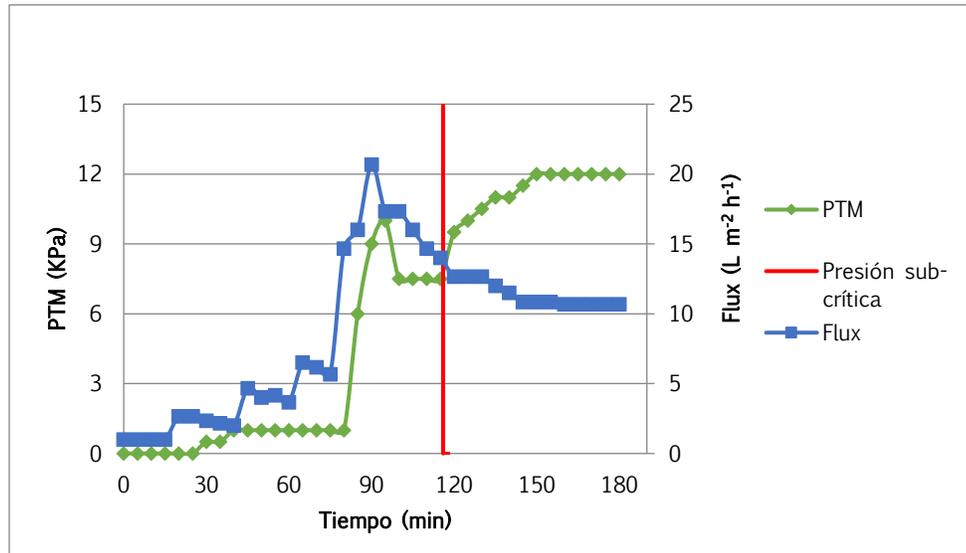


Figura 3.1. Comportamiento de la PTM y el flux con licor mezcla a una concentración de SST de 1980 mg L⁻¹

Ahora bien, en la **Figura 3.2** se representa una prueba realizada durante 355 minutos con una concentración de SST de 4 020 mg L⁻¹, en esta prueba se inició con el caudal más bajo de la bomba peristáltica: 11 mL min⁻¹ correspondiente a un flux de 1.8 L m⁻² h⁻¹, en la gráfica se muestra un comportamiento lineal de la PTM, la cual se mantuvo hasta llegar al minuto 280, a partir de ese minuto el flux empezó a disminuir y la PTM a aumentar. Por lo tanto, las condiciones subcríticas de operación para evitar ensuciamiento y colmatación en la superficie del módulo de membrana deben ser menores a 6.5 L m⁻² h⁻¹, y a una presión de 10.66 KPa.

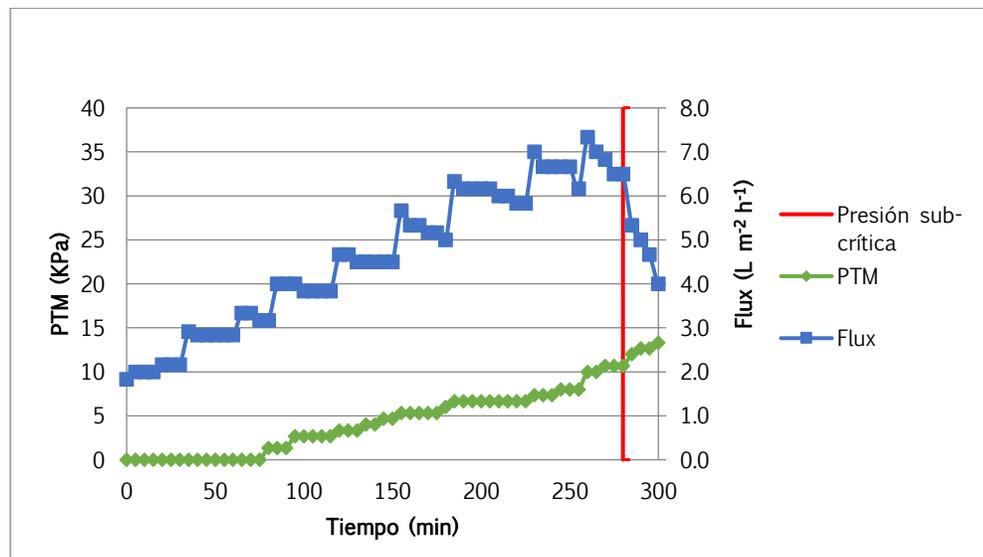


Figura 3.2. Comportamiento de la PTM y el flux con licor mezcla a una concentración de SST de 4020 mg L⁻¹

Tal como se describió en la metodología, para controlar el ensuciamiento del módulo de membrana, se seleccionó un ciclo de succión de 2.5 minutos por 40 segundos de retrolavado, además de realizar una limpieza química cada dos semanas con una solución de hipoclorito de sodio (500 mg L^{-1}) sumergiendo el módulo durante 4 horas.

3.1.2. Evaluación del sistema

Para la puesta en marcha del sistema de biodegradación en el reactor biológico con membranas sumergidas, se inoculó biomasa proveniente de un reactor de lodos activados, como se mencionó en la metodología. La aclimatación de la biomasa se llevó a cabo durante 50 días, manteniendo un caudal en el influente de $5.6 \pm 0.3 \text{ L d}^{-1}$, con TRH de 24.8 horas y TRS promedio de 29 días. A continuación, se presentan los resultados obtenidos para los parámetros de campo.

3.1.2.1. Parámetros de campo

Se registraron los parámetros de campo: pH, temperatura, OD, y C.E, durante los 222 días de operación en el sistema biológico, los resultados se muestran en las **Figura 3.3 a 3.6**. Para el caso del pH, en la **Figura 3.3**, se puede observar que los valores oscilan entre 7.5 y 8.5, para los tres puntos monitoreados, influente, licor mezcla y efluente, a pesar de no encontrarse en el intervalo óptimo de operación de un sistema de lodos activados, que se encuentra entre 6.5 y 7.5 (Metcalf y Eddy, 2003), se tuvieron porcentajes de degradación significativos, como se mostrará en la siguiente sección. De igual manera el caso de temperatura (**Figura 3.4**) el perfil en los tres puntos monitoreados, mantuvo un rango entre 22 y 25 °C hasta la fase 2, posterior a esta, se apreció un incremento de temperatura debido al cambio de estación, registrando valores entre 24 y 28 °C, es importante mencionar que estos valores se encuentran dentro de la temperatura óptima para un buen nivel de actividad de las bacterias en el sistema, ubicándose en un ambiente mesofílico, de 15 a 40°C (López-Vazquez *et al.*, 2017).

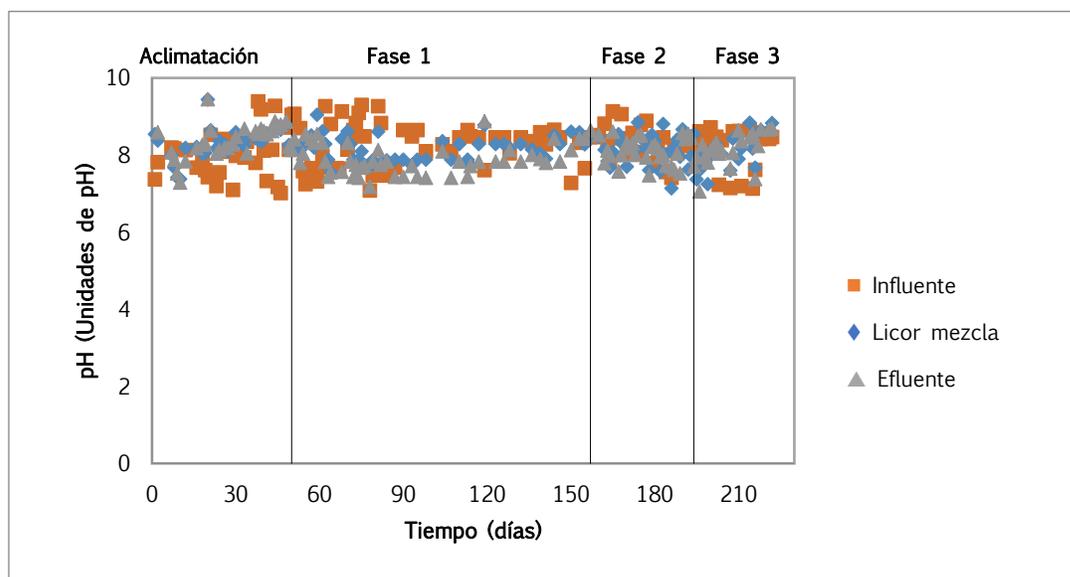


Figura 3.3 Valores de pH en los tres puntos monitoreados del sistema

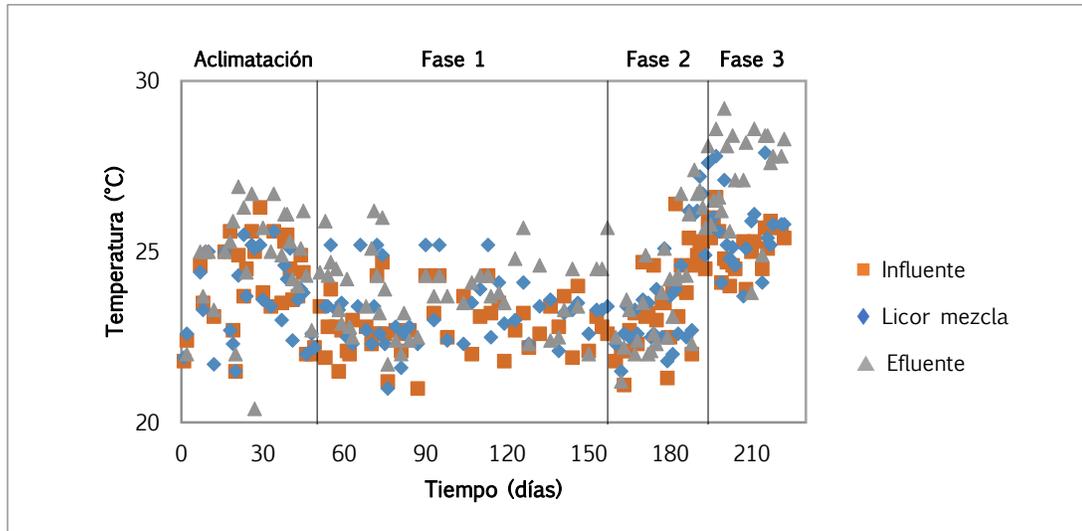


Figura 3.4 Perfil de temperatura en los tres puntos monitoreados del sistema

En la Figura 3.5 se muestra el parámetro de O.D., que únicamente fue monitoreado en el licor mezcla con la finalidad de mantener condiciones óptimas para la población aerobia, asegurando un OD igual o mayor a 2 mg L^{-1} , dando un promedio de 6.4, 5.8, 6.7 y 6.0 mg L^{-1} , para la aclimatación, fase 1, 2 y 3 respectivamente. La Figura 3.6 muestra los registros para la C.E., la cual muestra un aumento conforme la dilución de agua textil va disminuyendo, se inició con un valor de $1\ 200 \mu\text{S cm}^{-1}$ antes de la aclimatación y posterior a ella se tienen fluctuaciones entre $4\ 000$ y $6\ 000 \mu\text{S cm}^{-1}$, para la fase experimental 1, esto se debe principalmente a que el influente fue agua textil sin diluciones la cual contiene una cantidad considerable de iones (ion sulfato $1\ 930 \text{ mg L}^{-1}$), de acuerdo con la caracterización presentada en la Tabla 3.1. También se muestran incrementos y decrementos durante la fase 2 y 3, desde $4\ 600$ hasta $7\ 900 \mu\text{S cm}^{-1}$, lo que se atribuye a que el agua residual fue de diferentes lotes.

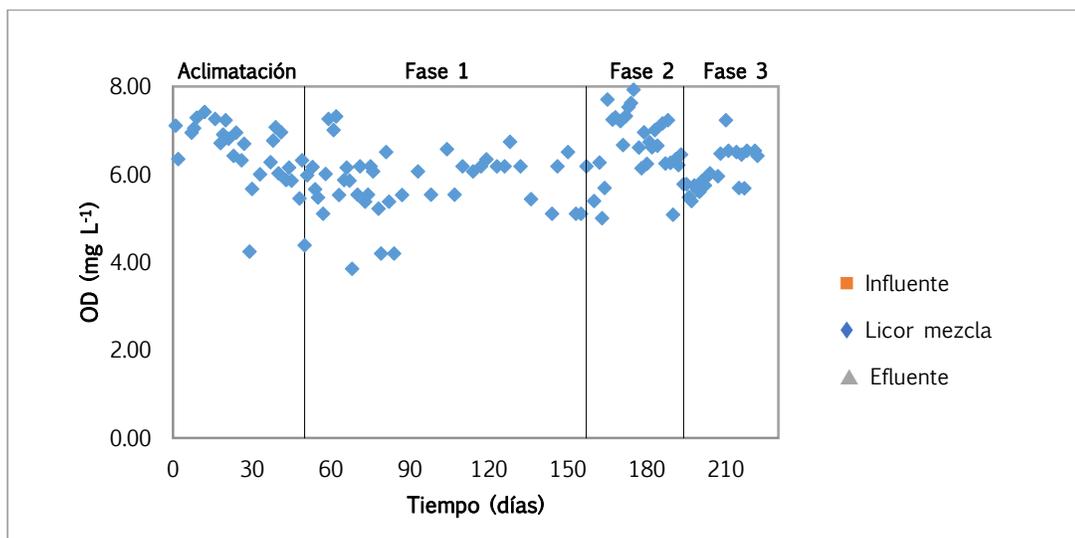


Figura 3.5 Concentración de oxígeno disuelto en los tres puntos monitoreados del sistema

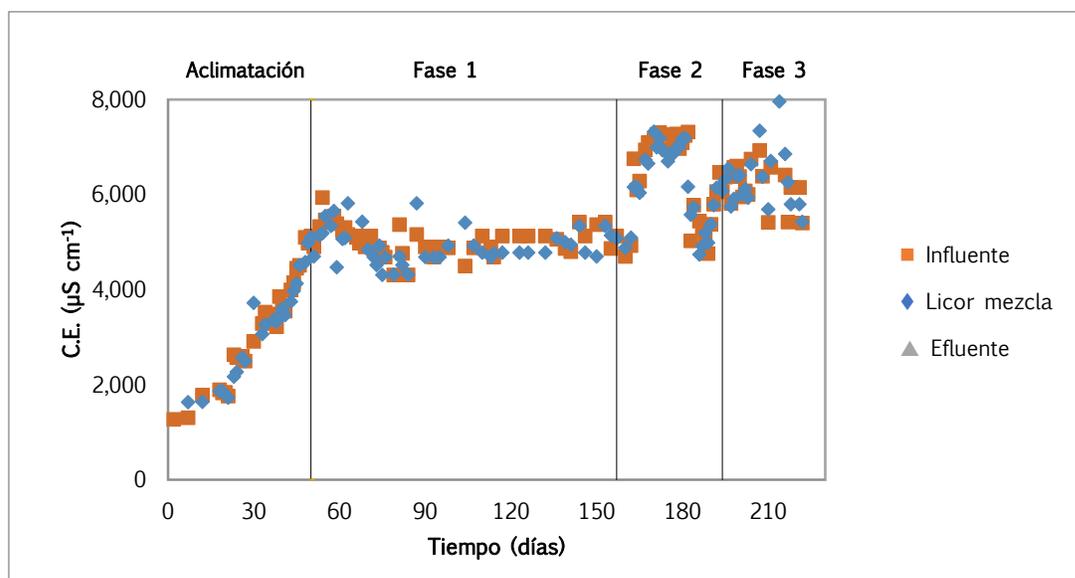


Figura 3.6 Perfil de conductividad eléctrica en los tres puntos monitoreados del sistema

En la Tabla 3.2 se presentan los valores promedio monitoreados tanto para la fase de aclimatación, como para las tres fases experimentales.

Tabla 3.2. Valores promedio para cada fase del proceso experimental

| Punto muestreado | Aclimatación | | | | Fase 1 | | | |
|------------------|--------------|--------------------|--------------------|-----------------------|-------------|--------------------|--------------------|-----------------------|
| | pH | T | OD | C.E. | pH | T | OD | C.E. |
| | Unidades pH | $^{\circ}\text{C}$ | mg L^{-1} | $\mu\text{S cm}^{-1}$ | Unidades pH | $^{\circ}\text{C}$ | mg L^{-1} | $\mu\text{S cm}^{-1}$ |
| Influente | 8.0±0.6 | 24±1.3 | ^a | 3,145±1,177 | 8.3±0.6 | 23±0.8 | ^a | 4,982±316 |
| Licor mezcla | 8.3±1.3 | 24±1.3 | 6.4±0.8 | 3,189±1,068 | 8.2±0.3 | 23±1.0 | 5.8±0.7 | 4,877±373 |
| Efluente | 8.4±1.6 | 25±1.6 | ^a | 3,292±1,029 | 8.0±0.4 | 24±1.1 | ^a | 4,969±496 |

| Punto muestreado | Fase 2 | | | | Fase 3 | | | |
|------------------|-------------|--------------------|--------------------|-----------------------|-------------|--------------------|--------------------|-----------------------|
| | pH | T | OD | C.E. | pH | T | OD | C.E. |
| | Unidades pH | $^{\circ}\text{C}$ | mg L^{-1} | $\mu\text{S cm}^{-1}$ | Unidades pH | $^{\circ}\text{C}$ | mg L^{-1} | $\mu\text{S cm}^{-1}$ |
| Influente | 8.3±0.4 | 24±1.4 | ^a | 6,306±909 | 8.2±0.6 | 25±0.7 | ^a | 6,487±1,029 |
| Licor mezcla | 8.2±0.4 | 24±1.7 | 6.7±0.8 | 6,195±809 | 8.1±0.5 | 26±1.1 | 6.0±0.5 | 6,432±798 |
| Efluente | 8.1±0.3 | 24±1.9 | ^a | 6,396±910 | 8.2±0.4 | 27±1.4 | ^a | 6,720±951 |

^a valor no determinado

3.1.2.2. Seguimiento de la biomasa en reactor BRM

Con relación a la concentración de biomasa dentro del reactor, se determinaron SSTLM y SSVLM, obteniendo los datos que se muestran en la Figura 3.7., en la que se observa un crecimiento de la biomasa en la etapa de aclimatación, posteriormente, la biomasa sufre un decaimiento muy notorio, lo cual se atribuye a los diferentes lotes que se utilizaron

durante la operación. En la gráfica se señalan los nuevos lotes de agua residual con líneas punteadas, marcados en los días de operación 36, 58, 72, 105, 152, 184 y 203. Cabe señalar que el lote utilizado en el día 72 produjo espuma en el reactor, debido a la presencia de surfactantes, por lo que se presentaron pérdidas considerables de biomasa. No obstante, en promedio se registraron valores de 6 306 mg L⁻¹ y 4 446 mg L⁻¹ de SST y SSV respectivamente en la fase 1; 6 412 mg L⁻¹ de SST y 4 634 mg L⁻¹ de SSV en la fase 2 y finalmente para la fase 3 el promedio de SST fue de 4 281 mg L⁻¹ de SST y 4 675 mg L⁻¹ de SSV. Cabe mencionar que estos valores se encuentran en el rango de operación típico de un BRM (Stephenson *et al.*, 2000) tal como se mostró en la **Tabla 1.6**, incluso los valores que se registraron por encima del promedio (cerca de 15,300 mg L⁻¹ para SST), pueden ser operables en un BRM, puesto que este tipo de reactores soporta concentraciones de SST de hasta 20 000 mg L⁻¹.

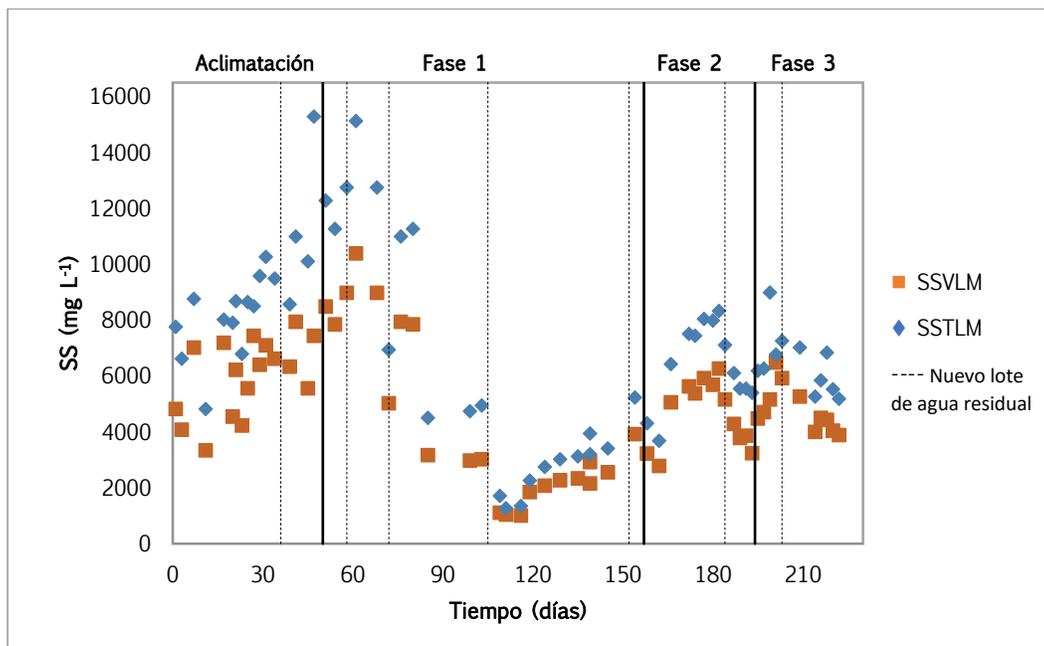


Figura 3.7. Concentración de la biomasa dentro del reactor

3.1.2.3. Degradación de materia orgánica y remoción de color en el sistema experimental, seguimiento de la concentración de biomasa y relación alimento microorganismo

La degradación de materia orgánica en el biorreactor de membrana se determinó mediante el parámetro de DQO. En la **Figura 3.8.** se presentan los valores obtenidos durante el seguimiento del periodo correspondiente a la aclimatación y a las tres fases consecutivas del sistema.

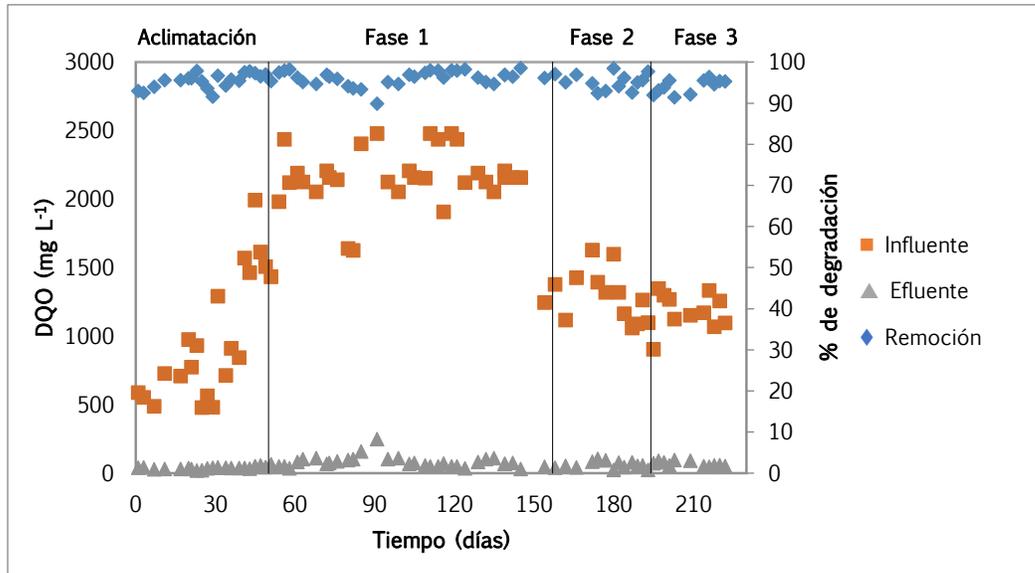


Figura 3.8. Valores de DQO en el influente y efluente del reactor

En la Figura 3.8 se puede observar que los valores de DQO para el influente, presentaron un aumento durante la fase de aclimatación, iniciando con un valor de 589 mg L^{-1} y finalizando con $1\,500 \text{ mg L}^{-1}$, de ahí en adelante se observan valores que oscilan mayormente entre los $1\,900$ a $2\,500 \text{ mg L}^{-1}$, esto se debe a que en esta primera fase de estabilización, el influente fue agua textil directa sin diluciones. Se puede observar también que al finalizar la fase 1, los datos que se registraron sobre el influente se encuentran por debajo de los $1\,700 \text{ mg L}^{-1}$, lo cual se atribuye a que se utilizaron nuevos lotes de agua residual textil para continuar con el proceso experimental, por lo que el promedio de cada fase fue de 959 mg L^{-1} , $2\,116 \text{ mg L}^{-1}$, $1\,297 \text{ mg L}^{-1}$ y $1\,184 \text{ mg L}^{-1}$, para la aclimatación, fases 1, 2 y 3, respectivamente. De la misma manera se puede observar el comportamiento de la DQO del efluente que se mantuvo constante con una DQO promedio global de 62 mg L^{-1} , durante las cuatro fases. El porcentaje de degradación mantuvo un comportamiento lineal superior al 92% desde el primer día de operación. El valor promedio global durante las tres fases fue de 95.2%. En la Tabla 3.3 se muestra un resumen de los valores promedio de DQO para el influente, efluente y porcentajes de degradación en cada una de las fases experimentales del BRM.

Tabla 3.3. Valores promedio de DQO del proceso experimental del BRM

| Fases experimentales | Influente (mg L^{-1}) | Efluente (mg L^{-1}) | % degradación |
|----------------------|----------------------------------|---------------------------------|---------------|
| Aclimatación | 960 | 37 | 95.5 |
| 1 | 2,117 | 80 | 96.2 |
| 2 | 1,297 | 60 | 95.3 |
| 2 | 1,184 | 69 | 94.1 |

Para el caso de color, los resultados se muestran en la **Figura 3.9**, se observa un incremento de color medido como unidades platino cobalto (UPt-Co) en el influente durante la fase de aclimatación desde 700 hasta 5 000 UPt-Co, para la fase 1 los valores oscilaron mayormente en un intervalo de 2 000 a 3 200 UPt-Co, para la fase 2 y 3, el intervalo fue muy similar, entre 705 y 1 200 UPt-Co. Para el caso del permeado, el valor más bajo registrado durante toda la etapa experimental fue de 81 UPt-Co (en la tercera fase) y el más alto fue de 212 UPt-Co (en la primera fase), cabe señalar que en las tres fases los valores se mantuvieron por debajo de 220 UPt-Co.

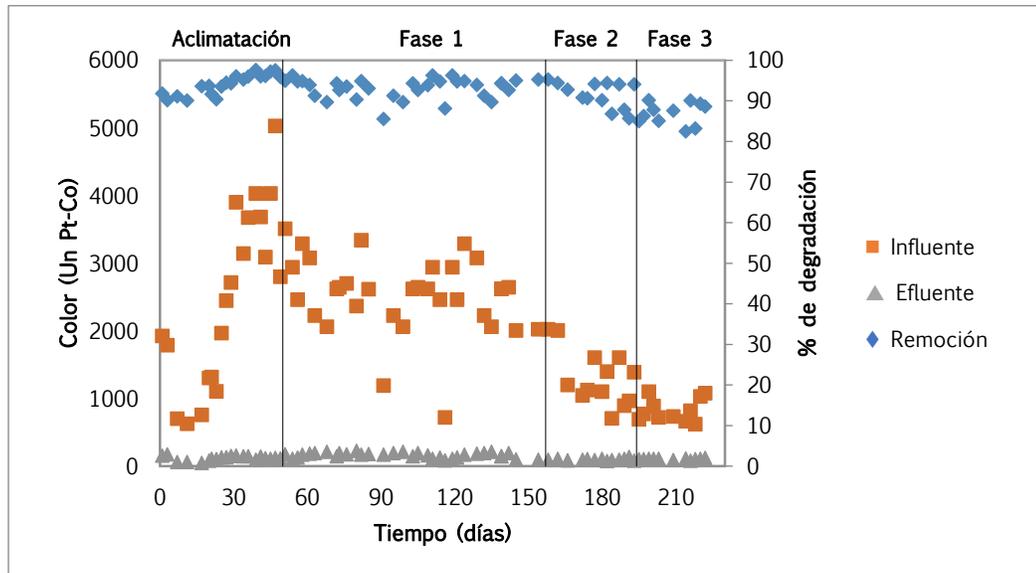


Figura 3.9. Valores de color en el influente y efluente del reactor BRM

Ahora bien, la remoción de color en el sistema experimental fue superior al 88% durante la fase 1, dando como valor promedio 93.2%, no así para la fase 2 y 3, donde se observa un ligero decremento del porcentaje registrando un 82% como valor mínimo. Sin embargo, los porcentajes promedio fueron de 91.7% para la fase 2 y 86.6% para la fase 3, esto se atribuye nuevamente a los diferentes lotes de agua residual que se utilizaron como influente. En la **Tabla 3.4** se muestran los valores promedio de color para las tres fases experimentales.

Tabla 3.4. Valores promedio de color del proceso experimental del BRM

| Fases experimentales | Influente (UPt-Co) | Efluente (UPt-Co) | % degradación |
|----------------------|--------------------|-------------------|---------------|
| Aclimatación | 2,502 | 118 | 94.2 |
| 1 | 2,524 | 162 | 93.2 |
| 2 | 1,313 | 99 | 91.7 |
| 2 | 830 | 105 | 86.9 |

Durante las tres fases, el sistema operó con un caudal promedio de 5.6 L d^{-1} para la aclimatación, se registró un promedio de DQO de 960 mg L^{-1} , por lo que la relación A/M promedio fue de $0.15 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$. Para la fase 1 se registró una DQO promedio de 2117 mg L^{-1} , operando con un caudal de 5.0 L d^{-1} , obteniendo una relación A/M de $0.6 \text{ mg DQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$.

Para la fase 2 la DQO promedio fue de 1297 mg L^{-1} con un caudal de 9.8 L d^{-1} dando una relación A/M de $0.21 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$ y para la última fase la DQO promedio fue de 1184 mg L^{-1} , caudal de 15.1 L d^{-1} y una relación A/M de $0.3 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$.

Además, se calculó la relación alimento/microorganismo (A/M), la cual indica la cantidad de materia orgánica que entra al reactor como DQO y su relación con la cantidad de microorganismos en el sistema medidos como SST, este es un parámetro de referencia, el cual busca controlar la masa de lodos en el sistema, ajustando la concentración de SST a un valor específico (López-Vazquez *et al.*, 2017, Metcalf y Eddy, 2003).

Los datos obtenidos se muestran en la **Figura 3.10.**, como se puede observar los valores se encuentran en un rango de entre $0.18 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$ y $0.7 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$ para la fase 1, con valores extraordinarios de $1.15 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$ debido a fallas técnicas con la bomba peristáltica de la succión en el sistema experimental. Sin embargo, para las fases 2 y 3 se obtuvieron en su mayoría, resultados en un intervalo de $0.12 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$ y $0.31 \text{ mg DQOmgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$, los cuales se encuentran en dentro del rango típico de operación de un BRM (0.1 a $0.4 \text{ mgDQO mgSST}^{-1} \text{ d}^{-1}$) de acuerdo con la **Tabla 1.6** (Stephenson *et al.* (2000).

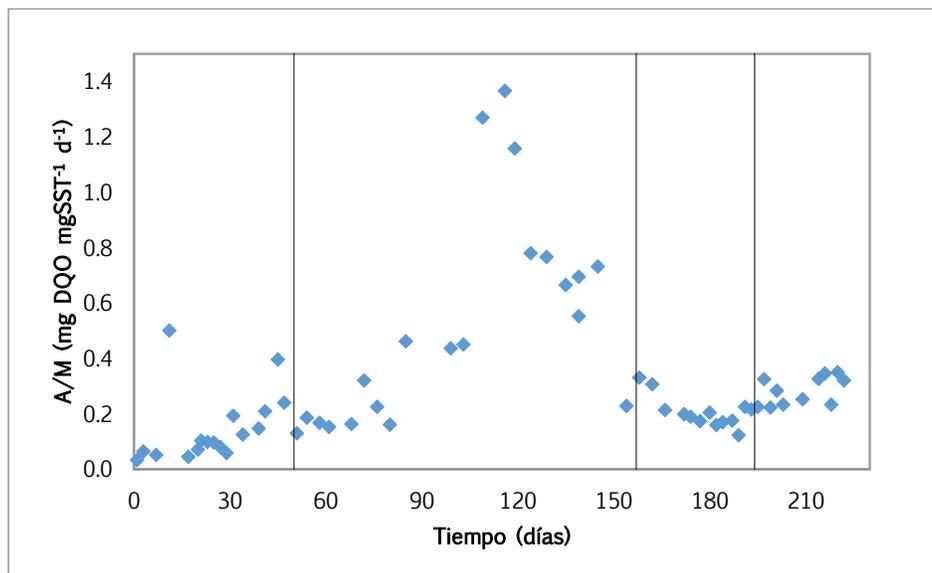


Figura 3.10. Variación de la relación A/M durante las fases experimentales

Los datos obtenidos indican que una vez estabilizado el proceso biológico en el BRM se pueden lograr porcentajes de degradación de materia orgánica superiores al 94% y remociones de color por encima del 86% con TRH de hasta 7.9 horas y TRS de 10 días, estos datos son menores que los reportados en diferentes estudios tales como Thanh *et al.*, (2012) quienes evaluaron el tratamiento de aguas residuales provenientes del proceso de teñido de una industria textil en un BRM. Las condiciones de operación fueron las siguientes: SSTLM de 6 000 a 9 000 mg L⁻¹, COV de 1.4 a 1.7 kg DQO m⁻³ d⁻¹. Los resultados mostraron que la eficiencia máxima de remoción de color fue de 50% y para la degradación de materia orgánica fue de 60 a 94%. De la misma manera Deowan *et al.*, (2013) investigaron el tratamiento de BRM para aguas residuales textiles sintéticas en un prototipo a escala piloto, logrando una eficiencia de degradación de materia orgánica medida como DQO de 90% y para la remoción de colorantes rojo y azul, lograron porcentajes de entre 25-70% y 20-50% respectivamente. El volumen efectivo del reactor fue de 57 L con TRH de 40-80 horas y SSTLM de 12 000 mg L⁻¹. Así mismo, en el estudio reportado por Yurtsever, *et al.*, (2015) se trataron aguas residuales textiles sintéticas, se evaluó un BRM obteniendo porcentajes de degradación de materia orgánica de 97% y remoción de color de entre 30 y 50%. Las condiciones de operación fueron con TRS de 30 días, TRH de 24 horas y manteniendo una concentración de SSTLM de 2000 mg L⁻¹.

3.1.2.4. Remoción de nitrógeno y fósforo

Durante el proceso experimental se dio seguimiento al nitrógeno amoniacal, así como su remoción, los datos se presentan en la Figura 3.11 y Tabla 3.5, como se observa las concentraciones de nitrógeno amoniacal fluctúan demasiado en el influente de la fase de aclimatación, registrando valores entre los 9 y 46 mg L⁻¹. Sin embargo, en la fase 1, el intervalo de variación disminuyó considerablemente entre 7 y 15 mg L⁻¹, con un promedio de 9.6 mg L⁻¹. Para la fase 2 y 3 el rango de variación fue mayormente entre 1.5 y 4.5 mg L⁻¹ con un promedio de 3.8 mg L⁻¹ y 4.0 mg L⁻¹, respectivamente.

En el caso del efluente, no se observaron fluctuaciones extremas, determinando valores entre 0.4 mg L⁻¹ y 1.2 mg L⁻¹ durante los 222 días de operación, con promedios de 0.9 mg L⁻¹ para la fase 1, 0.5 mg L⁻¹ para la fase 2 y 0.4 mg L⁻¹ para la fase 3. Los porcentajes de remoción resultaron satisfactorios desde el día uno de operación, alcanzando remociones entre 85 y 99 % durante las tres fases, teniendo un promedio de 91.7%, lo que indica que se tiene un buen desarrollo de microorganismos nitrificantes, mismas que de acuerdo con Judd *et al.* (2017), se promueven debido a la operación de altas concentraciones de sólidos suspendidos en el licor mezcla, por lo que mejora la eliminación de amoníaco.

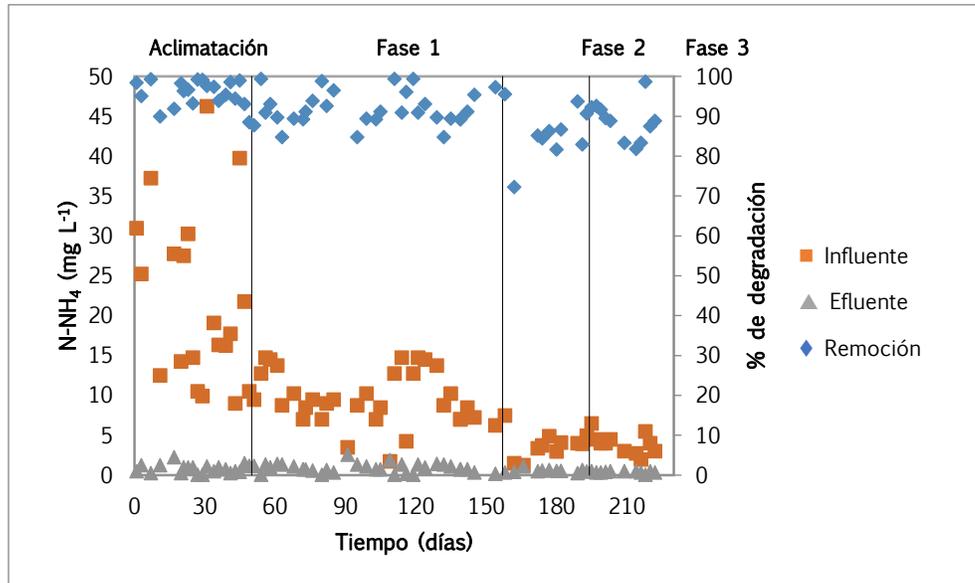


Figura 3.11. Valores obtenidos para nitrógeno amoniacal en el influente y efluente

Las concentraciones de nitritos y nitratos fueron medidas únicamente en el efluente, los promedios de ambos se muestran en la Figura 3.12 y Tabla 3.6 para las tres fases del proceso experimental. Se puede observar que los valores de nitratos son superiores a los de nitritos, lo que indica que se lleva a cabo de manera satisfactoria el proceso de nitrificación.

Cabe resaltar que las bacterias nitrificantes son muy sensibles y pueden resultar inhibidas a altas concentraciones de amoníaco y de ácido nitroso, siendo también importante el efecto del pH (Metcalf y Eddy, 2003), por lo mismo, este parámetro fue monitoreado diariamente, manteniéndose entre el rango establecido para llevarse a cabo el proceso de nitrificación, entre 7.5 y 8.5 (Ekama y Wentzel, 2017). De igual manera, fue fundamental determinar la concentración de OD, ya que de ello depende también el proceso de nitrificación, si el nivel de OD es inferior a 1 mg L^{-1} , el oxígeno se convierte en una limitante del proceso, y la velocidad del proceso disminuye (Metcalf y Eddy, 2003, Ekama y Wentzel, 2017).

Tabla 3.5. Valores promedio de N-NH_4 del proceso experimental del BRM

| Fases experimentales | Influente (mg L^{-1}) | Efluente (mg L^{-1}) | % Remoción |
|----------------------|----------------------------------|---------------------------------|-----------------|
| Aclimatación | 21.9 ± 10.8 | 0.8 ± 0.6 | 95.8 ± 3.2 |
| 1 | 9.6 ± 3.4 | 0.9 ± 0.6 | 86.8 ± 18.4 |
| 2 | 3.8 ± 1.7 | 0.5 ± 0.2 | 79.4 ± 6.6 |
| 2 | 4.0 ± 1.3 | 0.4 ± 0.1 | 89.0 ± 4.9 |

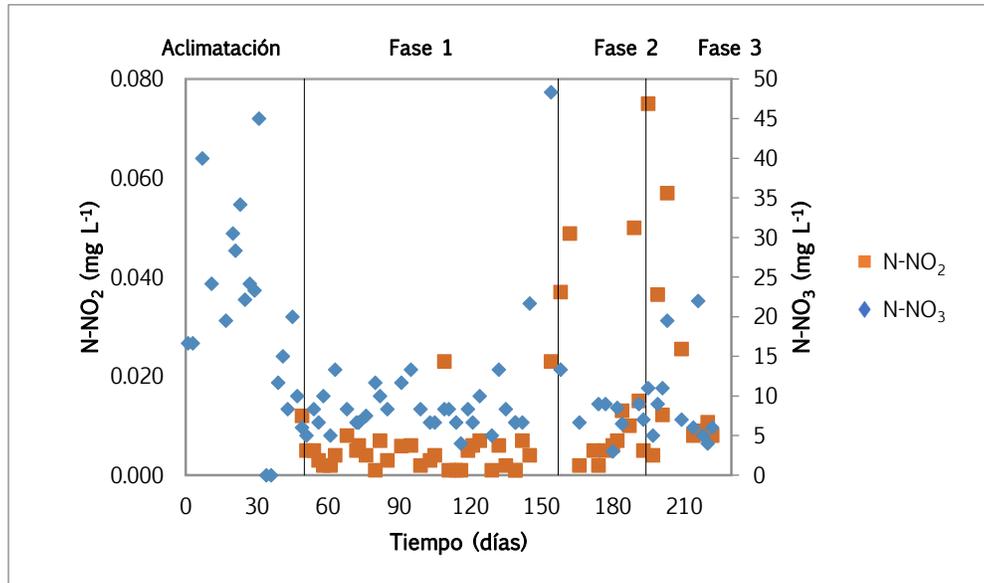


Figura 3.12. Valores obtenidos para nitritos y nitratos en el efluente del BRM

Tabla 3.6. Valores promedio de N-NO₂ y N-NO₃ en el efluente del BRM

| Fases experimentales | N-NO ₂ (mg L ⁻¹) | N-NO ₃ (mg L ⁻¹) |
|----------------------|---|---|
| Aclimatación | 25.9±18.5 | 19.8±12.1 |
| 1 | 0.005±0.005 | 9.8±7.7 |
| 2 | 0.016±0.016 | 8.0±2.8 |
| 3 | 0.023±0.023 | 9.6±6.0 |

Para el caso de remoción de fósforo, se evaluó como ortofosfatos en el influente y efluente del reactor únicamente en la aclimatación y fase 1, como se observa en la Figura 3.13 los valores tienen fluctuaciones en el influente entre 5 y 43 mg L⁻¹, con un promedio de 12.3 mg L⁻¹ para aclimatación y 14.6 mg L⁻¹ para la primera fase. De la misma manera se observa que los valores registrados en el efluente se encuentran entre los 4 y 19 mg L⁻¹, teniendo un promedio de 11.3 mg L⁻¹ para la aclimatación y 7.9 mg L⁻¹ para la primera fase.

Cabe destacar que la relación C:N:P no se cumplió, ya que en la caracterización del agua residual textil (Tabla 3.1) se tiene un valor para DQO de 6 134 mg L⁻¹, NTK de 171 mg L⁻¹ y para fosfato total de 199 mg L⁻¹, con lo cual se calculó una relación de 100:2.78:3.24. Sin embargo, al aplicarle el pretratamiento mediante sedimentación, los valores del influente disminuyeron considerablemente a 2 117 mg L⁻¹ para DQO, 9.6 mg L⁻¹ para N-NH₄ y 12.3 mg L⁻¹ para fósforo como ortofosfato, por lo que la relación C:N:P del influente que ingresó al BRM en la primera fase fue de 100:0.45:0.58.

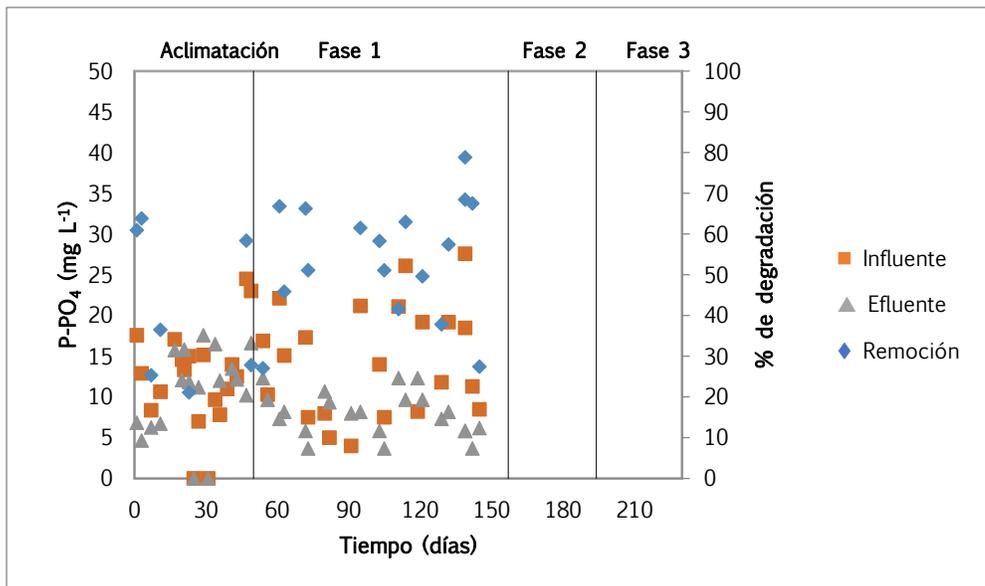


Figura 3.13. Valores de fósforo como ortofosfato en el influente y efluente del reactor

3.2. Biodegradación en reactores biológicos secuenciales (RBS)

La degradación de materia orgánica y la remoción de color en los reactores biológicos secuenciales se determinaron de la misma manera que para el BRM. Los valores obtenidos durante el seguimiento del proceso ya estabilizado fueron con una carga orgánica de $1.2 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$, tiempo de ciclo de 24 horas y TRS de 19 días. Para la degradación de materia orgánica, en la Figura 3.14, se puede observar una degradación por encima del 90% para ambos reactores, siendo 94% y 95% los porcentajes promedio para R1 y R2, respectivamente. Los resultados obtenidos en los efluentes fueron de 134 mg L^{-1} para R1 y 103 mg L^{-1} para R2. De la misma manera los datos de color se muestran en la Figura 3.15, donde se observa que los porcentajes de degradación se localizan entre 75% y 90%, registrando valores promedio de 84% y 86% para R1 y R2, respectivamente. En el efluente del R1 se obtuvo un promedio de 311 UPt-Co y para el R2 el promedio fue de 276 UPt-Co.

Dichos datos se pueden comparar con los obtenidos por Nawaz y Ahsan (2014), quienes evaluaron el tratamiento de agua residual textil en sistemas biológicos entre ellos un convencional de lodos activados con un TRH de 8 horas, TRS de 30 días logrando una degradación de materia orgánica de 57%, una remoción de color de 37% y una remoción de SST de 68%, comparando estos resultados con los obtenidos en un RBS en donde se aplicó aireación por 6.75 h, sedimentación durante 0.75 h, TRH de 8 h, logrando degradación de materia orgánica de 74%, remoción de color y SST de 84.5% y 74.6%, respectivamente. De esta manera, se puede demostrar que con las condiciones propuestas para el sistema RBS se logran mejores resultados tanto para la degradación de materia orgánica como para la remoción de color. En la Tabla 3.7, se presenta un resumen de los resultados obtenidos.

Tabla 3.7. Valores promedio de datos correspondientes al RBS durante 42 días de operación

| Reactor | DQO | | Color | | SSTLM | A/M | | COV |
|---------|--------------------|------------------|--------|------------------|--------------------|-----------------|-------------------------------------|--|
| | mg L ⁻¹ | % de degradación | Upt-Co | % de degradación | mg L ⁻¹ | mgDQO 1SSTLM | mg ⁻¹ d ⁻¹ | kg DQO/m ³ - día ⁻¹ |
| R1 | 134 | 94 | 311 | 84 | 10,331 | 0.15 | | 1.2 |
| R2 | 103 | 95 | 276 | 86 | 10,670 | 0.14 | | 1.2 |

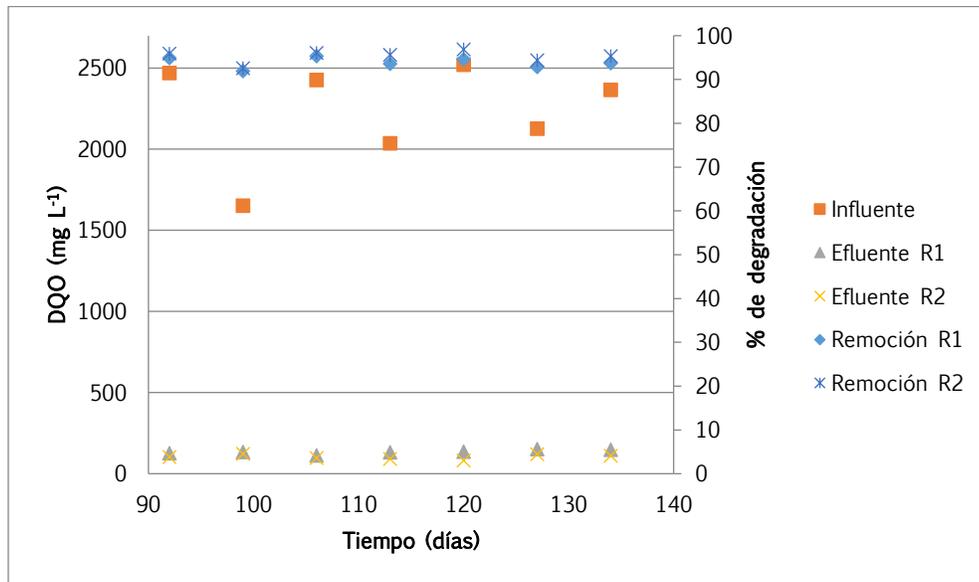


Figura 3.14. Valores de DQO en el influente y efluente del RBS

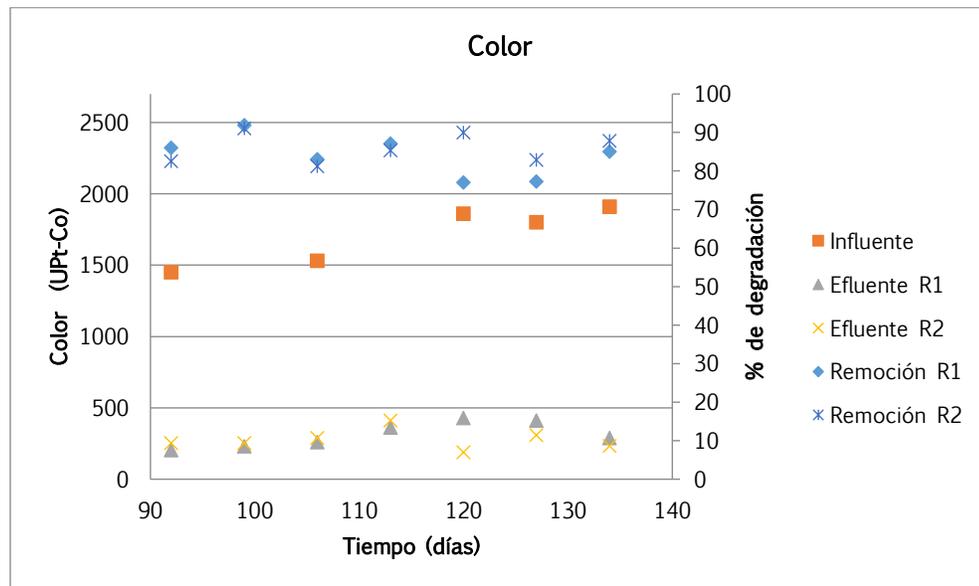


Figura 3.15. Valores de color en el influente y efluente del RBS

3.3. Oxidación electroquímica con efluentes de tratamientos aerobios

Para identificar los factores más significativos en este siguiente tratamiento, se realizaron pruebas preliminares, se utilizó un reactor cilíndrico con un volumen efectivo de 1.4 L y se determinó la DQO a tres intensidades de corriente 0.5 A, 3 A y 5 A, durante 120 minutos, con un flujo de recirculación de 800 mL min^{-1} . La **Figura 3.16** muestra el comportamiento de DQO, donde se muestra que los valores disminuyen al aumentar la intensidad de corriente, obteniéndose valores cercanos entre la intensidad de corriente de 3 A y 5 A al finalizar los 120 minutos de cada experimento.

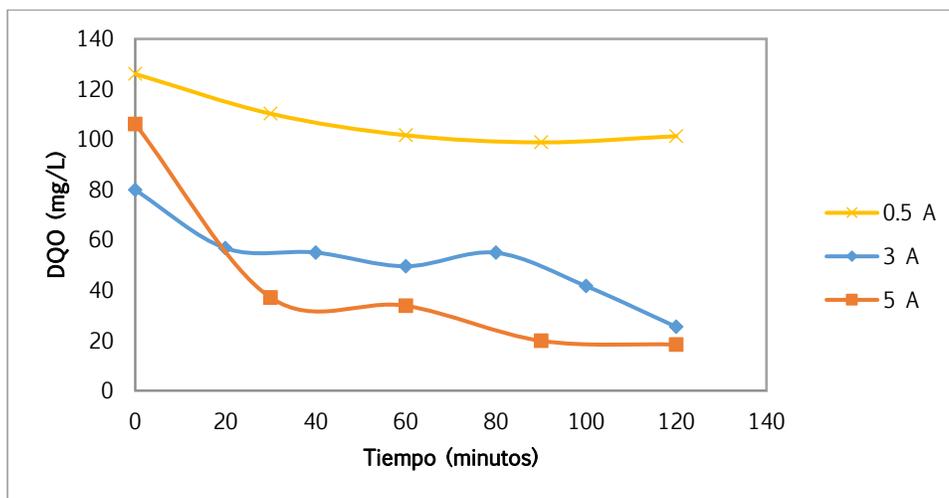


Figura 3.16. Perfil de DQO determinado durante 120 min a tres intensidades de corriente

Ahora bien, en la **Figura 3.17** se muestra el comportamiento del color en el efluente del reactor electroquímico, al igual que la DQO, los datos registrados para color disminuyen conforme la intensidad de corriente aumenta, por lo que con estos experimentos se determinaron los valores a estudiar para el diseño factorial 3^2 .

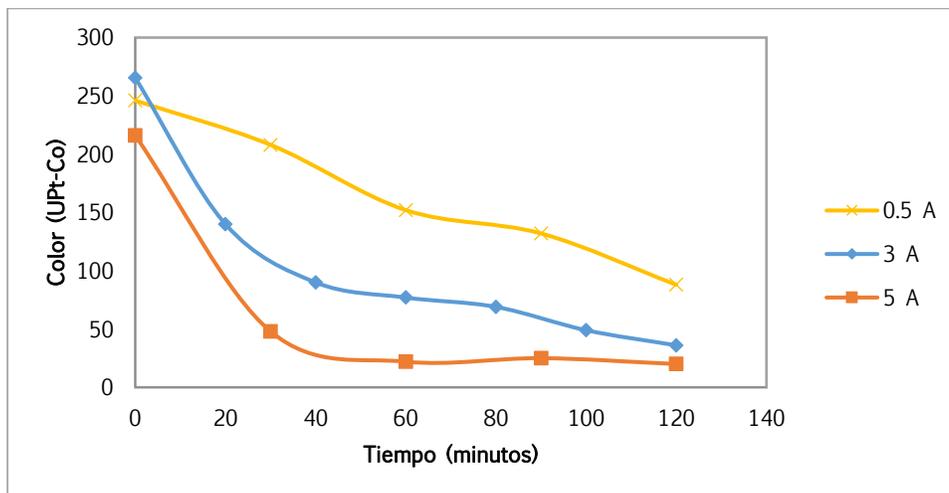


Figura 3.17. Perfil de color determinado durante 120 min a tres intensidades de corriente

De esta manera, para el tratamiento de oxidación electroquímica, los intervalos de cada variable utilizados en cada uno de los experimentos fueron los que se muestran en la **Tabla 3.8**.

Tabla 3.8. Intervalo experimental y niveles de las variables independientes

| Variable | Descripción | Valores experimentales |
|----------|-----------------------------|------------------------|
| 1 | Intensidad de corriente (A) | 0.5, 3 y 5 |
| 2 | Tiempo de reacción (min) | 30, 80 y 120 |

3.3.1. Resultados del diseño de experimentos para el efluente de RBS-R2

3.3.1.1. Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de RBS-R2

El efluente tratado se recolectó del R2, que como se observó en la sección 3.2, fue el que obtuvo mejores resultados, el reactor se encontraba trabajando con una carga orgánica de $1.2 \text{ kg DQO m}^{-3} \text{ d}^{-1}$, TRS de 19 días y tiempo de ciclo de 24 horas. La matriz experimental y los resultados de la degradación de materia orgánica medidos como DQO y remoción de color obtenidos en cada experimento se presentan en la **Tabla 3.9**.

Tabla 3.9. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño 3^2 efluente de RBS-R2

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | % de degradación de materia orgánica | % de degradación de materia orgánica predicha | % de remoción de color | % de remoción de color predicho |
|-----|-----------------------------|--------------|--------------------------------------|---|------------------------|---------------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 16 | 14.2 | 21.8 | 23.5 |
| 2 | 0.5 | 80 | 11 | 12.0 | 25.7 | 25.2 |
| 3 | 0.5 | 120 | 13 | 13.8 | 24.8 | 24.3 |
| 4 | 3 | 30 | 24 | 20.0 | 84.1 | 80.5 |
| 5 | 3 | 80 | 20 | 35.9 | 84.1 | 86.1 |
| 6 | 3 | 120 | 64 | 52.2 | 87.4 | 88.3 |
| 7 | 5 | 30 | 6 | 11.8 | 65.3 | 67.0 |
| 8 | 5 | 80 | 59 | 42.2 | 77.4 | 75.7 |
| 9 | 5 | 120 | 59 | 70.0 | 80.9 | 80.3 |

Las ecuaciones de regresión o modelo matemático que se ajustaron a los valores mostrados como “predichos” en la matriz del diseño factorial de la **Tabla 3.9**, son las expresadas en las siguientes ecuaciones, obtenidas mediante el mismo software.

% de degradación de materia orgánica = $16.8373 + 2.94107 * \text{Intensidad de corriente} - 0.227009 * \text{Tiempo de reacción} - 1.42222 * \text{Intensidad de corriente}^2 + 0.144827 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} + 0.001 * \text{Tiempo de reacción}^2$

% de remoción de color = $0.104642 + 44.9225 * \text{Intensidad de corriente} + 0.0884741 * \text{Tiempo de reacción} - 6.57778 * \text{Intensidad de corriente}^2 + 0.0308654 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00062963 * \text{Tiempo de reacción}^2$

Cabe destacar que se realizó un seguimiento de las variables de C.E, temperatura y pH, sin embargo, éstas no fueron incorporadas al análisis de experimento debido a que no fueron variables controlables ni de respuesta. Los resultados se presentan en la **Tabla 3.10**.

Tabla 3.10: Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente de RBS-R2

| No. | Intensidad de corriente | Tiempo (min) | C.E. inicial (mS cm ⁻¹) | C.E. final (mS cm ⁻¹) | pH inicial | pH final | Temperatura inicial (°C) | Temperatura final (°C) |
|-----|-------------------------|--------------|-------------------------------------|-----------------------------------|------------|----------|--------------------------|------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 7.44 | 7.24 | 8.68 | 8.43 | 22.1 | 25.2 |
| 2 | 0.5 | 80 | 6.95 | 7.11 | 8.23 | 8.62 | 23.2 | 25.1 |
| 3 | 0.5 | 120 | 7.22 | 6.99 | 8.51 | 8 | 23.6 | 26.2 |
| 4 | 3 | 30 | 6.54 | 6.71 | 8.09 | 7.43 | 23.4 | 26.4 |
| 5 | 3 | 80 | 6.32 | 6.61 | 7.89 | 7.64 | 23.1 | 27.9 |
| 6 | 3 | 120 | 6.41 | 6.96 | 8.01 | 8.2 | 22 | 28 |
| 7 | 5 | 30 | 6.04 | 7.26 | 8.34 | 8.84 | 23.5 | 26.8 |
| 8 | 5 | 80 | 6.35 | 7.66 | 8.41 | 8.86 | 22.8 | 29.3 |
| 9 | 5 | 120 | 7.01 | 8.2 | 8.26 | 9.29 | 23.4 | 32.7 |

En la **Tabla 3.11** y **Tabla 3.12** se presentan los análisis de varianza (ANOVA), tanto para la degradación de materia orgánica como para la remoción de color, respectivamente. Dicho análisis, se aplicó a los resultados de los experimentos preliminares, utilizando el paquete estadístico *StatGraphics Centurions XV. II*. Se comparó el valor-p de ambos factores, así como sus interacciones con el valor del nivel de significancia prefijado para el análisis ($\alpha=0.05$), de esta forma si el valor-p es menor a 0.05 se concluye que el efecto correspondiente es estadísticamente diferente de cero, por lo que influye de manera significativa en la respuesta del experimento. Sin embargo, si resulta ser mayor a 0.05, entonces los factores tienen la misma variabilidad (Gutiérrez y Vara 2012). De esta manera para la degradación de materia orgánica ambos factores tienen la misma variabilidad, no así para la remoción de color, donde el factor más significativo fue la intensidad de corriente.

Tabla 3.11. ANOVA del diseño factorial 3² para el efluente de RBS-R2: degradación de materia orgánica

| Fuente de variabilidad | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 1084.32 | 1 | 1084.32 | 3.82 | 0.1457 |
| B: Tiempo de reacción | 1251.46 | 1 | 1251.46 | 4.41 | 0.1267 |
| AA | 100.721 | 1 | 100.721 | 0.35 | 0.5934 |
| AB | 867.19 | 1 | 867.19 | 3.05 | 0.1789 |
| BB | 7.96721 | 1 | 7.96721 | 0.03 | 0.8776 |
| Error total | 851.921 | 3 | 283.974 | | |
| Total (corr.) | 4395.56 | 8 | | | |

Tabla 3.12. ANOVA del diseño factorial 3² para el efluente de RBS-R2: remoción de color

| Fuente de variabilidad | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 3707.79 | 1 | 3707.79 | 401.23 | 0.0003 |
| B: Tiempo de reacción | 75.5002 | 1 | 75.5002 | 8.17 | 0.0647 |
| AA | 2154.49 | 1 | 2154.49 | 233.14 | 0.0006 |
| AB | 39.3876 | 1 | 39.3876 | 4.26 | 0.1309 |
| BB | 3.15847 | 1 | 3.15847 | 0.34 | 0.5999 |
| Error total | 27.7235 | 3 | 9.24116 | | |
| Total (corr.) | 6447.56 | 8 | | | |

Para este diseño el software estadístico dio como resultado valores de $R^2=80.61$ y $R^2_{aj}=48.31$ para la degradación de materia orgánica y $R^2=99.57$ $R^2_{aj}=98.85$ para la remoción de color. Estos valores de acuerdo con Gutiérrez y Vara (2012), miden la proporción o porcentaje de variabilidad en los datos experimentales que es explicada por el modelo considerado. En este caso debido a que el valor de R^2_{aj} resultó ser menor a 70%, indica que el efecto o variabilidad atribuible a los factores estudiados es pequeña en comparación con el resto de la variación observada en el experimento. Un R^2 bajo puede deberse a una o varias de las siguientes razones:

- Los factores estudiados, por sí solos no tienen la suficiente influencia para explicar las variaciones observadas en la variable de respuesta.
- Los niveles de los factores estudiados son demasiado estrechos, por lo que el efecto sobre la variable de respuesta al cambiar de un nivel a otro es demasiado pequeño.
- Otros factores no estudiados en el experimento no se mantuvieron suficientemente fijos, por lo que al tener variaciones durante el experimento causaron mucha variación experimental.
- Los errores experimentales y los errores de medición fueron altos.

Ahora bien, en la **Figura 3.18** y **3.19**, se muestran los diagramas de Pareto, los cuales muestran la contribución ya sea positiva o negativa de los factores independientes y sus interacciones en la degradación de materia orgánica y remoción de color. Un diagrama de Pareto es una serie de barras cuyas alturas reflejan la frecuencia o el impacto de cada factor. Las barras están dispuestas en orden descendente de alturas de arriba hacia abajo. Por lo tanto, los factores representados por las barras más grandes son relativamente más significativos (Montgomery, 2004). Para la degradación de materia orgánica no se tuvo un efecto estadísticamente significativo, sin embargo, para el color la corriente es el factor con mayor efecto significativo, estas gráficas se compararon con la investigación realizada por GilPavas *et al.*, (2014) donde se analizó estadísticamente el tratamiento de aguas residuales textiles por métodos electroquímicos, se utilizaron como variables densidad de corriente (10, 7.5 y 5 mA cm⁻¹), pH (7, 5 y 3) y área del cátodo (24, 16 y 8 cm²). De acuerdo con los diagramas de Pareto, la eficacia de la decoloración y la degradación de la materia orgánica aumenta significativamente con el aumento de la densidad de corriente y la disminución del valor del pH. De la misma manera, Sasidharan y Gupta (2016), evaluaron el tratamiento de agua residual textil con colorante, utilizando oxidación electroquímica, realizaron un análisis estadístico para aumentar la degradación de materia orgánica y remoción de color utilizando como variables la concentración de electrolito (NaCl), densidad de corriente y pH. Los resultados mostraron que la densidad de corriente es el factor más influyente para la degradación de materia orgánica y remoción de color. Por lo tanto, ambos resultados coinciden en que la corriente es el principal factor que influye en la eficiencia del proceso electroquímico.

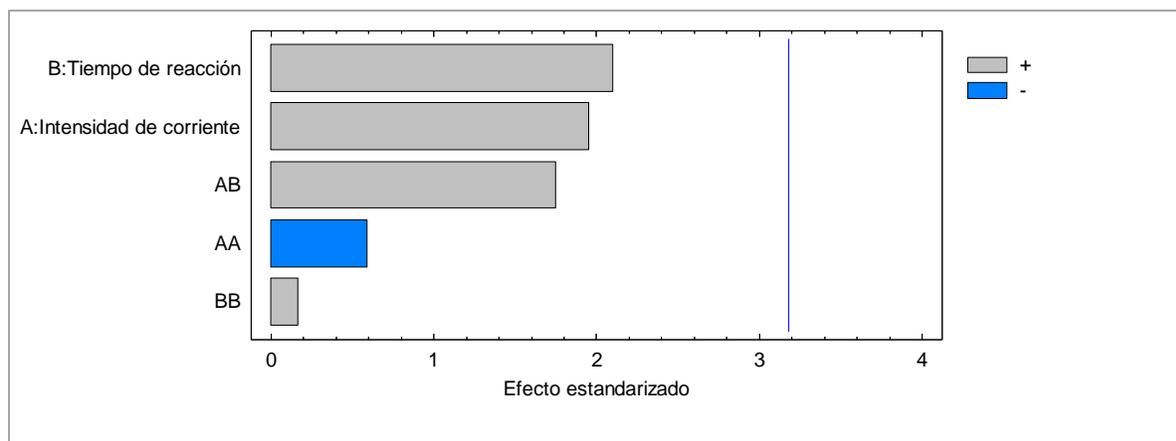


Figura 3.18. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente RBS-R2

En la **Figura 3.20** y **3.21** se graficaron los efectos principales para degradación de materia orgánica y color, observándose que para DQO, a mayor intensidad de corriente y mayor tiempo de reacción la degradación es más efectiva, no obstante, para la remoción de color, se observa una mayor degradación a corrientes cercanas a 3 A con un tiempo de reacción mayor, resaltando que la degradación varía muy poco respecto al tiempo. De la misma manera en la investigación realizada por Sasidharan y Gupta (2016), observaron

que la eficiencia de degradación de materia orgánica aumentó con un aumento en la densidad de corriente y luego se estabilizó.

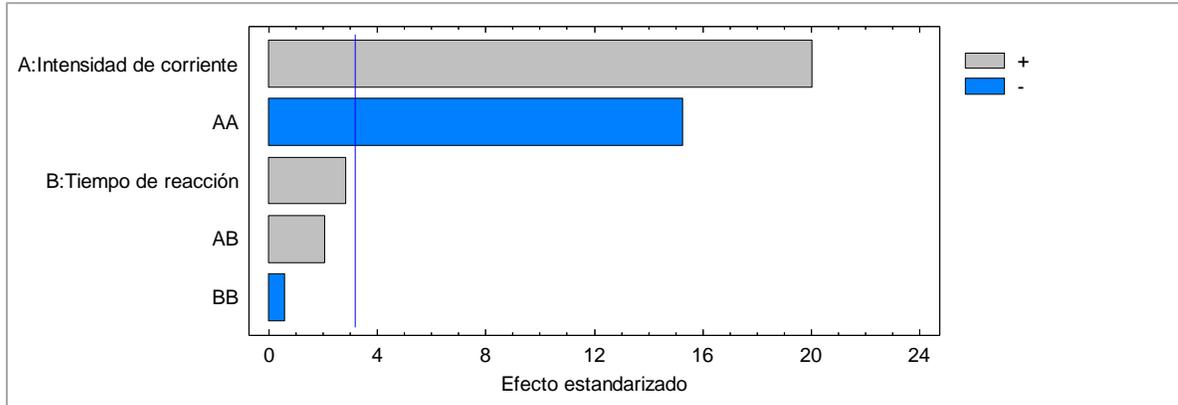


Figura 3.19. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente RBS-R2

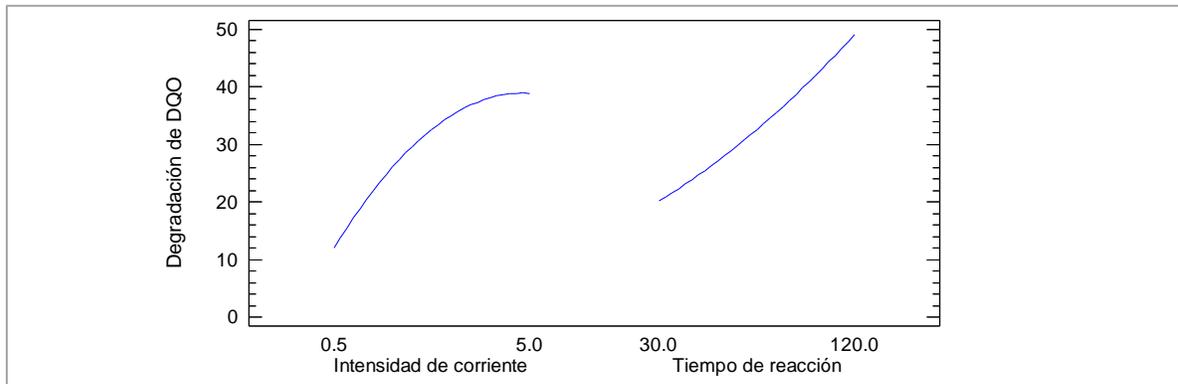


Figura 3.20. Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente RBS-R2

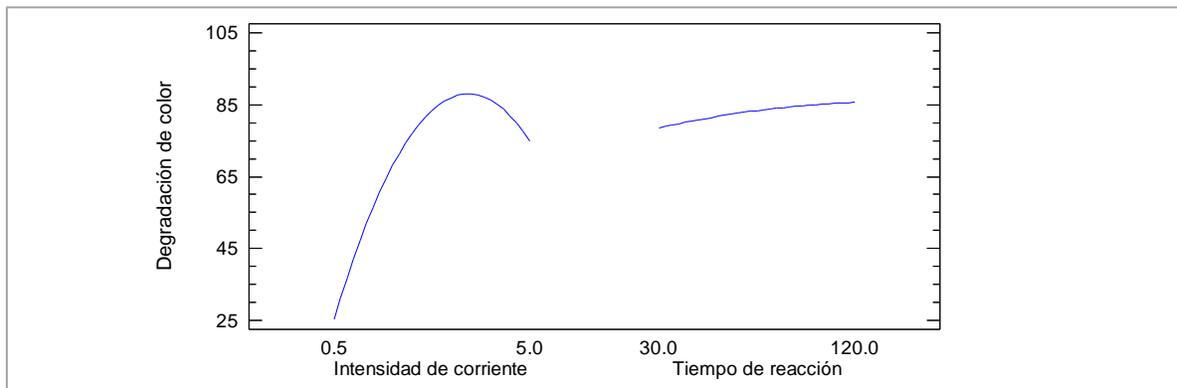


Figura 3.21. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente RBS-R2

3.3.1.2. Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de RBS-R2

Una vez determinadas las contribuciones de los factores en las variables de respuesta con el diseño factorial, se realizó un diseño central compuesto, para obtener las condiciones óptimas de operación, el diseño consistió en 11 experimentos, 8 corridas axiales y 3 corridas en el centro, los resultados se muestran en la **Tabla 3.13**. El modelo matemático que se ajustó a los valores mostrados es la expresada en las siguientes ecuaciones.

$$\begin{aligned} \text{\% de degradación de materia orgánica} = & 12.8675 + 8.51077 * \text{Intensidad de corriente} \\ & - 0.201774 * \text{Tiempo de reacción} - 1.37893 * \text{Intensidad de corriente}^2 + \\ & 0.0488446 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} + 0.000334485 * \text{Tiempo de reacción}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{\% de remoción de color} = & -11.6299 + 25.5274 * \text{Intensidad de corriente} + \\ & 0.600225 * \text{Tiempo de reacción} - 3.05396 * \text{Intensidad de corriente}^2 + \\ & 0.00525474 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.0024578 * \text{Tiempo de reacción}^2 \end{aligned}$$

Tabla 3.13. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño central compuesto del efluente de SBR-R2

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | % de degradación de materia orgánica | % de degradación de materia orgánica predicha | % de remoción de color | % de remoción de color predicho |
|-----|-----------------------------|--------------|--------------------------------------|---|------------------------|---------------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 11 | 11.5 | 26 | 16.2 |
| 2 | 5 | 30 | 39 | 22.2 | 66 | 56.2 |
| 3 | 0.5 | 120 | 3 | -4.5 | 33 | 37.3 |
| 4 | 5 | 120 | 56 | 26.0 | 71 | 79.4 |
| 5 | 0.1 | 80 | 3 | -2.0 | 19 | 23.2 |
| 6 | 5.9 | 80 | 0 | 22.0 | 67 | 67.4 |
| 7 | 3 | 12 | 18 | 25.3 | 31 | 44.5 |
| 8 | 3 | 140 | 11 | 18.3 | 85 | 75.5 |
| 9 | 3 | 80 | 24 | 21.6 | 75 | 71.0 |
| 10 | 3 | 80 | 21 | 21.6 | 72 | 71.0 |
| 11 | 3 | 80 | 25 | 21.6 | 68 | 71.0 |

La superficie de respuesta del análisis de varianza para la degradación de materia orgánica se muestra en la **Figura 3.22**, se puede observar que cuando la intensidad de corriente se encuentra en su nivel más alto (5 A), el porcentaje de degradación de materia orgánica se incrementa excluyendo el tiempo de reacción, ya que como se observa este factor, permanece prácticamente lineal desde el nivel más bajo hasta el más alto. La superficie de respuesta del análisis de varianza para la remoción de color se muestra en la **Figura 3.23**, se puede observar que tiene un comportamiento similar que,

para la degradación de materia orgánica, cuando la intensidad de corriente y el tiempo de reacción se encuentran en su nivel más alto (5 A y 120 min), el porcentaje de remoción de color se incrementa.

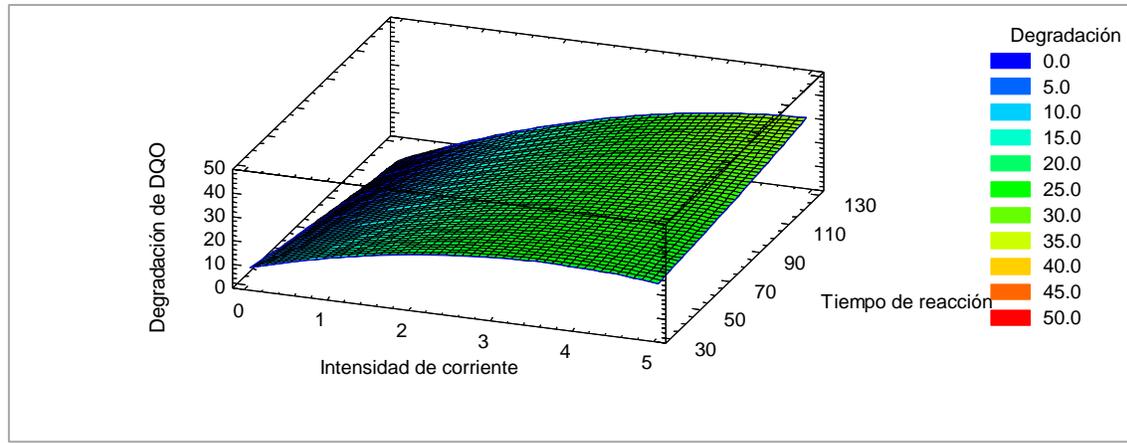


Figura 3.22. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente RBS-R2

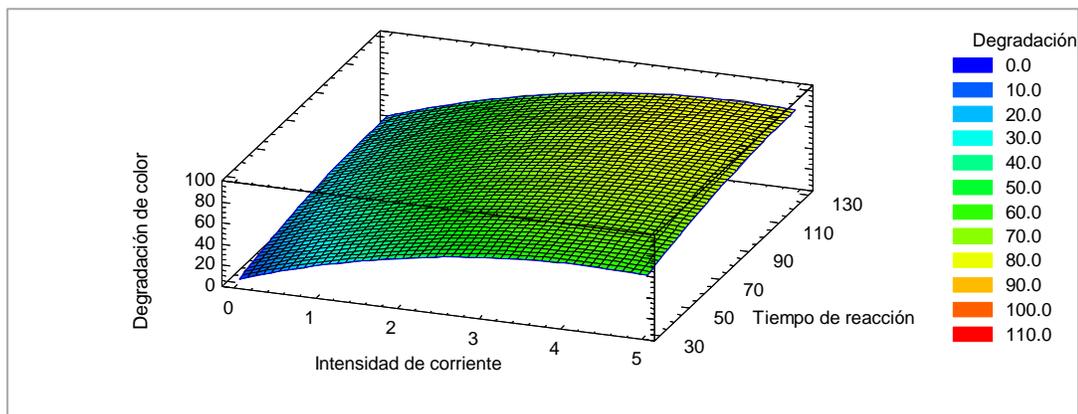


Figura 3.23 Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente RBS-R2

Las condiciones óptimas de operación obtenidas se muestran en la **Tabla 3.14**, dando una respuesta teórica de 33.22% y 79.69% para la degradación de materia orgánica y remoción de color, respectivamente, con un factor de deseabilidad de 0.73. Este factor consiste en definir una función en el espacio de factores que estima la deseabilidad global del producto en cada punto, de esta forma, convierte el problema de optimización multivariado (en este caso dos variables) en un problema de optimización univariado, la deseabilidad tiene una escala entre 0 y 1 y en términos generales proporciona información sobre la adecuación entre la solución y el criterio propuesto. Si el valor es cercano a uno, significa que la solución propuesta por el modelo puede ser obtenida experimentalmente (Gutiérrez y Vara 2012, García-Espinoza, 2018). Los resultados obtenidos se pueden comparar con los obtenidos por Aravind *et al.*, (2016), quienes utilizaron un tratamiento integrado por biodegradación seguida de

electrooxidación para la remoción de materia orgánica y color en aguas residuales textiles, observaron que el tratamiento biológico permite obtener un 47% de degradación de materia orgánica, y al acoplar la electrooxidación indirecta, aumenta la eficiencia en un 33%, por lo que a pesar de que el acoplamiento de R2 con el electroquímico obtuvo una respuesta teórica de 33%, este arreglo es más eficiente, debido a que desde la etapa biológica se obtuvo una degradación de materia orgánica de 95% en R2, la cual es superior a la reportada por Aravind *et al.*, (2016).

Tabla 3.14. Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente RBS

| Factor | Bajo | Alto | Óptimo |
|-------------------------|------|-------|---------|
| Intensidad de corriente | 0.1 | 5.9 | 4.87191 |
| Tiempo de reacción | 12.0 | 140.0 | 140.0 |

3.3.2. Resultados del diseño de experimentos para el efluente de BRM fase 1

3.3.2.1. Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de BRM fase 1

En esta sección se presentan los resultados obtenidos para el diseño factorial utilizando el efluente de la primera fase del BRM, el cual se encontraba trabajando con una carga orgánica volumétrica de 2.1 kg DQO m⁻³ d⁻¹, TRS de 11 días y TRH de 24.6 horas. La matriz experimental y los resultados de la degradación de materia orgánica medidos como DQO y remoción de color, obtenidos en cada experimento se presentan en la **Tabla 3.15**.

Tabla 3.15. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño 3², efluente de BRM primera fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | DQO | % de degradación predicha | Color | % de degradación predicha |
|-----|-----------------------------|--------------|-----|---------------------------|-------|---------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 4 | 3.8 | 51 | 43.6 |
| 2 | 0.5 | 80 | 13 | 17.4 | 57 | 58.1 |
| 3 | 0.5 | 120 | 20 | 15.8 | 64 | 61.3 |
| 4 | 3 | 30 | 34 | 31.4 | 86 | 83.1 |
| 5 | 3 | 80 | 54 | 50.8 | 95 | 91.0 |
| 6 | 3 | 120 | 48 | 53.8 | 82 | 89.0 |
| 7 | 5 | 30 | 35 | 37.8 | 92 | 93.3 |
| 8 | 5 | 80 | 63 | 61.8 | 93 | 96.0 |
| 9 | 5 | 120 | 70 | 68.5 | 94 | 89.7 |

Los modelos matemáticos para DQO y color obtenidos y mostrados en la **Tabla 3.15**, mediante *StatGraphics*, se expresan con las siguientes ecuaciones.

$$\% \text{ de degradación de materia orgánica} = -20.1503 + 15.7716 * \text{Intensidad de corriente} + 0.63188 * \text{Tiempo de reacción} - 1.74815 * \text{Intensidad de corriente}^2 + 0.0462644 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00348148 * \text{Tiempo de reacción}^2$$

$$\% \text{ de remoción de color} = 17.1545 + 25.6535 * \text{Intensidad de corriente} + 0.570006 * \text{Tiempo de reacción} - 2.37037 * \text{Intensidad de corriente}^2 - 0.0524859 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00231481 * \text{Tiempo de reacción}^2.$$

En la **Tabla 3.16** se muestra el seguimiento de cada experimento referente a las variables de pH, C.E. y temperatura, para las cuales se observa que el parámetro de temperatura es el único que aumenta conforme la intensidad de corriente y el tiempo de reacción aumenta, no así para los parámetros de C.E y pH, los cuales no muestran un comportamiento proporcional en el aumento de los factores trabajados.

En la **Tabla 3.17** y **Tabla 3.18** se presentan el ANOVA, tanto para la degradación de materia orgánica como para la remoción de color, respectivamente. Se comparó el valor-p de ambos factores, como se observa se obtuvo un valor menor a 0.05 para cada variable de respuesta, por lo que ambos factores influyen de manera significativa en la respuesta del experimento (Gutiérrez y Vara 2012), tomando en cuenta que la intensidad de corriente es la que tiene un factor más significativo tanto para la degradación de materia orgánica como para el color.

Tabla 3.16 Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente del BRM primera fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | C.E. inicial (mS cm ⁻¹) | C.E. final (mS cm ⁻¹) | pH inicial | pH final | Temperatura inicial (°C) | Temperatura final (°C) |
|-----|-----------------------------|--------------|-------------------------------------|-----------------------------------|------------|----------|--------------------------|------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 7.45 | 7.24 | 8.17 | 8.28 | 23.5 | 25.1 |
| 2 | 0.5 | 80 | 6.32 | 7.11 | 8.51 | 8.05 | 22 | 25.6 |
| 3 | 0.5 | 120 | 6.89 | 6.99 | 8.23 | 8.11 | 23.1 | 26.5 |
| 4 | 3 | 30 | 6.79 | 6.71 | 8.6 | 8.34 | 22.4 | 26.1 |
| 5 | 3 | 80 | 7.22 | 6.61 | 8.42 | 8.17 | 22 | 27.6 |
| 6 | 3 | 120 | 6.84 | 6.96 | 8.63 | 8.2 | 22.8 | 28.3 |
| 7 | 5 | 30 | 7.23 | 7.26 | 8.4 | 8.05 | 23.5 | 27.1 |
| 8 | 5 | 80 | 7.11 | 7.66 | 8.84 | 8.64 | 22.1 | 29.8 |
| 9 | 5 | 120 | 7.01 | 8.2 | 8.22 | 8.82 | 23.4 | 33.3 |

Ahora bien, los valores correspondientes a R², obtenidos mediante *StatGraphics* fueron de R²=97.59 y R²_{aj}=93.59 para la degradación de materia orgánica y R²=96.21 R²_{aj}=89.90 para la remoción de color, por lo que el modelo propuesto presentó un buen ajuste de acuerdo con valores de referencia de Gutiérrez y Vara (2012).

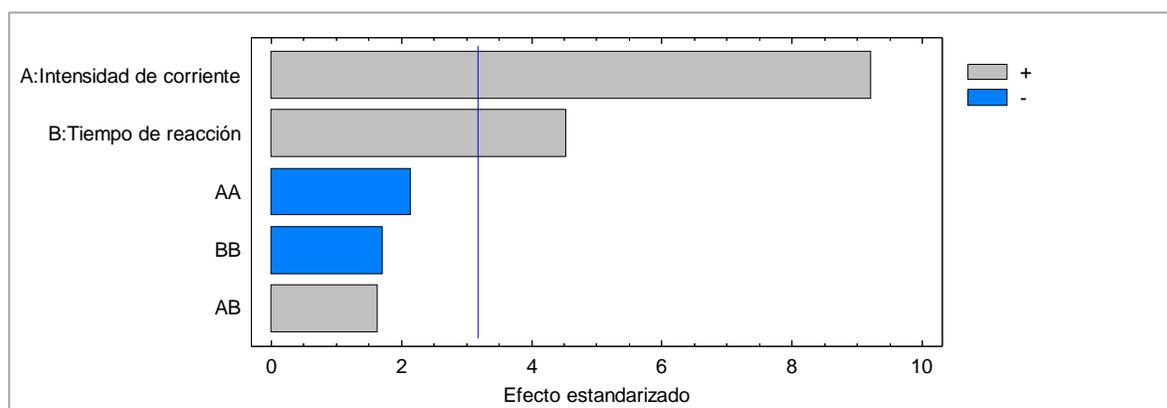
Tabla 3.17. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM primera fase: degradación de materia orgánica

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 2809.16 | 1 | 2809.16 | 84.88 | 0.0027 |
| B: Tiempo de reacción | 680.405 | 1 | 680.405 | 20.56 | 0.0201 |
| AA | 152.175 | 1 | 152.175 | 4.60 | 0.1214 |
| AB | 88.4936 | 1 | 88.4936 | 2.67 | 0.2005 |
| BB | 96.5683 | 1 | 96.5683 | 2.92 | 0.1861 |
| Error total | 99.2842 | 3 | 33.0947 | | |
| Total (corr.) | 4134.89 | 8 | | | |

Tabla 3.18. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM primera fase: remoción de color

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 2283.9 | 1 | 2283.9 | 60.76 | 0.0044 |
| B: Tiempo de reacción | 74.6197 | 1 | 74.6197 | 1.99 | 0.2536 |
| AA | 279.781 | 1 | 279.781 | 7.44 | 0.0721 |
| AB | 113.894 | 1 | 113.894 | 3.03 | 0.1801 |
| BB | 42.6913 | 1 | 42.6913 | 1.14 | 0.3647 |
| Error total | 112.772 | 3 | 37.5908 | | |
| Total (corr.) | 2978.0 | 8 | | | |

En las Figuras 3.24 y 3.25 se muestran los diagramas de Pareto, se observa la contribución positiva y negativa de los factores y sus interacciones, por lo que un incremento positivo en la intensidad de corriente y tiempo de reacción aumentará el porcentaje de degradación de materia orgánica, teniendo un efecto estadísticamente significativo para ambos factores. Para el caso del color, la corriente es el único factor con un efecto, en la Figura 3.25, se observa que, con un incremento positivo, se lograrán porcentajes de remoción de color mayores.

**Figura 3.24** Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente de BRM primera fase

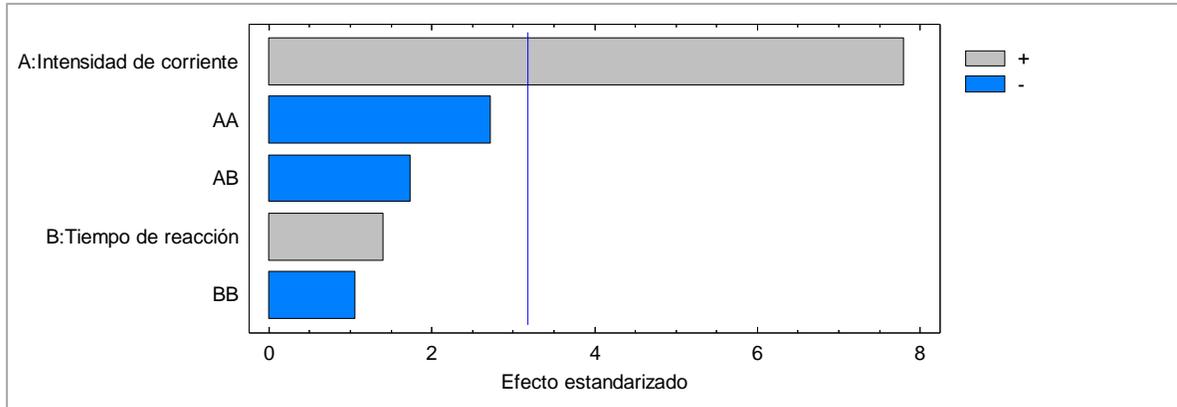


Figura 3.25. Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente de BRM primera fase

Los efectos principales para la degradación de ambas variables de respuesta se muestran en las Figuras 3.26 y 3.27, se puede observar que presentan prácticamente el mismo comportamiento; a mayor intensidad de corriente y mayor tiempo de reacción la degradación es más efectiva tanto para DQO como para color.

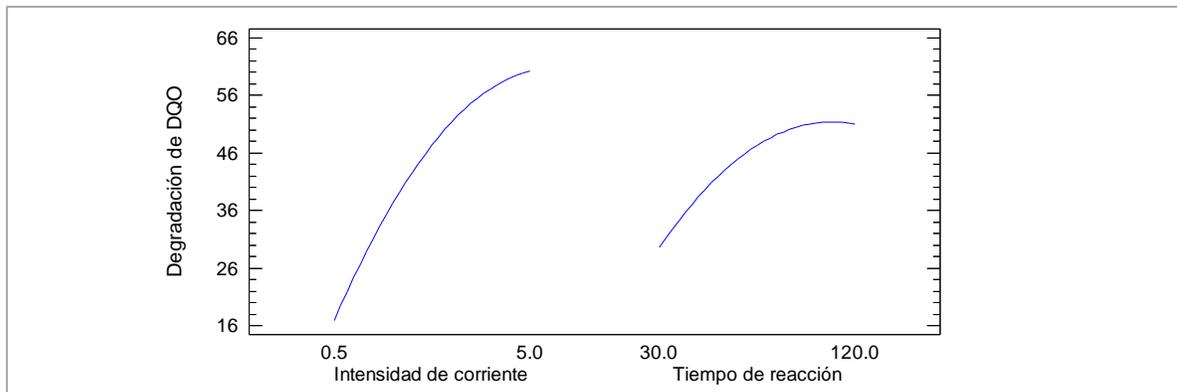


Figura 3.26 Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente de BRM primera fase

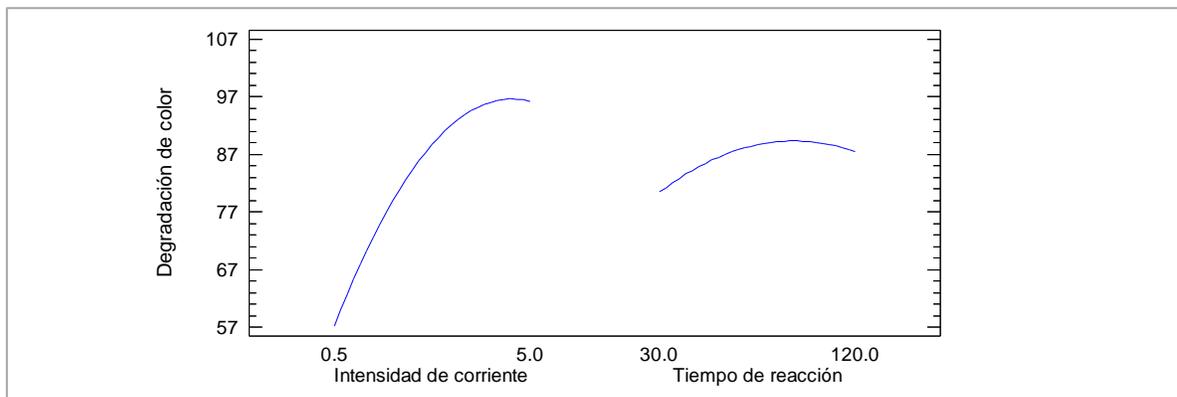


Figura 3.27. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente de BRM primera fase

3.3.2.2. Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de BRM fase 1

Se realizó un diseño central compuesto para el efluente de la primera etapa de BRM, el diseño consistió en 11 experimentos, los resultados se muestran en la **Tabla 3.19**. En las siguientes ecuaciones se muestra el modelo matemático que se ajustó a los valores mostrados en la misma tabla.

$$\% \text{ de degradación de materia orgánica} = 25.8513 + 18.6618 * \text{Intensidad de corriente} + 0.0414 * \text{Tiempo de reacción} - 3.8829 * \text{Intensidad de corriente}^2 + 0.120062 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00362707 * \text{Tiempo de reacción}^2$$

$$\% \text{ de remoción de color} = -15.3464 + 37.3584 * \text{Intensidad de corriente} + 0.973078 * \text{Tiempo de reacción} - 2.64778 * \text{Intensidad de corriente}^2 - 0.191199 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.0010723 * \text{Tiempo de reacción}^2$$

Tabla 3.19. Valores de matriz experimental para la degradación de materia orgánica medida como DQO y remoción de color en el diseño central compuesto en efluente de BRM primera fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | DQO | % de degradación predicha | Color | % de degradación predicha |
|-----|-----------------------------|--------------|-----|---------------------------|-------|---------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 31 | 37.3 | 24 | 28.0 |
| 2 | 5 | 30 | 60 | 41.3 | 99 | 104.8 |
| 3 | 0.5 | 120 | 42 | 46.4 | 88 | 92.5 |
| 4 | 5 | 120 | 90 | 99.1 | 99 | 91.9 |
| 5 | 0.1 | 80 | 11 | 32.0 | 56 | 57.8 |
| 6 | 5.9 | 80 | 0 | 60.8 | 93 | 93.6 |
| 7 | 3 | 12 | 44 | 51.7 | 85 | 77.5 |
| 8 | 3 | 140 | 5 | 103.1 | 99 | 107.8 |
| 9 | 3 | 80 | 48 | 79.0 | 96 | 98.0 |
| 9 | 3 | 80 | 64 | 79.0 | 99 | 98.0 |
| 9 | 3 | 80 | 54 | 79.0 | 99 | 98.0 |

La superficie de respuesta para la degradación de materia orgánica se presenta en la **Figura 3.28**, se puede observar que cuando la intensidad de corriente mantiene valores arriba de 3 A, el porcentaje de degradación se incrementa y para el tiempo de reacción, la degradación permanece constante desde el nivel más bajo hasta el más alto, manteniendo corrientes altas. La superficie de respuesta para la remoción de color se observa en la **Figura 3.29**, a mayor intensidad de corriente y menor tiempo de reacción, se obtienen porcentajes de degradación altos.

En la **Tabla 3.20** se presenta las condiciones óptimas de operación, con respuestas teóricas de 58.18% y 99.0% para la degradación de materia orgánica y remoción de

color, respectivamente, con un factor de deseabilidad de 0.80. Si el valor es cercano a uno, significa que la solución propuesta por el modelo puede ser obtenida experimentalmente (Gutiérrez y Vara 2012, García-Espinoza, 2018). Cabe destacar que estas condiciones de operación se obtuvieron con una optimización de múltiples respuestas en *StatGraphics*, es decir, el resultado corresponde al análisis en conjunto de las dos variables de respuesta degradación de materia orgánica y remoción de color.

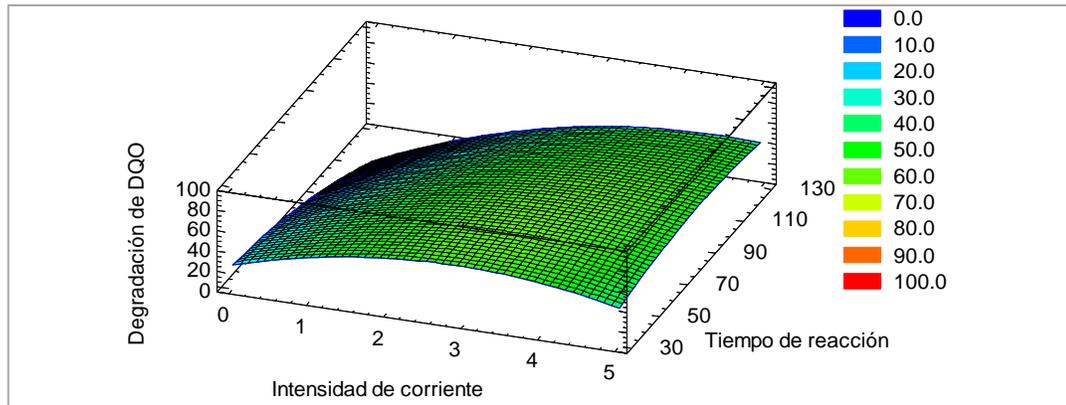


Figura 3.28. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente de BRM primera fase

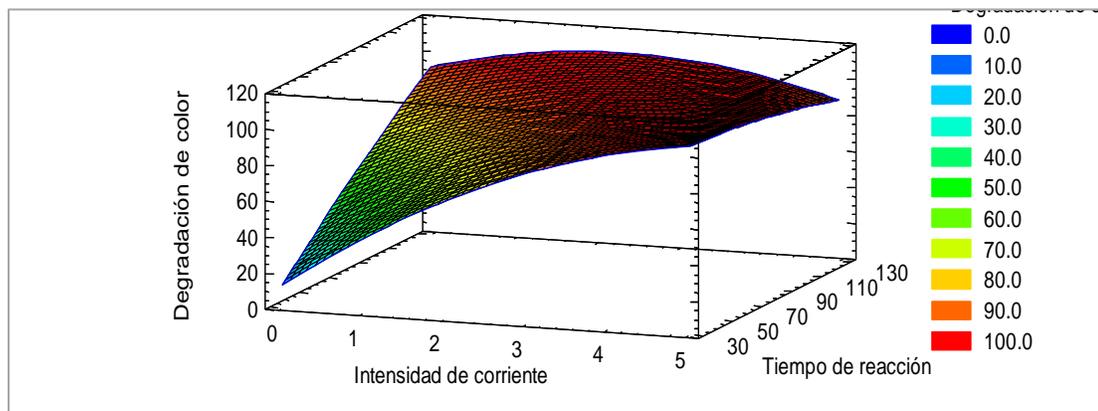


Figura 3.29. Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente de BRM primera fase

Tabla 3.20. Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente de BRM fase 1

| Factor | Bajo | Alto | Óptimo |
|-------------------------|------|-------|---------|
| Intensidad de corriente | 0.1 | 5.9 | 3.56184 |
| Tiempo de reacción | 12.0 | 140.0 | 67.8072 |

3.3.3. Resultados del diseño de experimentos para el efluente de BRM fase 2

3.3.3.1. Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de BRM fase 2

Los resultados obtenidos para el diseño factorial se presentan en la **Tabla 3.21**. Las condiciones de operación con las que se operó el BRM durante la segunda fase fueron con carga orgánica volumétrica de 2.5 kg DQO m⁻³ d⁻¹, TRS de 11 días y TRH de 12.5 horas.

Tabla 3.21. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica medida como DQO y remoción de color en el diseño 3², efluente de BRM segunda fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | DQO | % de degradación predicha | Color | % de degradación predicha |
|-----|-----------------------------|--------------|-----|---------------------------|-------|---------------------------|
| 1.0 | 0.5 | 30 | 13 | 16.6 | 37 | 30.6 |
| 2.0 | 0.5 | 80 | 24 | 13.4 | 76 | 80.3 |
| 3.0 | 0.5 | 120 | 44 | 51.0 | 86 | 88.1 |
| 4.0 | 3 | 30 | 51 | 53.4 | 30 | 47.3 |
| 5.0 | 3 | 80 | 40 | 40.4 | 99 | 82.7 |
| 6.0 | 3 | 120 | 73 | 70.2 | 80 | 78.9 |
| 7.0 | 5 | 30 | 77 | 71.0 | 98 | 87.1 |
| 8.0 | 5 | 80 | 40 | 50.2 | 99 | 110.9 |
| 9.0 | 5 | 120 | 78 | 73.8 | 99 | 98.0 |

Las ecuaciones de regresión ajustadas a los valores mostrados en la matriz del diseño factorial de la **Tabla 3.21**, se expresan en las siguientes ecuaciones, las cuales fueron obtenidas mediante *StatGraphics*.

$$\begin{aligned} \text{\% de degradación de materia orgánica} = & 34.7853 + 21.6646 * \text{Intensidad de corriente} \\ & - 1.25292 * \text{Tiempo de reacción} - 1.31111 * \text{Intensidad de corriente}^2 \\ & - 0.0783795 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} + 0.0111667 * \text{Tiempo de reacción}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{\% de remoción de color} = & -21.3387 - 0.0858989 * \text{Intensidad de corriente} \\ & + 2.03249 * \text{Tiempo de reacción} + 2.92593 * \text{Intensidad de corriente}^2 \\ & - 0.115063 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00890741 * \text{Tiempo de reacción}^2. \end{aligned}$$

Se realizó un seguimiento para cada experimento, referente a las variables de pH, C.E. y temperatura, dicho seguimiento se puede observar en la **Tabla 3.22**, se observa que la temperatura aumenta en relación con los valores iniciales de cada experimento. El pH y la C.E. no tuvieron un comportamiento uniforme durante los 9 experimentos.

El análisis de varianza ANOVA para cada variable, se muestra en la **Tabla 3.23** y **Tabla 3.24**. La comparación del valor-p en ambos casos resultó ser mayor a 0.05, por lo que los factores tienen la misma variabilidad de acuerdo con los experimentos realizados (Gutiérrez y Vara 2012). Los valores obtenidos para R^2 , fueron $R^2=91.96$ y $R^2_{aj}=78.57$ para la degradación de materia orgánica y $R^2=84.52$ $R^2_{aj}=58.73$ para la remoción de color. En este último caso debido a que el valor de R^2_{aj} resultó ser menor a 70%, indica que el efecto atribuible a los factores estudiados es pequeño en comparación con el resto de la variación observada en el experimento (Gutiérrez y Vara 2012).

Tabla 3.22. Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente del BRM segunda fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | pH inicial | pH final | Temperatura inicial (°C) | Temperatura final (°C) | C.E. inicial (mS cm ⁻¹) | C.E. final (mS cm ⁻¹) |
|-----|-----------------------------|--------------|------------|----------|--------------------------|------------------------|-------------------------------------|-----------------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 7.74 | 6.63 | 21.6 | 24.8 | 5.8 | 5.9 |
| 2 | 0.5 | 80 | 8.1 | 7.19 | 23 | 26.5 | 7.18 | 7.23 |
| 3 | 0.5 | 120 | 8 | 7.5 | 23.8 | 28.9 | 7.5 | 7.56 |
| 4 | 3 | 30 | 7.91 | 7.95 | 26.7 | 29.8 | 5.15 | 5.13 |
| 5 | 3 | 80 | 8.21 | 7.31 | 20.2 | 31 | 7.18 | 7.17 |
| 6 | 3 | 120 | 8.29 | 8.76 | 27.4 | 32.9 | 5.69 | 5.57 |
| 7 | 5 | 30 | 8.16 | 8.41 | 21.8 | 30 | 7.2 | 7.32 |
| 8 | 5 | 80 | 8.26 | 9.09 | 27.8 | 38 | 5.29 | 5.29 |
| 9 | 5 | 120 | 8.08 | 8.29 | 29.9 | 36.3 | 7.54 | 7.48 |

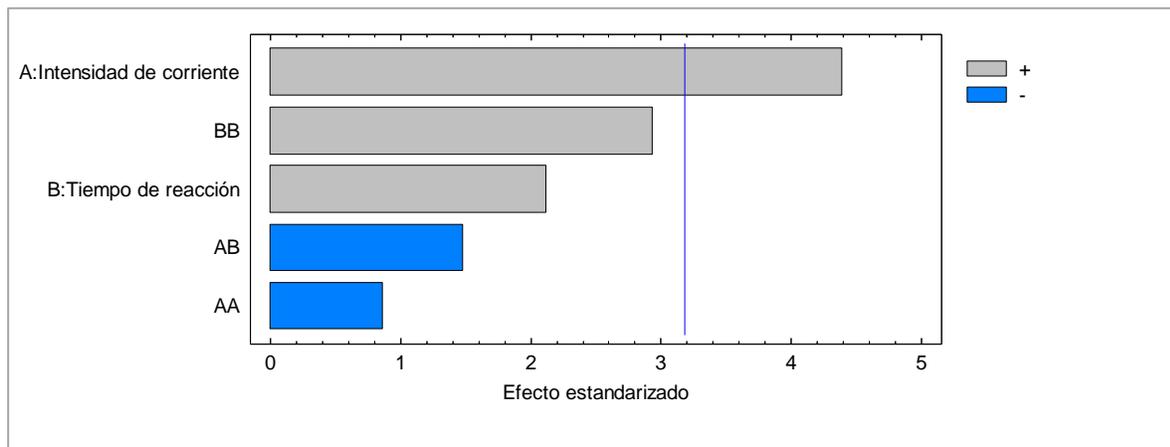
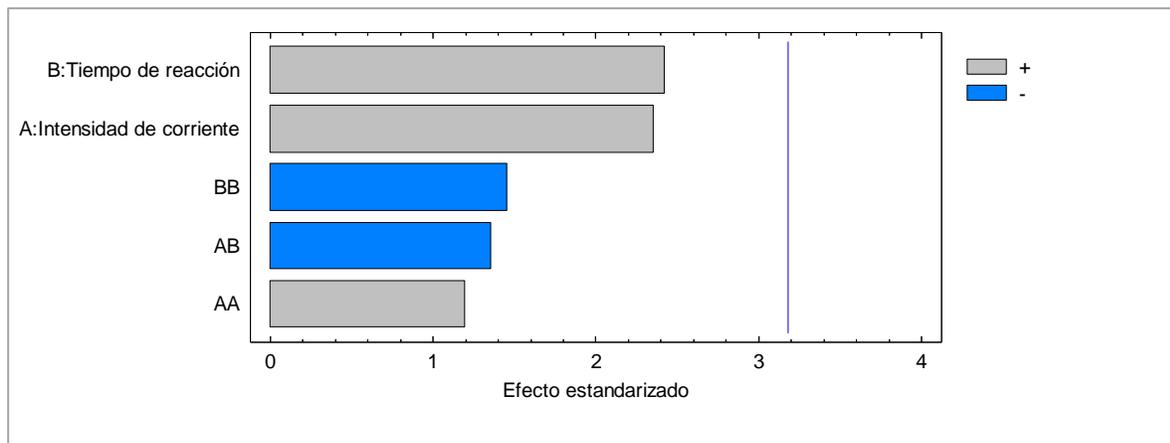
Tabla 3.23. ANOVA del diseño factorial 3² para el efluente de BRM segunda fase: degradación de materia orgánica

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 2228.98 | 1 | 2228.98 | 19.30 | 0.0219 |
| B: Tiempo de reacción | 517.207 | 1 | 517.207 | 4.48 | 0.1246 |
| AA | 85.5984 | 1 | 85.5984 | 0.74 | 0.4526 |
| AB | 253.993 | 1 | 253.993 | 2.20 | 0.2347 |
| BB | 993.467 | 1 | 993.467 | 8.60 | 0.0609 |
| Error total | 346.451 | 3 | 115.484 | | |
| Total (corr.) | 4312.89 | 8 | | | |

Los diagramas de Pareto se pueden observar en las **Figuras 3.30** y **3.31**, se muestra que, para la degradación de materia orgánica, la intensidad de corriente mantiene un efecto significativo positivamente, sin embargo, para el color no se observa ningún efecto estadísticamente significativo.

Tabla 3.24. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM segunda fase: remoción de color

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 1649.63 | 1 | 1649.63 | 5.53 | 0.1001 |
| B: Tiempo de reacción | 1750.51 | 1 | 1750.51 | 5.87 | 0.0939 |
| AA | 426.298 | 1 | 426.298 | 1.43 | 0.3177 |
| AB | 547.381 | 1 | 547.381 | 1.84 | 0.2684 |
| BB | 632.134 | 1 | 632.134 | 2.12 | 0.2414 |
| Error total | 894.397 | 3 | 298.132 | | |
| Total (corr.) | 5779.56 | 8 | | | |

**Figura 3.30.** Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente de BRM segunda fase**Figura 3.31.** Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente de BRM segunda fase

La gráfica correspondiente a los efectos principales para la degradación de materia orgánica se presenta la **Figura 3.32**, se observa que la variación de la intensidad de corriente es proporcional al porcentaje de degradación, no así para el tiempo de reacción, donde se observa que con un tiempo de reacción cercano a la mitad (80 minutos) se

puede lograr una degradación más efectiva, sin sobrepasar el 65%. Ahora bien, para la remoción de color, la gráfica de efectos se muestra en la **Figura 3.33**, donde a mayor corriente y a tiempos de reacción cercanos a 100 minutos, se logran mayores porcentajes de degradación.

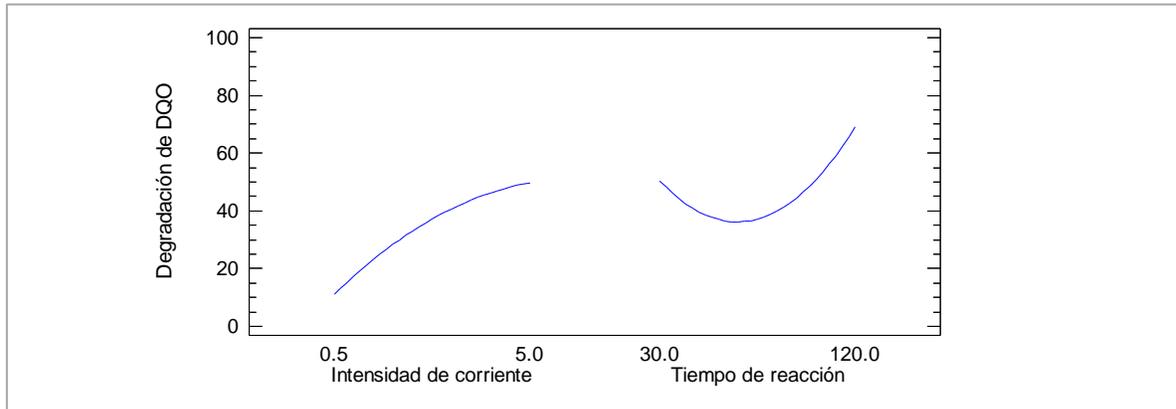


Figura 3.32. Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente de BRM segunda fase

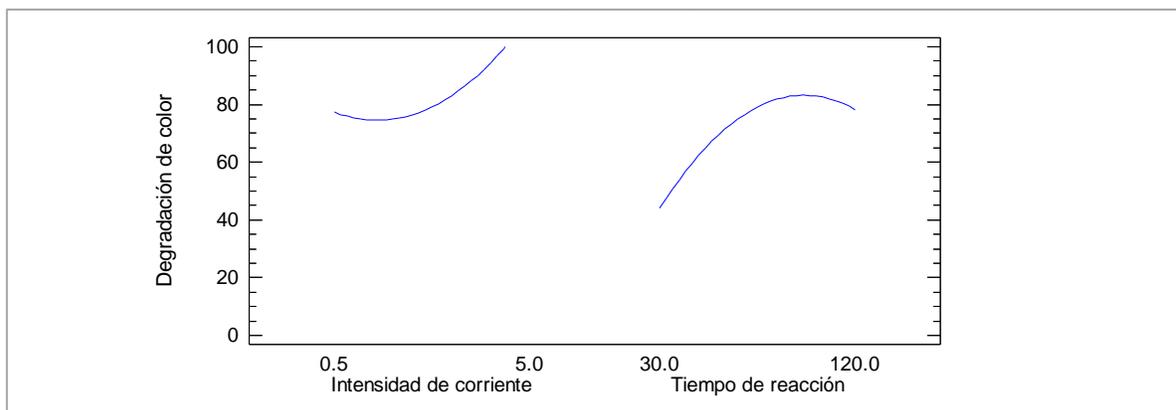


Figura 3.33. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente de BRM segunda fase

3.3.3.2. Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de BRM fase 2

El modelo matemático correspondiente al efluente de esta segunda fase del BRM se expresa en las siguientes ecuaciones. Los resultados se muestran en la **Tabla 3.25**.

$$\begin{aligned} \text{\% de degradación de materia orgánica} = & -1.66233 + 12.354 * \text{Intensidad de} \\ & \text{corriente} + 0.558645 * \text{Tiempo de reacción} - 0.354004 * \text{Intensidad de corriente}^2 \\ & - 0.00710821 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00307536 * \text{Tiempo} \\ & \text{de reacción}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ de remoción de color} = & 29.6908 + 29.8271 * \text{Intensidad de corriente} + \\ & 0.106334 * \text{Tiempo de reacción} - 3.82737 * \text{Intensidad de corriente}^2 - \\ & 0.00628513 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} + 0.000664448 * \text{Tiempo} \\ & \text{de reacción}^2 \end{aligned}$$

Tabla 3.25. Valores de Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y color en el diseño central compuesto en efluente de BRM segunda fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | DQO | % de degradación predicha | Color | % de degradación predicha |
|-----|-----------------------------|--------------|-----|---------------------------|-------|---------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 27 | 18.3 | 51 | 46.8 |
| 2 | 5 | 30 | 48 | 64.2 | 66 | 85.4 |
| 3 | 0.5 | 120 | 44 | 26.8 | 86 | 56.1 |
| 4 | 5 | 120 | 55 | 69.7 | 99 | 92.2 |
| 5 | 0.1 | 80 | 2 | 24.5 | 22 | 41.1 |
| 6 | 5.9 | 80 | 100 | 80.6 | 97 | 78.0 |
| 7 | 3 | 12 | 43 | 38.2 | 98 | 85.8 |
| 8 | 3 | 140 | 46 | 47.2 | 97 | 97.1 |
| 9 | 3 | 80 | 78 | 55.5 | 99 | 91.8 |
| 9 | 3 | 80 | 40 | 55.5 | 97 | 91.8 |
| 9 | 3 | 80 | 55 | 55.5 | 98 | 91.8 |

En la **Figura 3.34**, se presenta la superficie de respuesta para la degradación de materia orgánica, se observa que con una corriente de 5 A y un tiempo medio entre 60 y 80 minutos, se lograrán porcentajes de degradación cercanos al 80%. Para el caso de la remoción de color, la superficie de respuesta mostrada en la **Figura 3.35**, muestra que, con corrientes mayores a 2 A, el porcentaje de degradación será superior al 100%, sin importar el tiempo de reacción del experimento, pues como se observa varía muy poco en relación con el nivel más bajo y alto.

En la **Tabla 3.26** se muestran las condiciones óptimas de operación de este diseño central compuesto en el cual se analizaron las dos variables al mismo tiempo, dando como factor de deseabilidad 0.89, cabe recordar que, si el valor es cercano a uno, significa que la solución propuesta por el modelo puede ser obtenida experimentalmente (Gutiérrez y Vara 2012, García-Espinoza, 2018). Las respuestas teóricas que se pueden obtener con estas condiciones óptimas son de 72.0% y 99.0% para la degradación de materia orgánica y remoción de color, respectivamente.

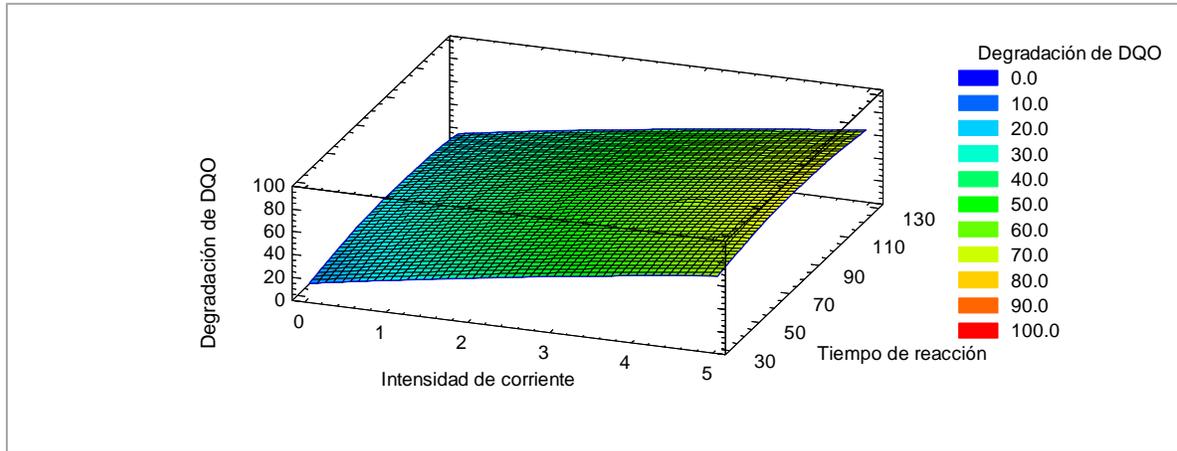


Figura 3.34. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente de BRM segunda fase

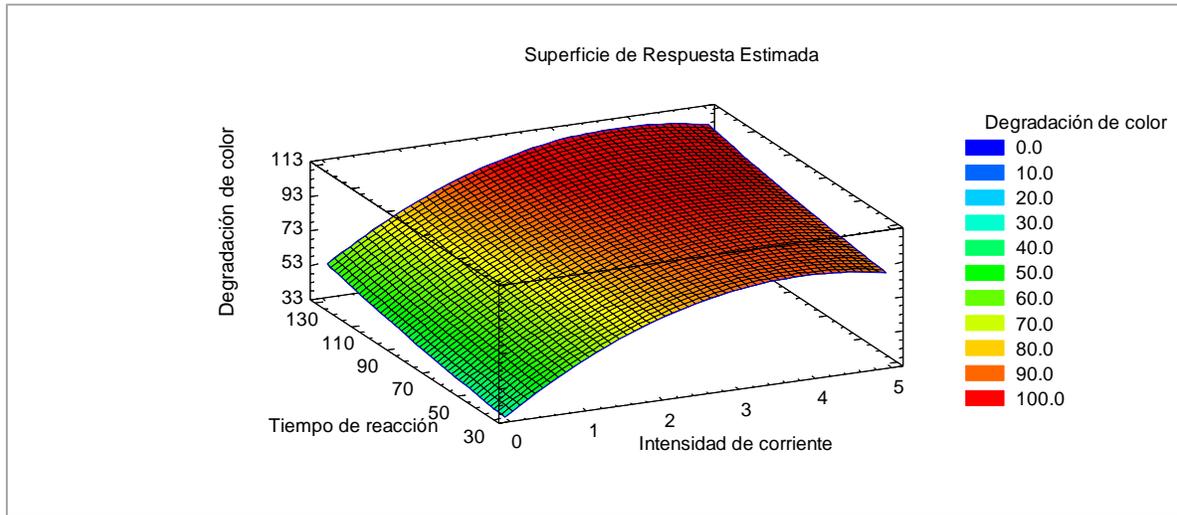


Figura 3.35. Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente de BRM segunda fase

Tabla 3.26 Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente de BRM fase 2

| Factor | Bajo | Alto | Óptimo |
|-------------------------|------|-------|---------|
| Intensidad de corriente | 0.1 | 5.9 | 5.12512 |
| Tiempo de reacción | 12.0 | 140.0 | 113.51 |

3.3.4. Resultados del diseño de experimentos para el efluente de BRM fase 3

3.3.4.1. Diseño factorial para degradación de materia orgánica y remoción de color de BRM fase 3

Para la tercera fase de operación del BRM las condiciones de operación fueron; carga orgánica volumétrica de 3.6 kg DQO m⁻³ d⁻¹, TRS de 10 días y TRH de 7.9 horas. Al efluente obtenido se le aplicó un diseño factorial, los resultados de la degradación de materia orgánica medida como DQO y remoción de color se muestran en la **Tabla 3.27**.

Tabla 3.27. Valores Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño 3², efluente de BRM tercera fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | DQO | % de degradación predicha | Color | % de degradación predicha |
|-----|-----------------------------|--------------|-----|---------------------------|-------|---------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 8 | 12 | 39 | 43.9 |
| 2 | 0.5 | 80 | 33 | 38 | 86 | 79.9 |
| 3 | 0.5 | 120 | 76 | 67 | 82 | 83.2 |
| 4 | 3 | 30 | 96 | 72 | 73 | 66.6 |
| 5 | 3 | 80 | 55 | 77 | 90 | 93.3 |
| 6 | 3 | 120 | 86 | 88 | 86 | 89.1 |
| 7 | 5 | 30 | 62 | 82 | 80 | 81.5 |
| 8 | 5 | 80 | 95 | 68 | 98 | 100.8 |
| 9 | 5 | 120 | 59 | 66 | 95 | 90.7 |

Las ecuaciones de regresión ajustadas a los valores mostrados en la matriz del diseño factorial de la **Tabla 3.27**, se expresan en las siguientes ecuaciones.

$$\begin{aligned} \text{\% de degradación de materia orgánica} = & -19.3501 + 44.5334 * \text{Intensidad de corriente} \\ & + 0.358802 * \text{Tiempo de reacción} - 4.33333 * \text{Intensidad de corriente}^2 \\ & - 0.174348 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} + 0.00225926 * \text{Tiempo de reacción}^2 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{\% de remoción de color} = & -0.893982 + 12.5404 * \text{Intensidad de corriente} \\ & + 1.53735 * \text{Tiempo de reacción} - 0.355556 * \text{Intensidad de corriente}^2 \\ & - 0.0742945 * \text{Intensidad de corriente} * \text{Tiempo de reacción} - 0.00709259 * \text{Tiempo de reacción}^2 \end{aligned}$$

El seguimiento de pH, T y C.E. realizado a cada experimento se muestra en la **Tabla 3.28**. Se muestra una variación muy fluctuante en relación con el pH, debido a que en algunos

experimentos se registró un aumento y en otros un decremento. La temperatura como es de esperarse, en todos los experimentos aumentó al finalizar la corrida. La conductividad por su parte mantuvo fluctuaciones mínimas sin exceder $\pm 0.5 \text{ mS cm}^{-1}$.

El análisis de varianza ANOVA para la degradación de materia orgánica se muestra en la **Tabla 3.29**. Al comparar el valor-p de los factores se muestran valores mayores a 0.05, por lo que la corriente y el tiempo, tienen la misma variabilidad (Gutiérrez y Vara 2012). Para la remoción de color, el ANOVA se presenta en la **Tabla 3.30** igualmente se comparó el valor-p de los factores, observándose valores por debajo de 0.05, lo que indica que ambos factores influyen de manera significativa en la respuesta del experimento (Gutiérrez y Vara 2012), sin embargo, la corriente tiene un factor más significativo. Los valores obtenidos para R^2 , fueron $R^2=66.36$ y $R^2_{aj}=10.30$ para la degradación de materia orgánica y $R^2=93.73$ $R^2_{aj}=83.30$ para la remoción de color. Para el caso de DQO debido a que los valores de R^2 resultaron ser menor a 70%, indica que el efecto atribuible a los factores estudiados es pequeño en comparación con el resto de la variación observada en el experimento (Gutiérrez y Vara 2012).

Tabla 3.28. Parámetros de campo monitoreados durante cada experimento con efluente del BRM tercera fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | pH inicial | pH final | Temperatura inicial (°C) | Temperatura final (°C) | C.E. inicial (mS cm^{-1}) | C.E. final (mS cm^{-1}) |
|-----|-----------------------------|--------------|------------|----------|--------------------------|------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 8.04 | 7.46 | 22.5 | 26.2 | 5.29 | 5.35 |
| 2 | 0.5 | 80 | 7.98 | 8.55 | 34.6 | 31.9 | 5.34 | 5.39 |
| 3 | 0.5 | 120 | 8.23 | 7.16 | 22.9 | 28.7 | 5.35 | 5.32 |
| 4 | 3 | 30 | 7.99 | 8.95 | 25.5 | 39.3 | 5.34 | 5.44 |
| 5 | 3 | 80 | 8.07 | 8.13 | 24.8 | 29 | 5.44 | 5.36 |
| 6 | 3 | 120 | 8.27 | 9.31 | 24.7 | 38.1 | 5.52 | 5.52 |
| 7 | 5 | 30 | 8.13 | 8.07 | 27.6 | 28.9 | 5.37 | 5.37 |
| 8 | 5 | 80 | 8 | 8.12 | 23.2 | 33.1 | 5.45 | 5.45 |
| 9 | 5 | 120 | 7.71 | 5.97 | 27 | 33.3 | 6.92 | 6.89 |

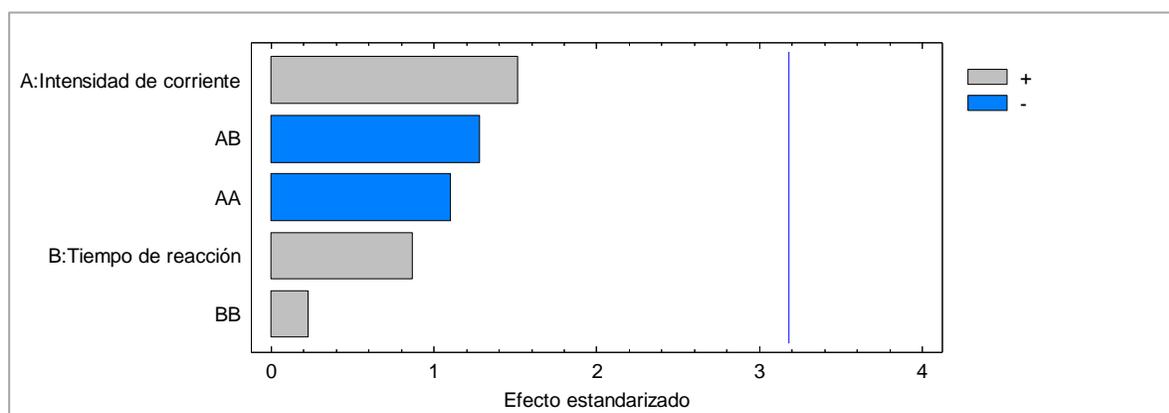
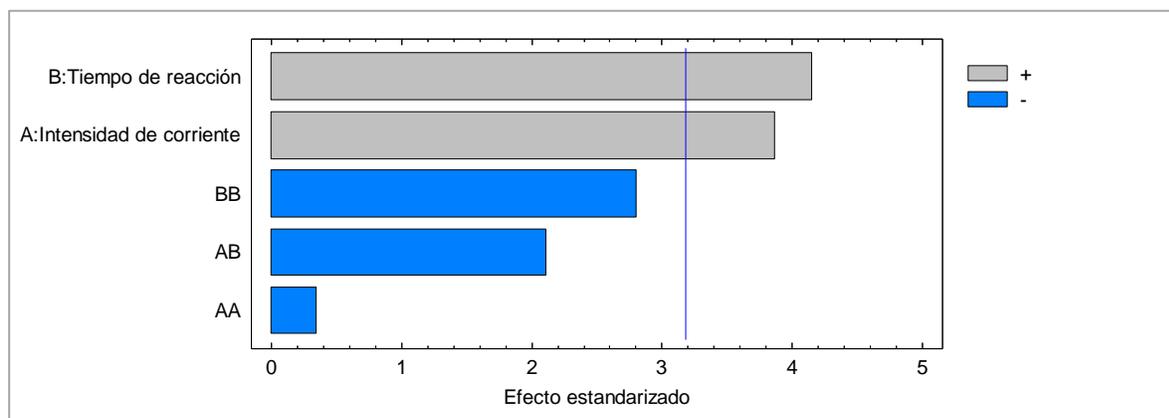
Tabla 3.29. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM tercera fase: degradación de materia orgánica

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 1761.92 | 1 | 1761.92 | 2.31 | 0.2262 |
| B: Tiempo de reacción | 577.472 | 1 | 577.472 | 0.76 | 0.4487 |
| AA | 935.041 | 1 | 935.041 | 1.22 | 0.3494 |
| AB | 1256.76 | 1 | 1256.76 | 1.64 | 0.2898 |
| BB | 40.6667 | 1 | 40.6667 | 0.05 | 0.8324 |
| Error total | 2292.57 | 3 | 764.191 | | |
| Total (corr.) | 6816.0 | 8 | | | |

Tabla 3.30. ANOVA del diseño factorial 3^2 para el efluente de BRM tercera fase: remoción de color

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gl | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|----------------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| A: Intensidad de corriente | 761.687 | 1 | 761.687 | 14.92 | 0.0307 |
| B: Tiempo de reacción | 878.402 | 1 | 878.402 | 17.21 | 0.0255 |
| AA | 6.29508 | 1 | 6.29508 | 0.12 | 0.7487 |
| AB | 228.208 | 1 | 228.208 | 4.47 | 0.1248 |
| BB | 400.79 | 1 | 400.79 | 7.85 | 0.0677 |
| Error total | 153.125 | 3 | 51.0418 | | |
| Total (corr.) | 2446.0 | 8 | | | |

En las Figuras 3.36 y 3.37, se muestran los diagramas de Pareto, para la degradación de materia orgánica no se observa ningún efecto estadísticamente significativo y para la remoción de color el tiempo de reacción y la intensidad de corriente presentan efectos significativos.

**Figura 3.36.** Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la degradación de materia orgánica en efluente de BRM tercera fase**Figura 3.37.** Diagrama de Pareto estandarizado para el diseño factorial 3^2 para la remoción de color en efluente de BRM tercera fase

Asimismo, en la **Figura 3.38** se presentan los efectos principales para DQO, en la intensidad de corriente se observa un incremento y luego un decremento en el porcentaje de degradación conforme la intensidad aumenta, por lo que se obtiene un mayor porcentaje a una intensidad cercana a los 3 A. El tiempo de reacción mantuvo un comportamiento proporcional al porcentaje de degradación, siendo el máximo tiempo (120 min) el ideal para obtener degradaciones más efectivas. Los efectos principales para color se muestran en la **Figura 3.39**, donde se puede apreciar un comportamiento lineal, de esta manera al operar el reactor a la mayor intensidad de corriente, se lograrán degradaciones de color mayores. El tiempo de reacción muestra un máximo a un tiempo cercano a los 90 minutos, por lo que no es necesario operar a tiempos mayores para lograr buenos porcentajes de remoción de color.

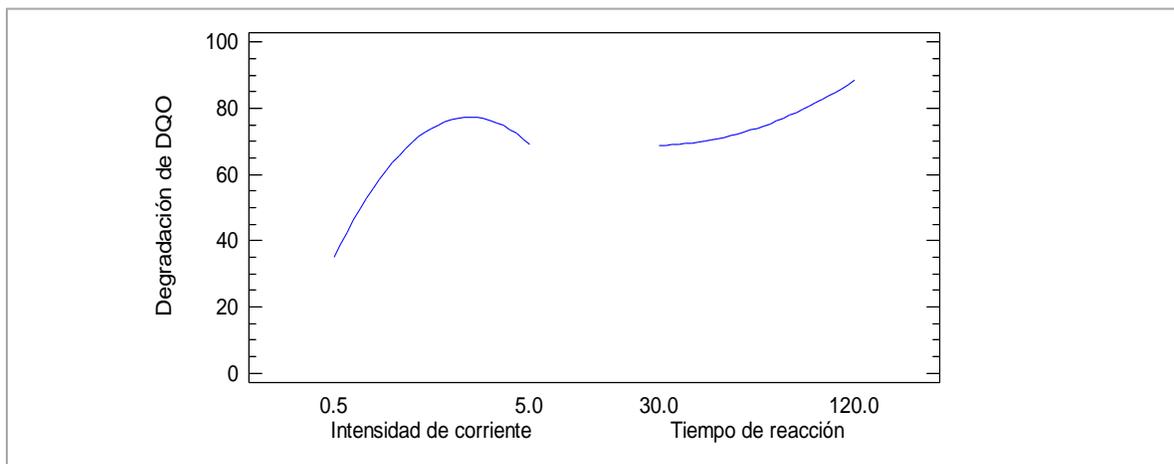


Figura 3.38 Gráfica de efectos principales en la degradación de materia orgánica para el diseño 3^2 en efluente de BRM tercera fase

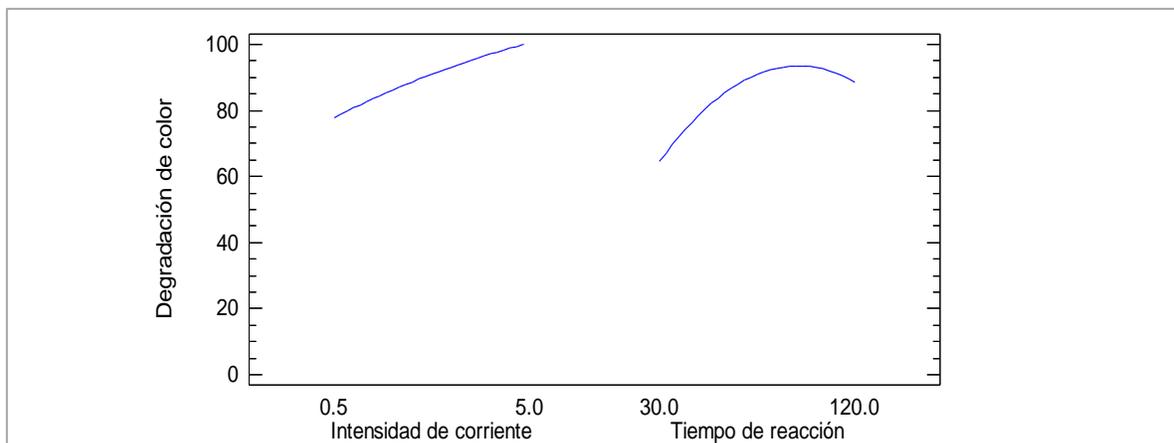


Figura 3.39. Gráfica de efectos principales en la remoción de color para el diseño 3^2 en efluente de BRM tercera fase

3.3.4.2. Optimización de condiciones mediante diseño central compuesto de BRM fase 3

En la **Tabla 3.31** se muestran los resultados obtenidos en el diseño central compuesto. El modelo matemático correspondiente al efluente de esta segunda fase del BRM se expresa en las siguientes ecuaciones.

% de degradación de materia orgánica = $43.0596 - 3.11068 \cdot \text{Intensidad de corriente} + 0.749298 \cdot \text{Tiempo de reacción} - 1.07048 \cdot \text{Intensidad de corriente}^2 + 0.157344 \cdot \text{Intensidad de corriente} \cdot \text{Tiempo de reacción} - 0.00789835 \cdot \text{Tiempo de reacción}^2$

% de remoción de color = $-18.9613 + 33.0257 \cdot \text{Intensidad de corriente} + 0.602062 \cdot \text{Tiempo de reacción} - 2.47903 \cdot \text{Intensidad de corriente}^2 - 0.127528 \cdot \text{Intensidad de corriente} \cdot \text{Tiempo de reacción} + 0.000428223 \cdot \text{Tiempo de reacción}^2$

Tabla 3.31. Valores de Matriz experimental para la degradación de materia orgánica y remoción de color en el diseño central compuesto en efluente de BRM tercera fase

| No. | Intensidad de corriente (A) | Tiempo (min) | DQO | % de degradación predicha | Color | % de degradación predicha |
|-----|-----------------------------|--------------|-----|---------------------------|-------|---------------------------|
| 1 | 0.5 | 30 | 48 | 59.0 | 22 | 13.5 |
| 2 | 5 | 30 | 40 | 39.7 | 82 | 83.5 |
| 3 | 0.5 | 120 | 27 | 26.9 | 79 | 67.7 |
| 4 | 5 | 120 | 86 | 71.3 | 85 | 86.1 |
| 5 | 0.1 | 80 | 39 | 53.4 | 18 | 34.2 |
| 6 | 5.9 | 80 | 27 | 71.1 | 83 | 80.3 |
| 7 | 3 | 12 | 46 | 37.6 | 57 | 60.5 |
| 8 | 3 | 140 | 29 | 40.3 | 92 | 96.9 |
| 9 | 3 | 80 | 48 | 71.3 | 67 | 78.1 |
| 9 | 3 | 80 | 93 | 71.3 | 88 | 78.1 |
| 9 | 3 | 80 | 66 | 71.3 | 84 | 78.1 |

En la **Figura 3.40**, se presenta la superficie de respuesta para la degradación de materia orgánica, se observa que a tiempos de reacción cercanos a 100 minutos y con una intensidad de corriente superior a 4.5 A, el porcentaje de degradación se muestra cercano a 80%. Para la remoción de color, la superficie de respuesta se muestra en la **Figura 3.41** donde se aprecian resultados superiores al 90% manteniendo condiciones de operación por encima de 3 A para la intensidad de corriente y debido a que para el factor tiempo la superficie de respuesta no muestra variaciones tan radicales, es recomendable operar el reactor a tiempos mínimos.

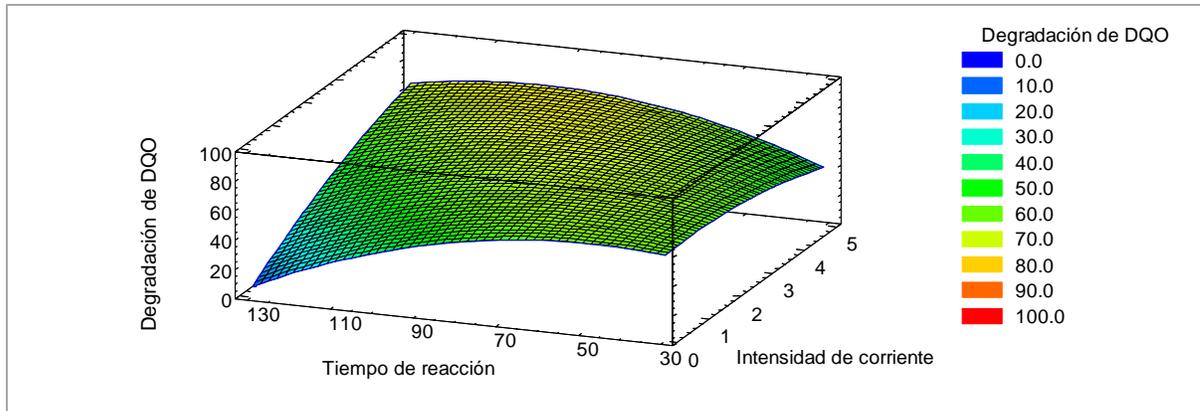


Figura 3.40. Superficie de respuesta estimada en la degradación de materia orgánica en efluente de BRM tercera fase

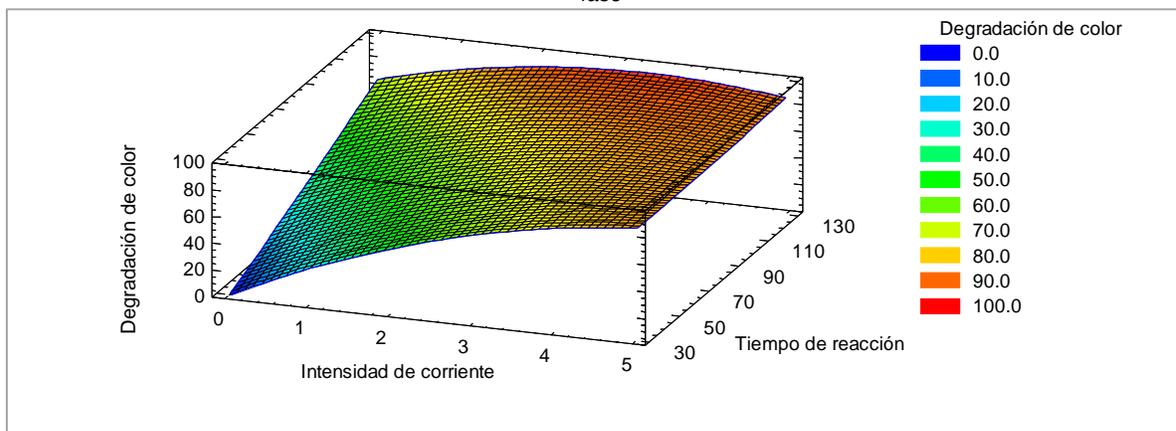


Figura 3.41. Superficie de respuesta estimada en la remoción de color en efluente de BRM tercera fase

Las condiciones óptimas de operación de este diseño central compuesto se muestran en la **Tabla 3.32**, las respuestas teóricas son de 79.97% para la degradación de materia orgánica y 85.69% para la remoción de color. Al igual que las optimizaciones anteriores, ésta se obtuvo analizando en conjunto las dos variables de respuesta del diseño. Se obtuvo un factor de deseabilidad de 0.79. Si el valor es cercano a uno, significa que la solución propuesta por el modelo puede ser obtenida experimentalmente (Gutiérrez y Vara 2012, García-Espinoza, 2018).

Tabla 3.32. Condiciones óptimas obtenidas en diseño central compuesto para el efluente de BRM fase 3

| Factor | Bajo | Alto | Óptimo |
|-------------------------|------|-------|---------|
| Intensidad de corriente | 0.1 | 5.9 | 4.76977 |
| Tiempo de reacción | 12.0 | 140.0 | 98.3011 |

Es importante mencionar que los valores obtenidos en el coeficiente R^2 para la degradación de materia orgánica medida como DQO, son menores comparados con las R^2 de la remoción de color, en los cuatro sistemas utilizados (RBS-R2, efluente BRM-Fase 1, efluente BRM-Fase 2 y efluente BRM-Fase 3), lo cual se atribuye principalmente a que la técnica para determinar la degradación de materia orgánica fue de acuerdo con Standard Methods for Examination of Water and Wastewater No. 5220 (2001), en la cual se preparan viales con solución, por lo que, a pesar de seguir las indicaciones, siempre están presentes los errores humanos y errores experimentales, de esta manera al determinar la DQO de cada muestra se presentaron variaciones considerables que se reflejaron en R^2 por debajo del 70%.

La optimización estadística de los resultados en la oxidación electroquímica utilizando los efluentes del BRM mostraron eficiencias globales de degradación de materia orgánica de 98.4% y remoción de color de 99.9%, con un tiempo de reacción de 67 minutos y 3.5 A (16.9 mA cm⁻²), las eficiencias son mayores que los reportados en diferentes estudios tales como Körbahti (2007) quien analizó el tratamiento electroquímico de agua sintética con colorantes de la industria textil utilizando electrodos de hierro en presencia de electrolito de NaCl en un reactor electroquímico discontinuo. Obtuvo condiciones optimizadas con una densidad de corriente promedio de 6±0.65 mA cm⁻², agregando NaCl con lo cual se logró una degradación promedio de materia orgánica de 34±2.64%. El tiempo de reacción fue en promedio 26.3±9.5 minutos. Por su parte, Körbahti y Tanyolac (2008) simularon agua residual textil y realizaron un tratamiento electroquímico utilizando electrodos de hierro en presencia de electrolito de NaCl, el tratamiento se optimizó utilizando la metodología de superficie de respuesta, las condiciones óptimas fueron de 35.5 mA cm⁻² para la densidad de corriente, concentración de electrolito de 25 g L⁻¹ y con un potencial de 8 V durante 183 minutos con las cuales se obtuvo una degradación de materia orgánica de 61.6% y 99.6% de remoción de color. De igual manera, GilPavas, *et al.*, (2014) realizaron una optimización del tratamiento de aguas residuales textiles industriales por métodos electroquímicos, utilizaron DDB como ánodo con área de 4cm², Ti como cátodo con un área de 23.3 cm², separados por un centímetro, el volumen efectivo de la celda fue de 95 mL y se llevó a cabo la reacción durante 35 minutos, las condiciones operativas óptimas para el proceso fueron: pH 3 y densidad de corriente 10 mA cm⁻². En esta condición, se obtuvieron las siguientes eficiencias de degradación: 92% remoción de color y 37% degradación de materia orgánica. Otro estudio para comparar es el reportado por Sasidharan y Gupta (2016), quienes realizaron un estudio en donde degradaron agua residual textil con colorante, utilizando oxidación electroquímica. Las condiciones óptimas para maximizar la eficiencia de degradación de materia orgánica y remoción de color, fueron con utilizando 1.56 g L⁻¹ de NaCl, densidad de corriente de 1.91 mA cm⁻² y pH 5, logrando en promedio un porcentaje de degradación de materia orgánica de 90.1% y 21.5% de remoción de color durante 45 minutos.

Capítulo 4

CONCLUSIONES

El tratamiento propuesto de un sistema BRM acoplado a un reactor de electro oxidación, muestra remociones globales de color y materia orgánica de 98.4% y 99.9%, respectivamente, cuyos valores cumplen con los requerimientos necesarios de estos parámetros para reusar el agua en los procesos de producción para lo cual se requiere un color <20 UPt-Co y una de DQO de 20 - 50 mg L⁻¹.

El tratamiento biológico mediante un sistema BRM operado bajo las condiciones de la segunda fase experimental con un TRH de 12.5 horas, un TRS de 11 días, COV de 2.5 kg DQO m⁻³ d⁻¹ y una relación A/M de 0.21 mg DQO mg SST⁻¹d⁻¹, generó porcentajes de degradación de materia orgánica y remoción de color mayores comparados con las otras dos fases experimentales, con valores en el efluente de 60 mg L⁻¹ para la degradación de materia orgánica medida como DQO y 99 UPT-Co para el color.

La diferencia principal entre los efluentes de BRM y RBS radica en la calidad de efluentes promedio: SST_{BRM} <1 mg L⁻¹, SST_{SBR} 115 mg L⁻¹, DQO_{BRM} de 77 mg L⁻¹ y DQO_{SBR} de 118 mg L⁻¹, Color_{BRM} de 143 UPT-Co y Color_{SBR} de 293 UPT-Co.

El BRM logró remover el nitrógeno amoniacal en un promedio de 91.7%, por lo que se lleva a cabo satisfactoriamente el proceso de nitrificación.

Para el caso del tratamiento electroquímico con ayuda del diseño factorial se puede asegurar que el principal factor que influye en la remoción de color y degradación de materia orgánica es la intensidad de corriente. Los valores óptimos de los parámetros de operación son: corriente de 3.5 A y tiempo de reacción de 67 minutos; en estas condiciones de operación se pueden lograr porcentajes de degradación de materia orgánica de 58.1% y remociones de color de 99%. Para el caso del tratamiento electroquímico utilizando efluente de RBS-R2, los valores óptimos de operación son 4.8 A y 140 minutos de reacción, con lo cual se puede lograr una degradación de materia orgánica de 33.2% y remoción de color de 76.7%.

REFERENCIAS

- Amat, A. M., Arques, A., García-Ripoll, A., Santos-Juanes, L., Vicente, R., Oller, I., y Malato, S. (2009). A reliable monitoring of the biocompatibility of an effluent along an oxidative pre-treatment by sequential bioassays and chemical analyses. *Water Research*, 43(3), pp. 784-792.
- Anglada, A., Urtiaga, A., y Ortiz, I. (2009). Contributions of electrochemical oxidation to waste-water treatment: fundamentals and review of applications. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 84(12), pp. 1747-1755.
- Aravind, P., Subramanyan, V., Ferro, S., y Gopalakrishnan, R. (2016). Eco-friendly and facile integrated biological-cum-photo assisted electrooxidation process for degradation of textile wastewater. *Water research*, 93, pp. 230-241.
- Arias-Loaiza, G. (2013). Degradación fotocatalítica del colorante textil modelo azul reactivo 69. Maestría. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Atalay, S. y Ersöz, G., (2015). Advanced Oxidation Processes for Removal of Dyes from Aqueous Media. En S. Sharma, ed., *Green Chemistry for Dyes Removal from Wastewater*. Jaipur: Scrivener Publishing LLC., pp. 83-110.
- Balderas-Hernández, P., Barrera-Díaz, C., Roa-Morales, G., y Linares-Hernández, I. (2014a). Fundamentos de electroquímica ambiental. En C. Barrera-Díaz, ed., *Aplicaciones electroquímicas al tratamiento de aguas residuales*. 1ra. ed. España: Reverté, S.A., pp. 1-43.
- Balderas-Hernández, P., Barrera-Díaz, C., Roa-Morales, G., y Linares-Hernández, I. (2014b). Electrooxidación. En C. Barrera-Díaz, ed., *Aplicaciones electroquímicas al tratamiento de aguas residuales*. 1ra. ed. España: Reverté, S.A., pp. 211-224.
- Barakat, M. (2011). Adsorption and photodegradation of portion yellow hexl dye in textile wastewater over TiO₂ suspension. *Journal of Hydro-environment Research*, 5 (2), pp. 127-142.
- Barrera Díaz, C. (2014). *Aplicaciones electroquímicas al tratamiento de aguas residuales*, Reverté Ediciones, México.
- Blanco Llorca, A. (2012). Procesos electroquímicos de oxidación avanzada aplicados a la recuperación de aguas contaminadas con el colorante azoico direct yellow-4 (Tesis de Maestría, Universidad de Barcelona).
- Carneiro, P.A. Nogueira, R.F.P., y Zanoni, M.V.B (2007). Homogeneous photodegradation of ci reactive blue 4 using a photo-fenton process under artificial and solar irradiation. *Dyes and Pigments*, 74 (1), pp 127-132.
- Chavan, R. (2011). Environmentally friendly dyes. En: M. Clark, ed., *Handbook of textile and industrial dyeing*. Philadelphia: Woodhead Pub., pp. 515-556.
- Chakraborty, S., Purkait, M. K., DasGupta, S., De, S., y Basu, J. K. (2003). Nanofiltration of textile plant effluent for color removal and reduction in COD. *Separation and purification Technology*, 31(2), pp. 141-151.
- Chattopadhyay, D. (2011). Chemistry of dyeing. En: M. Clark, ed., *Handbook of textile and industrial dyeing*. Philadelphia: Woodhead Pub., pp. 150-181.

- Cho, B. D., y Fane, A. G. (2002). Fouling transients in nominally sub-critical flux operation of a membrane bioreactor. *Journal of membrane science*, 209(2), pp. 391-403.
- Chong, M. N., Jin, B., Chow, C. W., y Saint, C. (2010). Recent developments in photocatalytic water treatment technology: a review. *Water research*, 44(10), pp. 2997-3027.
- Clark, M. (2011). Fundamental principles of dyeing. Handbook of Textile and Industrial Dyeing: Principles, Processes and Types of Dyes.
- Cobos-Becerra Y. (2013). Doctorado. Filtración biológica de aguas residuales conteniendo colorantes azo. Doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México.
- CONAGUA (2007). *El agua virtual y la huella hídrica* [en línea]. Conagua.gob.mx. Disponible en: <http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Contenido/Documentos/Infografía%20Huella%20Hídrica.pdf> [Visitado 10 de octubre de 2017].
- CONAGUA. 2016a. Subdirección General de Administración del Agua
- CONAGUA. 2016b. Subdirección General de Agua Potable, Drenaje y Saneamiento.
- Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos (1917).
- Deowan, S. A., Galiano, F., Hoinkis, J., Figoli, A., y Drioli, E. (2013). Submerged Membrane Bioreactor (SMBR) for treatment of textile dye wastewater towards developing novel MBR process. *APCBEE procedia*, 5, pp. 259-264.
- Ejder-Korucu, M., Gürses, A., Doğar, Ç., Sharma, S. y Açıkyıldız M. (2015). En S. Sharma, ed., *Green Chemistry for Dyes Removal from Wastewater*. Jaipur: Scrivener Publishing LLC., pp. 1-22.
- Ekama G. A. y Wentzel M. C. (2017). Remoción biológica de nitrógeno. En: López-Vazquez, ed., *Tratamiento biológico de aguas residuales: principios, modelación y diseño*. IWA Pub., pp. 97-156.
- Estrada-Arriaga, E. B., Mijaylova-Nacheva, P., Moeller-Chavez, G., Mantilla-Morales, G., Ramírez-Salinas, N., & Sánchez-Zarza, M. (2013). *Presencia y tratamiento de compuestos disruptores endócrinos en aguas residuales de la Ciudad de México empleando un biorreactor con membranas sumergidas*. Ingeniería, investigación y tecnología, 14(2), pp. 275-284.
- Frontana-Uribe, B. y Vásquez Medrano, R. (2014). Celdas de laboratorio y reactores industriales electroquímicos. En C. Barrera-Díaz, ed., *Aplicaciones electroquímicas al tratamiento de aguas residuales*. 1ra. ed. España: Reverté, S.A., pp. 81-114.
- García-Espinoza J.E. (2018). Oxidación electroquímica de compuestos farmacéuticos presentes en el agua residual. Doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México.
- García-Montaño, J., Ruiz, N., Munoz, I., Domenech, X., García-Hortal, J. A., Torrades, F., y Peral, J. (2006). Environmental assessment of different photo-Fenton approaches for commercial reactive dye removal. *Journal of hazardous materials*, 138(2), pp. 218-225.
- García-Montaño, J., Domenech, X., García-Hortal, J. A., Torrades, F., y Peral, J. (2008). The testing of several biological and chemical coupled treatments for Cibacron Red FN-R azo dye removal. *Journal of hazardous materials*, 154(1-3), pp. 484-490.

- García-Silva G. (2015). Oxidación electroquímica de remazol amarillo en función del pH en agua usando energía solar fotovoltaica directa. Licenciatura. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Garzón, R. (2009). Cinética de degradación de colorantes textiles de diferentes clases químicas por hongos y bacterias inmovilizados sobre fibra de agave tequilana weber var. Azul. Bogotá, pp. 4-5.
- Gogate, P. R., y Pandit, A. B. (2004). A review of imperative technologies for wastewater treatment II: hybrid methods. *Advances in Environmental Research*, 8(3-4), pp. 553-597.
- Gulrajani, M. (2011). Disperse dyes. En: M. Clark, ed., *Handbook of textile and industrial dyeing*. Philadelphia: Woodhead Pub., pp. 365-391.
- Gürses, A., Açıkyıldız, M., Güneş, K., y Gürses, M. S. (2016). Dyes and pigments: their structure and properties. En *Dyes and Pigments* Springer, Cham., pp. 13-29.
- Gutiérrez-Macías T. (2015). Remoción de fármacos reguladores de lípidos mediante biorreactores con membranas sumergidas. Doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Gutiérrez P., H. y Vara S., R (2012). *Análisis y diseño de experimentos*. McGraw-Hill.
- Hai, F., Yamamoto, K., y Lee, C. (2014). *Membrane Biological Reactors Theory, Modeling, Design, Management and Applications to Wastewater Reuse*. London: IWA Publishing, pp. 34-62.
- Hai, F. I., Yamamoto, K., y Fukushi, K. (2007). Hybrid treatment systems for dye wastewater. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 37(4), pp. 315-377.
- Hernández, L. M. R. (2014). Modelado y simulación de sistemas de depuración biológica de aguas residuales urbanas mediante biorreactores de membrana (BRM) (Doctoral dissertation, Universidad de Granada).
- Hollen, N. y Saddler, J., (2002). *Introducción a los textiles*. Última edición, México Ed. LIMUSA, Digest.
- Hörsch, P., Speck, A., y Frimmel, F. H. (2003). Combined advanced oxidation and biodegradation of industrial effluents from the production of stilbene-based fluorescent whitening agents. *Water research*, 37(11), pp. 2748-2756.
- Index, C. (1971). *The society of dyers and colourist*. Bradford, UK, 3:4198.
- INEGI (2017). *Manufacturas* [en línea]. Beta.inegi.org.mx. Disponible en: <http://www.beta.inegi.org.mx/temas/manufacturas/> [Visitado 30 de octubre de 2017].
- IPCC (2003). Integrated Pollution Prevention and Control. Reference document on best available techniques for the textile industry. European Commission.
- Judd, S. (2010). *The MBR book: principles and applications of membrane bioreactors for water and wastewater treatment*. Elsevier.
- Judd, S., Kim, B. y Amy G. (2017). Biorreactores de Membrana (MBR). En: López-Vazquez, ed., *Tratamiento biológico de aguas residuales: principios, modelación y diseño*. IWA Pub., pp. 376-404.

- Kapařka, A., F3ti., G. y Comninellis, C. (2010). Basic principles of the electrochemical mineralization of organic pollutants for wastewater treatment. En: C. Comninellis y G. Chen, ed., *Electrochemistry for the environment*. Nueva York: Springer Science+Business Media, pp. 1-23.
- Kim, T. H., Park, C., Lee, J., Shin, E. B., y Kim, S. (2002). Pilot scale treatment of textile wastewater by combined process (fluidized biofilm process–chemical coagulation–electrochemical oxidation). *Water research*, 36(16), pp. 3979-3988.
- K3rbahti, B. K. (2007). Response surface optimization of electrochemical treatment of textile dye wastewater. *Journal of hazardous materials*, 145(1-2), pp. 277-286.
- K3rbahti, B. K., y Tanyolaç, A. (2008). Electrochemical treatment of simulated textile wastewater with industrial components and Levafix Blue CA reactive dye: Optimization through response surface methodology. *Journal of Hazardous Materials*, 151(2-3), pp. 422-431
- Lapeña, M.R. (1989). *Tratamiento de aguas residuales: aguas de proceso y residuales*, volumen 27. Marcombo
- Lefrou, C., Fabry, P. y Poignet, J. (2014). *Electrochimie*. Les Ulis: EDP Sciences.
- Lockuán-Lavado, F. E. (2012). II. *La industria textil y su control de calidad*.
- L3pez-Vazquez, C. M., Buitr3n, M. G., Garc3a, H. y Cervantes, C. F. J., (Eds.). (2017). *Tratamiento biol3gico de aguas residuales: principios, modelaci3n y diseño*. IWA Publishing.
- Lu, X., Liu, L., Liu R., y Chen J. (2010) Textile wastewater reuse as an alternative w3ter source for dyeing and finishing processes: A case study. *Desalination*, 258(1), pp. 229-232.
- Marcano, D. (1990). Introducci3n a la qu3mica de los colorantes. *Ed. Revert3*, Venezuela, Caracas.
- Mascolo, G., Laera, G., Pollice, A., Cassano, D., Pinto, A., Salerno, C., y Lopez, A. (2010). Effective organics degradation from pharmaceutical wastewater by an integrated process including membrane bioreactor and ozonation. *Chemosphere*, 78(9), pp. 1100-1109
- Mej3a-L3pez, M. (2014). Tratamiento de un efluente de la Industria Textil en biofiltros empacados con turba Inoculados con *Pleurotus ostreatus*. Maestr3a. Universidad Nacional Aut3noma de M3xico.
- Mendoza-L3pez, G. (2009). Decoloraci3n de un efluente de la industria textil mediante el proceso Foto-Fenton acoplado a un sistema de biofiltraci3n. Maestr3a. Universidad Nacional Aut3noma de M3xico.
- Metcalf y Eddy, Burton, F. L., Stensel, H. D., y Tchobanoglous, G. (2003). *Wastewater engineering: treatment and reuse*. McGraw Hill.met
- Miranda-Mandujano, E. V., (2009). Evaluaci3n del desempeño de dos procesos para el tratamiento del colorante azul negro directo. Maestr3a. Universidad Nacional Aut3noma de M3xico.
- Montgomery, D. (2004). *Diseño y an3lisis de experimentos*. Limusa Wiley, Segunda Edici3n, M3xico.
- Nawaz, M. S., y Ahsan, M. (2014). Comparison of physico-chemical, advanced oxidation and biological techniques for the textile wastewater treatment. *Alexandria Engineering Journal*, 53(3), pp. 717-722.

- NOM-001-SEMARNAT-1996. Norma Oficial Mexicana que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Diario Oficial de la Federación, Ciudad de México, 6 de enero de 1997.
- NOM-002-SEMARNAT-1996. Norma Oficial Mexicana que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a los sistemas de alcantarillado urbano o municipal. Diario Oficial de la Federación, Ciudad de México, 3 de junio de 1997.
- NOM-003-SEMARNAT-1997. Norma Oficial Mexicana que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reúsen en servicios al público. Diario Oficial de la Federación, Ciudad de México, 21 de septiembre de 1998.
- Ognier, S., Wisniewski, C., y Grasmick, A. (2004). Membrane bioreactor fouling in sub-critical filtration conditions: a local critical flux concept. *Journal of Membrane Science*, 229(1-2), pp. 171-177.
- Oller, I., Malato, S., y Sánchez-Pérez, J. (2011). Combination of advanced oxidation processes and biological treatments for wastewater decontamination—a review. *Science of the total environment*, 409(20), pp. 4141-4166.
- Panizza, M. (2010). Importance of electrode material in the electrochemical treatment of wastewater containing organic pollutants. En: C. Comninellis y G. Chen, ed., *Electrochemistry for the environment*. Nueva York: Springer Science+Business Media, pp. 24-48.
- Pellegrin, M. L., Neethling, J. B., Menniti, A., Sandino, J., y Stensel, D. (2015). Application of Membrane Bioreactor Processes for Achieving Low Effluent Nutrient Concentrations. *Water Intelligence Online*, 14, 9781780406756.
- PROY-NMX-AA-003/3-SCFI-2008. Norma Mexicana Aguas residuales. - Muestreo. Diario Oficial de la Federación, Ciudad de México, 2008.
- Quiñones Rodríguez I. (2017). Remoción de contaminantes emergentes en aguas residuales utilizando reactores anóxico y aerobio con membrana sumergida. Maestría. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Robinson, T., Chandran, B., y Nigam, P. (2002). Removal of dyes from a synthetic textile dye effluent by biosorption on apple pomace and wheat straw. *Water research*, 36 (11), pp. 2824-2830.
- Salazar-Gómez, L., Crespi Rosell, M. y Roberto Salazar R. (2009). Tratamiento de aguas residuales textiles mediante un biorreactor de membrana. *Ingeniería y Desarrollo*, ISSN: 0122-3461, Universidad del Norte, 26, pp. 83-99.
- Sasidharan Pillai, I. M., y Gupta, A. K. (2016). Electrochemical degradation of malachite green: Multivariate optimization, pathway identification and toxicity analysis. *Journal of Environmental Science and Health, Part A*, 51(13), pp. 1091-1099.
- Sekar, N. (2011). Acid dyes. En: M. Clark, ed., *Handbook of textile and industrial dyeing*. Philadelphia: Woodhead Pub., pp. 486-510.
- Semmens, M. J. (2005). Membrane technology: pilot studies of membrane-aerated bioreactors.
- Skoog, D. ed., (2008) Introducción a la electroquímica. En: *Fundamentos de química analítica*. Ciudad de México: Cengage Learning, pp. 498-525.
- Smith, L.O. y Cristol, S.J. (1970). *Química Orgánica*. Reverté.

- Stephenson T., Judd S., Jefferson B., Brindle K. (2000). *Membrane Bioreactors for Wastewater Treatment*. IWA Publishing, London.
- Thanh, B. X., Dan, N. P., y Binh, N. T. (2012). Fouling mitigation in a submerged membrane bioreactor treating dyeing and textile wastewater. *Desalination and Water Treatment*, 47(1-3), pp. 150-156.
- Treguer, R., Tatin, R., Couvert, A., Wolbert, D., y Tazi-Pain, A. (2010). Ozonation effect on natural organic matter adsorption and biodegradation—application to a membrane bioreactor containing activated carbon for drinking water production. *Water research*, 44(3), pp. 781-788.
- Treviño Resendez J. (2015). Remoción de naftaleno y fenantreno en agua mediante un sistema de electro oxidación acoplado a biorreactor con membranas. Maestría. Universidad Nacional Autónoma de México.
- UNESCO (2017). Hecho 8: Agua para la industria / *Organización de las Naciones Unidas para la Educación, la Ciencia y la Cultura*. [En línea]. Disponible en: <https://goo.gl/uCLQap> [Visitado 29 de octubre de 2017].
- Valh, J. V., Le Marechal, A. M., Vajnhandl, S., Jerič, T., y Šimon, E. (2011). Water in the textile industry.
- Vargas-Espinosa Y. (2015). Decoloración del colorante azul directo 2 mediante peroxidasas. Maestría. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Vidal, G., Nieto, J., Mansilla, H. D., y Bornhardt, C. (2004). Combined oxidative and biological treatment of separated streams of tannery wastewater. *Water Science and Technology*, 49(4), pp. 287-292.
- Yoon, S. (2015). *Membrane Bioreactor Processes*. Boca Raton: CRC Press.
- Yurtsever, A., Sahinkaya, E., Aktaş, Ö., Uçar, D., Çınar, Ö., y Wang, Z. (2015). Performances of anaerobic and aerobic membrane bioreactors for the treatment of synthetic textile wastewater. *Bioresource technology*, 192, pp. 564-573.

The 16th IWA Leading Edge Conference on Water and Wastewater Technologies



10-14 June 2019 Edinburgh, United Kingdom

This certifies that

Erika Valerdi Negreros

UNAM, Mexico

Attended The 16th IWA Leading Edge Conference on Water and Wastewater Technologies.

Kala Vairavamoorthy

Executive Director

International Water Association

Ana Soares

Chair

Organising Committee

Jonathan Clement

Co-Chair

Programme Committee

Mark van Loosdrecht

Co-Chair

Programme Committee



Ciudad de México, a 15 de mayo de 2019

ERIKA VALERDI NEGREROS

Estimado Autor/a



Por este medio le informamos que su trabajo técnico titulado **“TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES DE LA INDUSTRIA TEXTIL MEDIANTE BIODEGRADACIÓN AEROBIA SEGUIDA POR UNA OXIDACIÓN ELECTROQUÍMICA.”** con el ID 00522 ha sido considerado como **ACEPTADO** para ser presentado con la **MODALIDAD ORAL** en el *4º Congreso de Ingeniería, Ciencia y Gestión Ambiental (AMICA)*, que en esta edición se une con la *5ª Conferencia Internacional de Greening of Industry Network (GIN)*, a celebrarse del 28 al 30 de octubre del 2019 en la Ciudad de México.

Para que su trabajo pueda ser presentado e incluido en el programa y en las memorias del congreso es indispensable realizar el pago de su inscripción antes del día 01 de agosto de 2019:

- Estudiantes: **75 USD**
- Socios AMICA, AIDIS: **200 USD**
- Público en general: **300 USD**

Para registrarse y conocer el proceso de pago favor de acceder a la siguiente dirección <http://www.congresoamica2019.com/registro.html>.

Quedamos a sus órdenes al correo de congresoamica@amica.com.mx

ATENTAMENTE

Dra. Leonor Patricia Güereca
Presidenta de AMICA

Investigadora del Instituto de Ingeniería UNAM
Presidenta de la Red Mexicana de Análisis de Ciclo de Vida
Tel. +52 (55) 5623 3600 ext 8706. Email: LGuerecaH@ingen.unam.mx

www.congresoamica2019.com

