



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E**  
**INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**



***“CELDAS DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS:  
GENERACIÓN DE ENERGÍA ELÉCTRICA UTILIZANDO AGUAS  
RESIDUALES”***

**Tesis Para Obtener El Grado:  
Ingeniero Químico Industrial**

**Presentan:**

**Hugo Enrique Vázquez Padilla  
Uriel Vázquez Cid**

**Asesor:**

**M. En C. Blanca Zamora Celis**

**CIUDAD DE MÉXICO**

**SEPTIEMBRE 2017**

T-150-16

Ciudad de México, 18 de octubre del 2016.

A los C. Pasantes:	Boleta:	Carrera:	Generación:
<b>URIEL VÁZQUEZ CID</b>	<b>2009321161</b>	<b>IQI</b>	<b>2011-2015</b>
<b>HUGO ENRIQUE VÁZQUEZ PADILLA</b>	<b>2009370331</b>	<b>IQI</b>	<b>2011-2015</b>

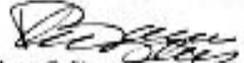
Mediante el presente se hace de su conocimiento que la Subdirección Académica a través de este Departamento autoriza que la **C. M. en C. Blanca Zamora Celis** sea asesora en el tema que propone usted desarrollar como prueba escrita en la opción **Tesis Colectiva**, con el título y contenido siguiente:

**"Celdas de combustible microbianas: Generación de energía eléctrica utilizando aguas residuales".**

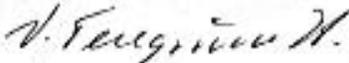
Resumen  
Introducción.  
I.- Generalidades.  
II.- Experimentación.  
III.- Análisis de resultados.  
Conclusiones.  
Referencias.  
Anexos.

Se concede un plazo máximo de un año, a partir de esta fecha, para presentarlo a revisión por el Jurado asignado.

  
M. en C. Carlos C. Ortiz Herrera  
Presidente de la Academia de  
Ingeniería de Procesos.

  
M. en C. Blanca Zamora Celis  
Directora de Tesis  
Ced. Prof. 722627

  
Ing. César Rodríguez Guerrero  
Jefe del Departamento de Evaluación y  
Seguimiento Académico.

  
Ing. Víctor Manuel Feregrino Hernández  
Subdirector Académico



T-150-16

Ciudad de México, a 13 de enero de 2017

A las C. Pasantes:	Boleta:	Carrera:	Generación:
<b>URIEL VÁZQUEZ CID</b>	<b>2009321161</b>	<b>IQI</b>	<b>2011-2015</b>
<b>HUGO ENRIQUE VÁZQUEZ PADILLA</b>	<b>2009370331</b>	<b>IQI</b>	<b>2011-2015</b>
<b>PRESENTE</b>			

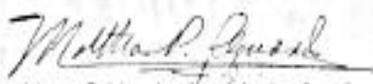
Los suscritos tenemos el agrado de informar a usted, que habiendo procedido a revisar el borrador de la modalidad de titulación correspondiente denominado:

**"Celdas de combustible microbianas: Generación de energía eléctrica utilizando aguas residuales".**

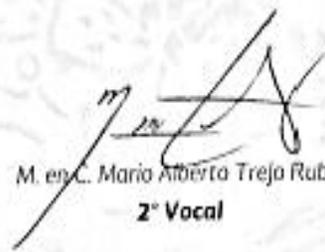
encontramos que el citado Trabajo de **Tesis Colectiva**, reúne los requisitos para autorizar el Examen Profesional y **PROCEDER A SU IMPRESIÓN** según el caso, debiendo tomar en consideración las indicaciones y correcciones que al respecto se le hicieron.

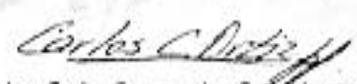
Atentamente  
**JURADO**

  
M. en C. Blanca Zamora Celis  
**Presidente**

  
M. en C. Martha Patricia Aguirre Jones  
**Secretaria**

  
M. en C. María Felipa Sánchez Salmerón  
**1er. Vocal**

  
M. en C. Mario Alberto Trejo Rubio  
**2º Vocal**

  
Ing. Carlos Constantino Ortiz Herrera  
**3er. Vocal**

## **DEDICATORIAS:**

### ***A nuestros padres:***

*Quienes siempre estuvieron y estarán para apoyarnos en cada uno de nuestros proyectos que planeamos y que están en futuro.*

### ***A nuestros hermanos y hermanas:***

*Que nos otorgaron toda su confianza y apoyo durante la realización de este proyecto de vida*

### ***Al Instituto Politécnico Nacional:***

*Gracias por darnos a entender y conocer al mundo con cada una de tus experiencias y enseñanzas otorgadas en el transcurso de nuestra vida académica y a la par de ayudarnos a entender y conocernos a nosotros mismos. Una enseñanza que llevaremos con nosotros durante toda la vida.*

### ***A nuestra asesora la M. en C. Blanca Zamora Celis:***

*Quien confió en nuestro proyecto y nuestras ideas para la realización de este gran proyecto.*

### ***Al maestro David del Laboratorio de Ambiental:***

*Por su apoyo crucial en el desarrollo del proyecto y el tiempo que nos brindó confiando en nuestro compromiso*

### ***Al Ingeniero Oscar Islas:***

*Por ofrecernos parte de su experiencia laboral y grandes conocimientos para la conclusión definitiva de nuestro proyecto*

### ***A los investigadores y docentes del IPN:***

*Quienes en cada momento nos apoyaron a desarrollar, continuar y concluir nuestro proyecto, en diferentes aspectos y magnitudes por lo cual queda confirmado el compromiso de la institución por el desarrollo científico y tecnológico, de lo cual estamos profundamente agradecidos.*

**GRACIAS A TODOS**

**ÍNDICE GENERAL:**

Índice De Figuras	IV
Índice De Organigrama	VII
Índice De Tablas	VIII
Índice De Graficas.	IX
Justificación	X
Objetivos:	XI
Hipótesis:	XII

---

**CAPITULO I**  
**"GENERALIDADES"**

---

<b>1.1 ELECTROQUÍMICA.</b>	<b>2</b>
1.1.3 Celdas Galvánicas.	5
1.1.4 Celdas de Combustible	9
1.1.4.1 La Innovación de las Celdas de Combustibles Microbianas.	12
<b>1.2 PARTES CONSTITUTIVAS DE UNA CELDA DE COMBUSTIBLE MICROBIANA (CCM).</b>	<b>19</b>
1.2.4 Aguas residuales.	25
<b>1.3 CARACTERÍSTICAS DE UNA CELDA DE COMBUSTIBLE MICROBIANA (CCM)</b>	<b>26</b>
1.3.1 Reacciones electroquímicas	26
1.3.2 Bacterias.	27
1.3.3 Medios de Cultivos.	30
1.3.3.1 Sistemas Aerobios	31
1.3.3.2 Sistemas Anaerobios	32

<b>1.4 TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES</b>	<b>33</b>
1.4.1 Parámetros principales del agua residual	35
1.4.2 Muestreo.	36
1.4.3 Determinación Química de Oxígeno (DQO).	37
<b>1.5 EFECTIVIDAD DE UN SISTEMA MICROBIANO.</b>	<b>38</b>
1.5.1 Sobrepotencial por Activación ( $\mu_{act}$ ).	39
1.5.2 Sobrepotencial por pérdidas óhmicas ( $\mu_{ohm}$ ).	40
1.5.3 Sobrepotencial por concentración ( $\mu_{conc}$ ).	40

---

***CAPITULO II***  
***“EXPERIMENTACIÓN”***

---

<b>2.1 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>42</b>
<b>2.2 DESARROLLO DE EXPERIMENTAL</b>	<b>44</b>
2.2.1. Operación del sistema aeróbico y anaeróbico (ETAPA I)	44
2.2.2 Operación CCM-I y caracterización electroquímica (Etapa II)	45
2.2.3 Activación de la Membrana Intercambio de Protones (MIP)	47
2.2.4 Montaje CCM-I	48
2.2.5 Ensamble y operación del sistema aeróbico (BR-A)	48
2.2.6 Ensamble y operación del sistema anaeróbico (BR-B)	49
2.2.7. Selección del sistema de mayor rendimiento	49
2.2.8 Diseño y fabricación de la CCM-II (Etapa II)	50
2.2.8.1. Dimensionamiento general del sistema	50
2.2.8.1.1 Cuerpo cilíndrico	51
2.2.8.1.2. Zona del ánodo	52
2.2.8.1.3. Zona del cátodo	53
2.2.8.1.4. Prueba de fugas	55
2.2.8.1.5. Circuito exterior	55
2.2.9. Obtención de la curva de polarización (Etapa III)	55
2.2.10. Operación y caracterización eléctrica y biológica (Etapa III)	57

---

**CAPITULO III  
“ANÁLISIS DE RESULTADOS”**

---

<b>3.1. CÁLCULOS</b>	<b>61</b>
<b>3.2. RESULTADOS</b>	<b>63</b>
3.2.1. Operación del sistema aeróbico y anaeróbico (Etapa I)	63
3.2.2. Operación CCM-I y caracterización electroquímica (Etapa II)	63
3.2.3. Diseño y fabricación de la CCM-II (Etapa II)	65
3.2.4. Obtención de la curva de polarización (Etapa III)	65
3.2.5. Operación y caracterización eléctrica y biológica (Etapa III)	66
<b>3.3. CONCLUSIONES:</b>	<b>69</b>
<b>Bibliografía:</b>	<b>72</b>
<b>Glosario:</b>	<b>75</b>
<b>Abreviaturas:</b>	<b>77</b>
<b>Anexo A:</b>	<b>78</b>
<b>Anexo B:</b>	<b>96</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Relación De La Electroquímica Y Sus Aplicaciones	2
Figura 2 Representación De Las Celdas Electrolíticas	3
Figura 3. Svante August Arrhenius & Michael Faraday	4
Figura 4. Aplicaciones Sobre La Electrolisis Dentro De La Industria	5
Figura 5. Representación De Las Celdas Galvánicas.	6
Figura 6. Alessandro Volta & Jonh Frederick Daniell	6
Figura 7. Pila De Volta & Pila De Daniell.	7
Figura 8. Aplicaciones De Las Celdas Galvánicas Y Prevención Para Evitar Corrosión.	8
Figura 9. Esquemas De Las Pilas De Combustible Estudiadas En Los Últimos Años.	11
Figura 10.. Esquematzación De Una Celda De Combustible Microbiana.	13
Figura 11 Diseño De Celda De Combustible Microbiana De Una Cámara Hecha Por Liu-Logan.	15
Figura 12. Diseño De Celda De Combustible Microbiana De Una Cámara Hecha Por K. Rabaey - K. Van De Sompel.	16
Figura 13 Diseño De Celda De Combustible Microbiana De Una Cámara Hecha Por J. N. Zhang - Q. L. Zhao.	16

Figura 14. Diseño De Celdas Microbianas Con 2 Cámaras Realizada Por Min B. Chang S.	17
Figura 15. Diseño De Celdas Microbianas Con 2 Cámaras Realizada Por N. Wagner Z, Minter Sd, Angenent Lt.	18
Figura 16. Diseño De Celdas Microbianas Con 2 Cámaras Realizada Por N. Wagner Z.	18
Figura 17. Flujo Eléctrico Para Las Celdas Electrolíticas Y Galvánicas Respectivamente.	20
Figura 18. Diseño De Diferentes Electrodo De Carbono Para Una Celda De Combustible Microbiana.	21
Figura 19. Membrana Intercambiadora De Protones (Nafion®117)	23
Figura 20. Estructura Química De Una Membrana Intercambiadora	24
Figura 21. Principal Clasificación De Las Aguas Residuales.	25
Figura 22. Comportamiento De Las Bacterias En El Electrodo (Ánodo).	27
Figura 23. Vista Microscopio De Bacterias Utilizadas En CCM.	28
Figura 24. Clasificación De Los Microorganismos De Acuerdo Con Su Temperatura.	29
Figura 25. Medios De Cultivos Para Ciertas Bacterias.	31
Figura 26. Esquematización De Una Planta Tratadora De Agua.	33
Figura 27. Muestreo Adecuado Del Agua Residual.	36

Figura 28. Curva De Polarización De Una Celda De Combustible Microbiana.	39
Figura 29. Bio-Reactor Aeróbico BR-A	44
Figura 30. Bio-Reactor Anaeróbico BR-B	45
Figura 31. Celda CCM-I.	45
Figura 32. Preparación De La MIP	48
Figura 33. Diseño Preliminar CCM-II. Elaboración Propia	51
Figura 34 Cuerpo Cilíndrico A) Diseño B) En Acrílico Y Ensamblado. Elaboración Propia.	52
Figura 35 Tapa Anódica A) Diseño B) En Acrílico Y Ensamblada. Elaboración Propia.	53
Figura 36 Tapa Catódica A) Diseño B) En Acrílico Y Ensamblada. Elaboración Propia.	54
Figura 37. Prueba De Fugas A) Goteo En Barreno B) Prueba Correcta. Elaboración Propia	55
Figura 38 Lectura De Voltaje Para Elaboración De La Curva De Polarización.	56
Figura 39 Sistema Para La Determinación De DQO Montado En El Laboratorio De Ingeniería Ambiental.	59

## **ÍNDICE DE ORGANIGRAMA**

Organigrama 1. Etapas De La Experimentación Organizada De Acuerdo Al Comportamiento De La CCM	42
Organigrama 2. Características Principales De Cada Celda Microbiana	43
Organigrama 3. Flujo Grama Experimental De La CCM-I	46
Organigrama 4. Diagrama De Flujo Para La Activación De La Mip (Membrana Intercambiadora De Protones)	47
Organigrama 5 Planeación Del Diseño De La CCM-II	50
Organigrama 6 Organigrama Para La Determinación De DQO.	58

## **ÍNDICE DE TABLAS**

Tabla No. 1. Tipos De Celdas De Combustible.	9
Tabla No. 2. Trabajos Realizados Con Celdas De Combustible Microbianas	14
Tabla No. 3. Composición Típica Del Agua Residual.	35
Tabla No. 4 Programa De Seguimiento Reactor (BR-A)	49
Tabla No. 5 Programa De Seguimiento Reactor (BR-B)	49
Tabla No. 6 Programación De Seguimiento Del Desempeño De La CCM-II	57
Tabla No. 7 Material y Equipo Para La Determinación De La DQO.	57
Tabla No. 8 Comparativo De Condiciones Físicas De Los Bio-Reactores	63
Tabla No. 9 Comparativo De Parámetros Máximos De Los Bio-Reactores Trabajando Con CCM-I	64
Tabla No. 10 Características De Funcionamiento De La CCM-II	68

**ÍNDICE DE GRAFICAS.**

Gráfica No. 1 Variación De Voltaje Durante La Operación Del Sistema BR-A/Celda	63
Gráfica No. 2 Variación De Voltaje Durante La Operación Del Sistema BR-B/Celda.	64
Gráfica No. 3 Curva Resistencia-Voltaje.	65
Gráfica No. 4 Desempeño Del Voltaje A Circuito Cerrado De La CCM-II En Función Del Tiempo.	66
Gráfica No. 5 Variación De pH En El Reactor Durante La Operación.	67
Gráfica No. 6 Descontaminación Del Sistema En Función Del Tiempo De Disminución Del Parámetro De DQO.	67

## Justificación

Tras siglos de explotación los recursos no renovables y altamente contaminantes como el petróleo y el carbón, han dado como resultado daños irreparables en el aire, la tierra y el agua del planeta, ya que no solo su consumo resulta contaminante, sino también la explotación de dichos recursos.

Se sabe también que la explotación demográfica ha causado el aumento en la demanda de agua y a su vez la contaminación de los ríos y lagos, siendo desplazados por la creación de ríos y lagos de aguas residuales, donde gracias a la ingeniería se cuenta ahora con la opción de darle diferentes tipos de tratamientos al agua contaminada. Una de las opciones más comunes es la bio-remediación, que utiliza lodos activados para la eliminación de la materia orgánica que posee el agua residual, y pueda ser posteriormente utilizada en la industrial de forma de servicios auxiliares

La comunidad científica se ha dado a la tarea en las últimas décadas a la búsqueda de tecnologías que resulten mucho más amigables con la naturaleza, algo que resultara una opción renovable, económica y eficiente para satisfacer una parte de la demanda energética. Lo que ha resultado un gran desafío, pero con los años han logrado desarrollar procesos para la generación de hidrogeno, energía fotovoltaica, eólica, térmica e hidráulica, todas con áreas de oportunidad para la mejora de eficiencia, seguridad y relativos costos bajos, buscando beneficios como el desarrollo sustentable y una anticipación de la escasez de los hidrocarburos comerciales. Esto lleva una gama de propuestas de tecnologías avanzadas que se pueden implementar con el propósito de cuidar los recursos naturales que no se han perdido a causa de esta problemática mundial.

Por las anteriores razones se decidió combinar estas necesidades energéticas y la recuperación de agua, para que en base a investigación bibliográfica nacional e internacional se generara un proyecto que satisfaga ambas necesidades, de tal forma que combinando el esfuerzo de maestros e investigadores del laboratorio de electroquímica se diseñara un prototipo que fuera práctico, eficiente y compatible con las tecnologías que cumpla con ambas funciones.

## Objetivos:

Objetivo general:

Generar energía eléctrica a partir del proceso electroquímico en el tratamiento de aguas residuales por lodos activados.

Objetivos específicos:

- ◆ Diseñar una celda electroquímica que genere energía eléctrica a partir de la descomposición de la materia orgánica
- ◆ Dar un seguimiento a los datos de voltaje, resistencia y pH con respecto al tiempo para realizar una evaluación del rendimiento de la celda.
- ◆ Identificar, siguiendo las normatividades actuales de la SEMARNAT, la eficiencia del proceso de descontaminación de materia orgánica en agua residual.

## Hipótesis:

### Hipótesis general:

Es posible recuperar la energía liberada por la descontaminación biológica de aguas residuales mediante un proceso electroquímico

.

### Hipótesis específica:

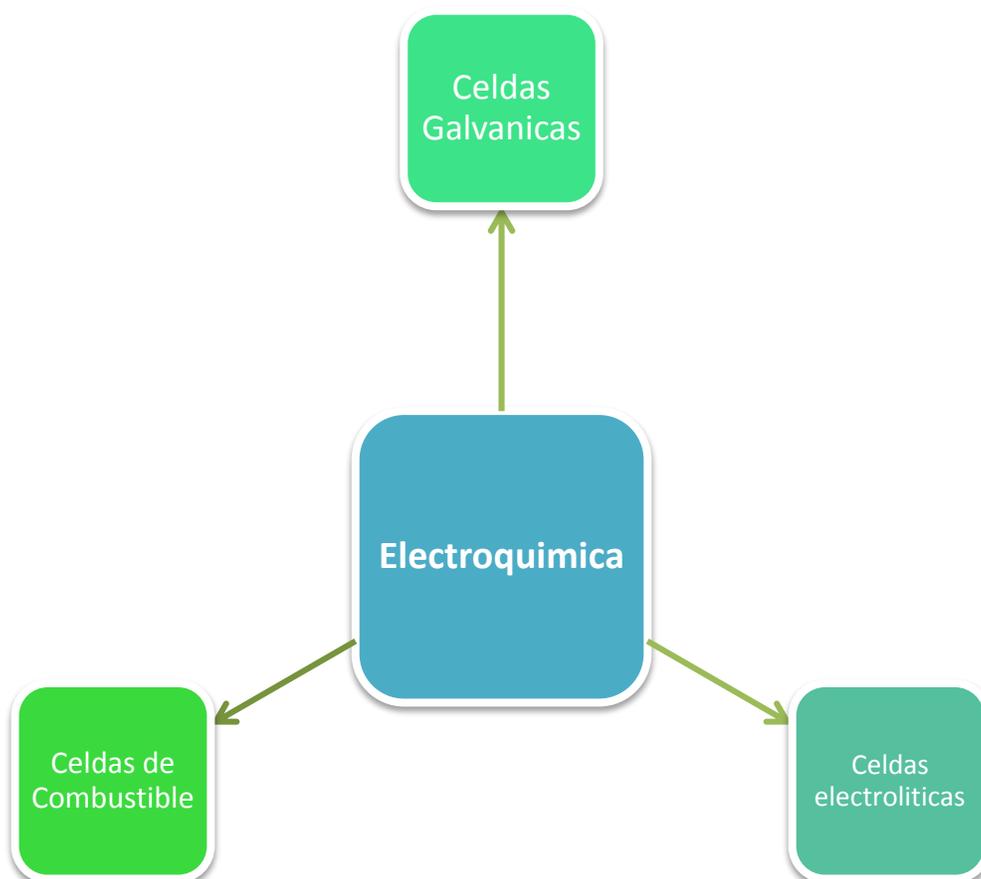
Es posible generar un dispositivo que brinde las funciones de bio-reactor y recupere la energía generada por el proceso de descontaminación de aguas residuales una vez identificadas las condiciones de operación necesarias.

# CAPITULO I “GENERALIDADES”

### 1.1 Electroquímica.

Es una rama de la química que involucra fenómenos fisicoquímicos asociados con la separación de cargas. Frecuentemente esta separación lleva a su transferencia, la cual puede ocurrir homogéneamente dentro de una solución o heterogéneamente sobre la superficie de un electrodo. Los dispositivos, procesos y las tecnologías electroquímicas han presentado un vertiginoso desarrollo a partir del siglo XIX.

Tales como las baterías, celdas de combustible, electro-depósitos, corrosión, obtención y refinación de metales, producción electrolítica de aluminio, y la producción de cloro e hidróxido de sodio son algunos de los procesos de enorme interés a escala industrial. Actualmente muchos procesos electroquímicos son contemplados en la perspectiva del uso de energías renovables con el propósito de proteger al medio ambiente y mejorar la calidad de vida de los seres vivos. (Gammon, 2007).



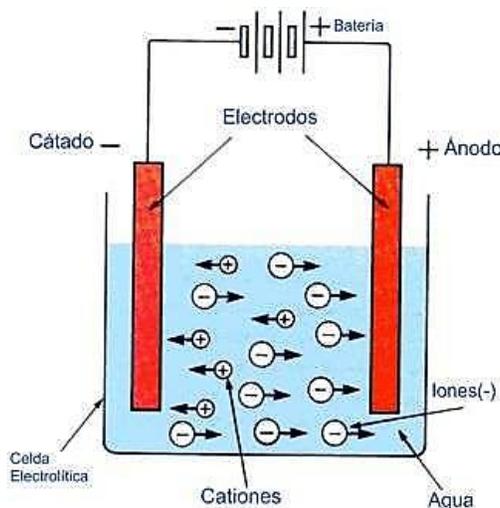
*Figura 1. Relación de la electroquímica y sus aplicaciones*

La electroquímica estudia tres sistemas de suma importancia que a su vez han originado aplicaciones y tecnologías a nivel industrial y de investigación (Figura 1), las celdas espontáneas que son las galvánicas mejor conocidas como pilas, las celdas electrolíticas, sistemas no espontáneos de los cuales se cuenta con un número importante de procesos industriales, por ultimo las celdas de combustible una de las tecnologías de actual conocimiento, todas estas se encuentran en desarrollo continuo a nivel de investigación y de aplicación

Respecto a los sistemas galvánicos hoy en día se usan muchos tipos distintos de baterías: las de botón en miniaturas para las calculadoras de bolsillo y los relojes, así como otras más grandes para impulsar los automóviles eléctricos o almacenar la energía de los colectores solares de los satélites de comunicaciones. En otro sector industrial la electroquímica aplicada se basa en la síntesis de productos farmacéuticos, nanotecnologías, tratamientos de residuos, recuperación de metales pesados, deposiciones metálicas, etc. Mientras que las celdas de combustible se basan en la generación de energía eléctrica utilizando diferentes tipos de procesos a los convencionales. (Poggi, 2014)

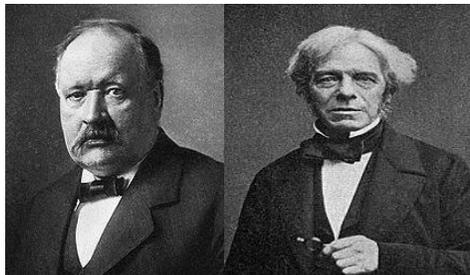
### 1.1.2 Celdas Electrolíticas.

Son sistemas que utilizan la energía eléctrica para inducir reacciones químicas del tipo RED-OX de los iones que la forman al disociarse la sustancia que se disuelve en un solvente apropiado. En la Figura 2, se muestran los componentes de este tipo de celdas.



**Figura 2** Representación de las Celdas Electrolíticas (Gammon, 2007)

Las leyes y teorías que rigen el fenómeno que se presenta, conocido como *Electrólisis*, se basan en las propuestas hechas por los científicos Svante August Arrhenius (1859-1927) y Michael Faraday (1791-1867); (Figura 3). (Mantell, 2003)



**Figura 3.** Svante August Arrhenius (izquierda), Michael Faraday (derecha), (Thomas, Philip, & Warren, 2006)

Svante August Arrhenius a finales del siglo XIX, estudió la disociación iónica de los compuestos inorgánicos, que se producía al disolverlos en agua. Comprobó que había sustancias moleculares que en disolución conducían la corriente eléctrica; la razón principal que daban lugar a iones.

Mientras que las leyes de Faraday sobre la electrolisis expresan relaciones cuantitativas basadas en las investigaciones electroquímicas publicadas en el año de 1834.

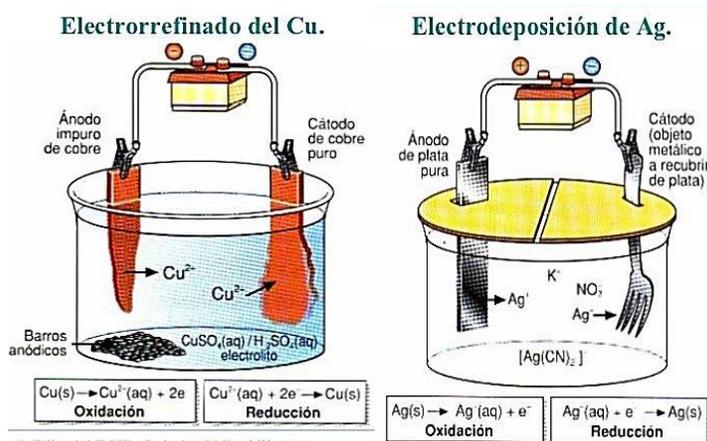
- Primera ley de Faraday: La masa de una sustancia depositada en un electrodo durante la electrólisis es directamente proporcional a la cantidad de electricidad transferida a este electrodo.
- Segunda ley de Faraday: Para una determinada cantidad de electricidad (carga eléctrica), la masa depositada de una especie química en un electrodo es directamente proporcional al peso equivalente del elemento. (G. Hepler, 2005)

Las celdas electrolíticas están constituidas de los siguientes elementos básicos:

- Electrodo [Ánodo (con polaridad +) superficie sobre la que llevan a cabo reacciones de oxidación y Cátodo (con polaridad -) superficie sobre la que llevan a cabo reacciones de reducción]
- Fuente de energía eléctrica (preferentemente Corriente Directa)
- Electrolito comúnmente solución acuosa de sustancias disociadas, pero también es posible trabajar con solventes y sustancias orgánicas.

Este proceso electroquímico consta de una gran variedad de aplicaciones dentro de los procesos industriales mencionados anteriormente (Figura 4), algunas de estas aplicaciones son:

- La fabricación de metales activos.
- La fabricación o síntesis de compuestos inorgánicos y orgánicos.
- Los recubrimientos de tipo metálicos.
- La obtención y purificación de elementos metálicos. (Chang & Williams, 2002)



**Figura 4. Aplicaciones sobre la electrolisis dentro de la industria (Gammon, 2007)**

### 1.1.3 Celdas Galvánicas.

Son sistemas que aprovechan la transferencia de carga que se llevan a cabo en las reacciones RED-OX para generar electricidad (Figura 5). Este dispositivo consiste en dos recipientes o semiceldas con un electrolito común o electrolitos diferentes, uno en cada compartimiento que se conectan entre sí de manera que los electrones fluyan de un electrodo de metal (ánodo) a otro electrodo (cátodo) a través de un circuito externo resistencia externa, y los iones fluyan de una semicelda a otra a través de una conexión interna (puente salino o membrana polimérica) de la celda. (Chang & Williams, 2002).

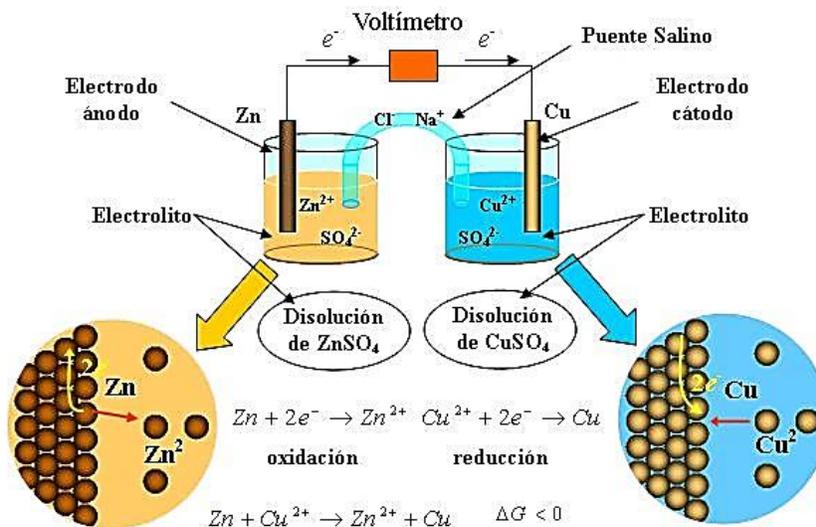


Figura 5. Representación de las Celdas Galvánicas. (Chang & Williams, 2002)

El principio fundamental de las reacciones RED-OX se basa en la pérdida de electrones durante la oxidación de un elemento o ion y se distingue por el aumento en su número de oxidación, mientras la reducción de un elemento o ion implica una disminución en su número de oxidación debida a la ganancia de electrones.

El descubrimiento de la generación de energía eléctrica a partir de reacciones químicas se debe a las aportaciones hechas por los científicos (Figura 6) Alessandro Volta (1745-1827) y Jonh Frederick Daniell (1790-1845). (Thomas, Philip, & Warren, 2006)

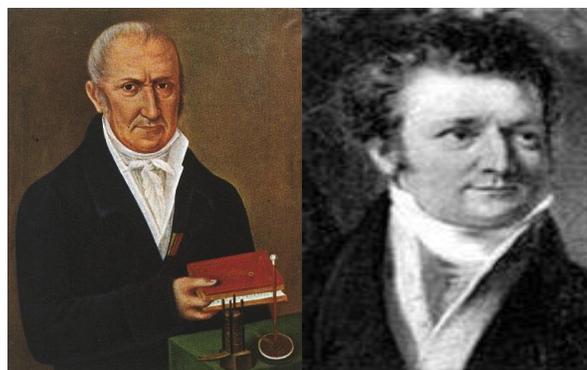
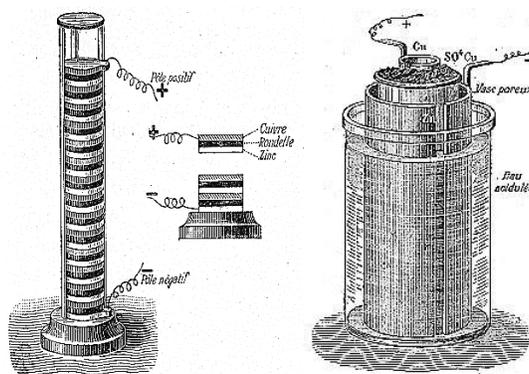


Figura 6. Alessandro Volta (izquierda), Jonh Frederick Daniell (derecha) (Mantell, 2003)

Cerca del año 1800 Alessandro Volta ensambló una pila que consistía en pares de discos de zinc y plata separados por discos de papel empapados de agua salada. Con una pila alta él pudo detectar un choque eléctrico débil cuando toco los dos

extremos de la pila, más tarde demostró que pueden usarse dos diferentes metales para hacer la pila voltaica.

La celda de Daniell fue inventada en 1836, esta pila supuso una gran mejora sobre la pila voltaica que fue la primera celda galvánica desarrollada. La fuerza electromotriz, o voltaje o tensión teórica de esta pila fue de 1,10 voltios. Esta consistía de dos recipientes diferentes: en uno de ellos tenía un electrodo de cobre en una disolución de sulfato cúprico; en el otro recipiente existía una barra de zinc en una disolución de sulfato de zinc. Ambos electrodos metálicos estaban conectados por un cable conductor por donde circula la corriente eléctrica. Los dos recipientes se encontraban separadas por una barrera cerámica porosa (Figura 7). (G. Hepler, 2005).



**Figura 7.** Pila de volta (izquierda) Pila de Daniell (derecha). (G. Hepler, 2005)

Estos dispositivos están constituidos por partes importantes para llevar a cabo su proceso electroquímico los cuales son los siguientes:

- Electrolito comúnmente solución acuosa de sustancias disociadas.
- Electrodos [Ánodo (con polaridad -) superficie sobre la que llevan a cabo reacciones de oxidación y Cátodo (con polaridad +) superficie sobre la que llevan a cabo reacciones de reducción]\*<sup>1</sup>
- Puente salino o Membrana

<sup>1</sup> A diferencia en la electrolisis los electrones fluyen espontáneamente desde el ánodo negativo hacia el cátodo positivo es la razón por el cambio de signo entre los ánodos de los dos procesos.

Las principales aplicaciones que se pueden identificar para este tipo de dispositivos es la creación de las pilas alcalinas, pilas de botón y acumuladores a la vez también este proceso trata los fenómenos de corrosión en instalaciones puestas a la intemperie (Figura 8).

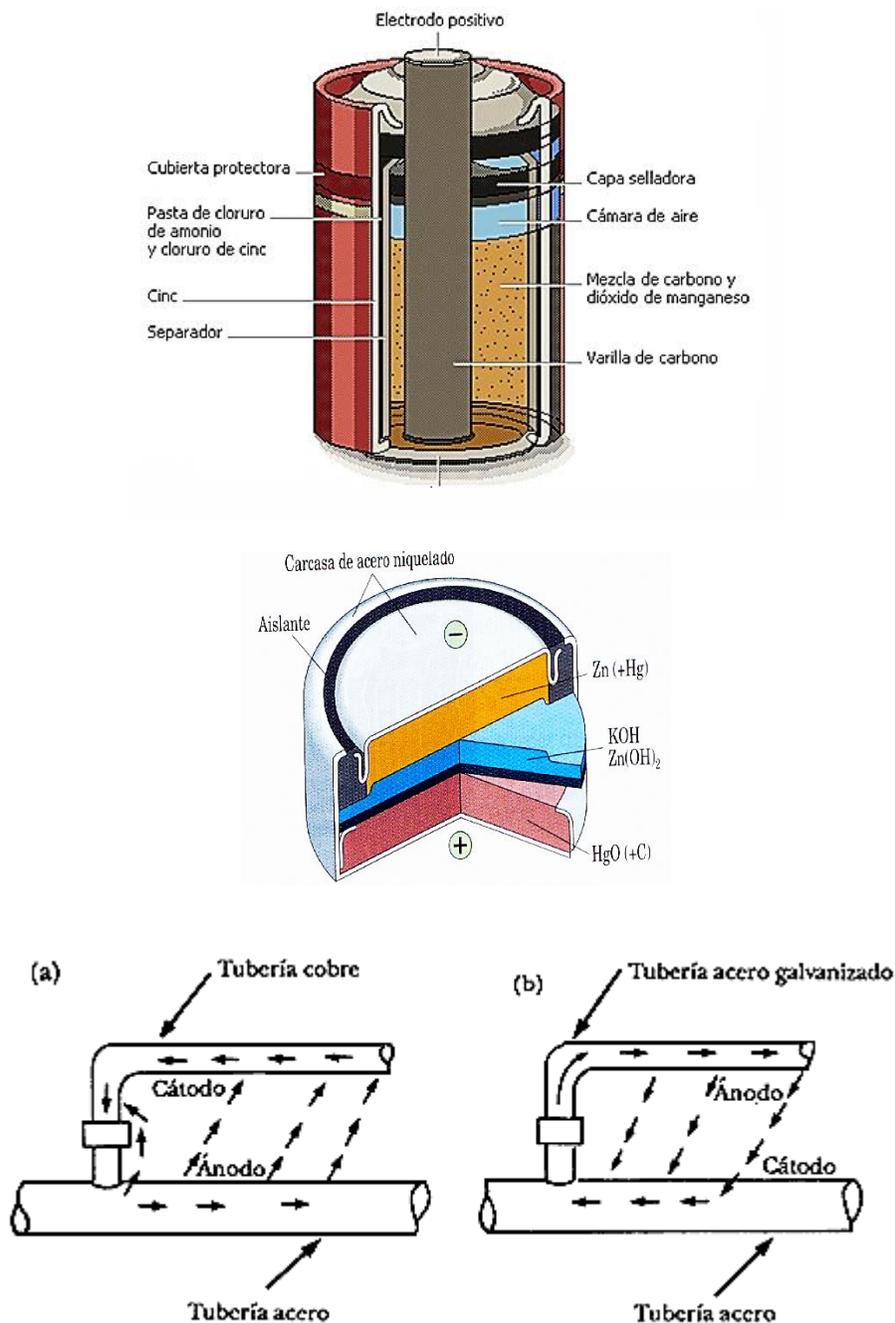


Figura 8. Aplicaciones de las celdas galvánicas y prevención para evitar corrosión (Mantell, 2003)

### 1.1.4 Celdas de Combustible

Son dispositivos que han sido estudiados en las últimas décadas para usos comerciales y presentan una gran variedad de aplicaciones, por lo que la comunidad científica ha demostrado gran interés en ellas ya que los conocimientos conceptuales y prácticos están basados en los principios de las celdas galvánicas y celdas electrolíticas dependiendo del sistema con el que se trabaje y como consecuencia existe una gran variedad de celdas de combustible con diversas características de diseño y materiales [electrodos, electrolito, diseños, etc.). En la siguiente Tabla No.1 se resumen los diferentes tipos de celda de combustible que existen en la actualidad. (Buitron, 2011).

*Tabla No. 1. Tipos de Celdas de Combustible (Falcón, 2009)*

Celda	Electrolito	Catalizador	Reacción
Celda de Combustible de Membrana de Intercambio Protónico [CCMIP]	Polímero solido	Platino	Ánodo: $H_2 \rightarrow 2H^+ + 2e^-$ Cátodo: $\frac{1}{2}O_2 + 2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2O$ Global: $H_2 + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow H_2O$
Celda de Combustible Alcalina [CCA]	Solución acuosa	Platino	Ánodo: $H_2 + 2(OH)^- \rightarrow 2H_2O + 2e^-$ Cátodo: $\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e^- \rightarrow 2(OH)^-$ Global: $H_2 + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow H_2O$
Celda de Combustible de Metanol Directo [CCMD]	Polímero solido	Metales Preciosos	Ánodo: $CH_3OH + H_2O \rightarrow CO_2 + 6e^- + 6H^+$ Cátodo: $6H^+ + 1.5O_2 + 6e^- \rightarrow 3H_2O$ Global: $CH_3OH + 1.5O_2 \rightarrow CO_2 + 2H_2O$
Celda de Combustible Ácido Fosfórico [CCAF]	Ácido Fosfórico	Platino sobre base de carbono	Ánodo: $H_2 + 2(OH)^- \rightarrow 2H_2O + 2e^-$ Cátodo: $\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e^- \rightarrow 2(OH)^-$ Global: $H_2 + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow H_2O$
Celda de Combustible de Carbonato Fundido [CCCF]	Solución de K, Li y Na	Materiales de los electrodos	Ánodo: $H_2 + 2CO_3^{2-} \rightarrow H_2O + CO_2 + 2e^-$ Cátodo: $\frac{1}{2}O_2 + CO_2 + 2e^- \rightarrow CO_3^{2-}$ Global: $H_2 + \frac{1}{2}O_2 + CO_2 \rightarrow H_2O + CO_2$
Celda de Combustible de Oxido Solido [CCOS]	Óxidos Refractarios	Materiales de los electrodos	Ánodo: $H_2 + O^{2-} \rightarrow H_2O + 2e^-$ Cátodo: $\frac{1}{2}O_2 + 2e^- \rightarrow O^{2-}$ Global: $H_2 + \frac{1}{2}O_2 \rightarrow H_2O$
Celda de Combustible Microbiana [CCM]	Agua residual, Bacterias	Medios de Cultivo Mixtos	Ánodo: $C_6H_{12}O_6 + 6H_2O \rightarrow 6CO_2 + 24H^+ + 24e^-$ Cátodo: $6O_2 + 24H^+ + 24e^- \rightarrow 12H_2O$ Global: $C_6H_{12}O_6 + 6O_2 \rightarrow 6CO_2 + 6H_2O$

Uno de los problemas que ha fomentado el interés creciente en el desarrollo de las celdas de combustible (Figura 9), como dispositivos que se encuentran clasificados como generadores de energía limpia, es el consumo masivo de los hidrocarburos que se suministran a procesos que generan energía y que emiten gases tóxicos y perjudican en el llamado efecto invernadero ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ , CFC,  $\text{O}_3$ , etc.), los cuales afectan a la atmosfera de la tierra y como consecuencia la mala calidad del aire.

Así mismo la contaminación del agua causada por los efluentes domésticos e industriales, la contaminación del suelo y la deforestación está reduciendo notablemente nuestros recursos naturales de los que dependemos diariamente. En la actualidad alrededor de 2800 millones de personas en todos los continentes del mundo durante al menos un mes cada año son afectados por la escases de agua y más de 1300 millones de personas no tienen acceso a agua potable salubre. (Domínguez, 2010).

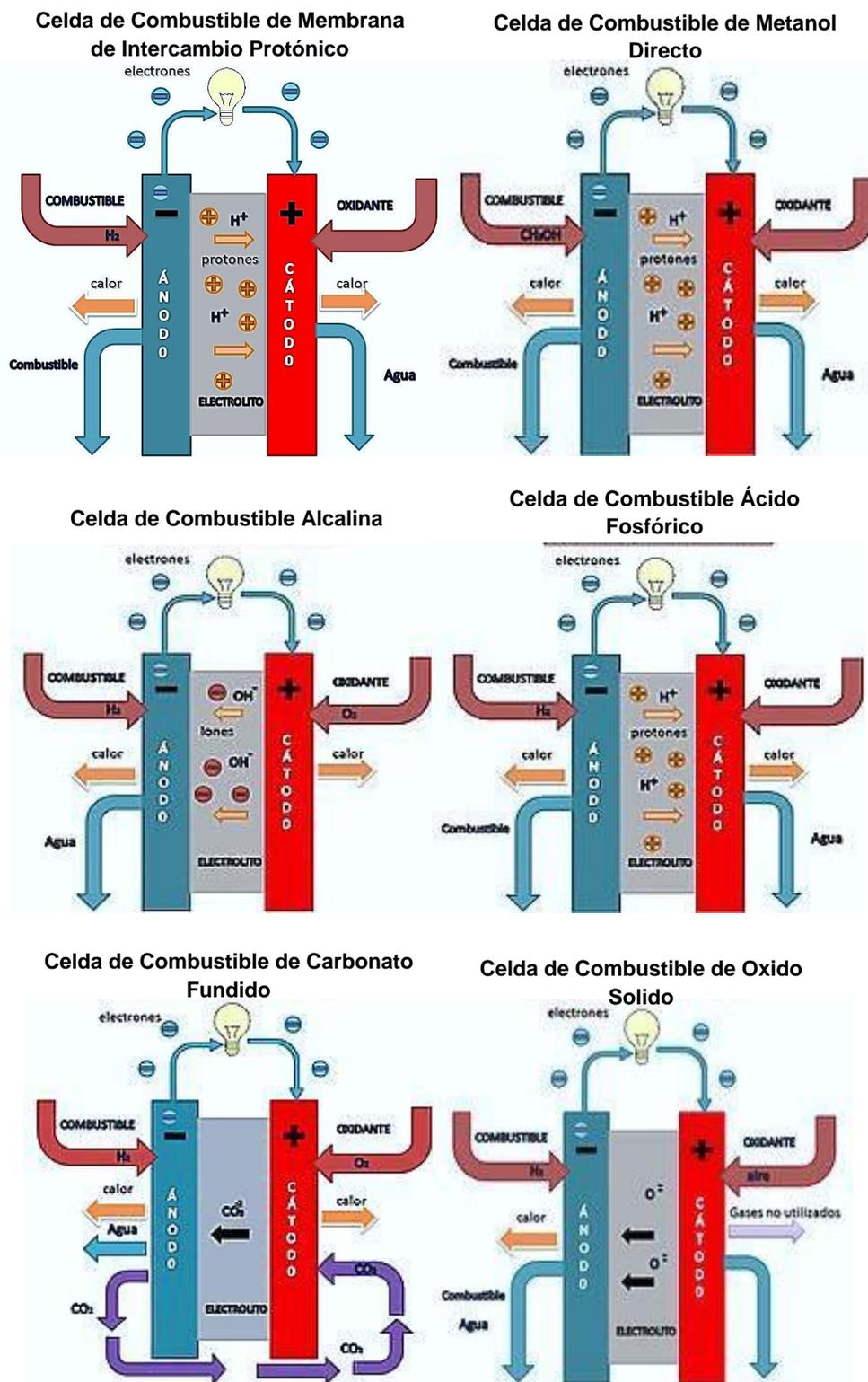


Figura 9. Esquemas de las Pilas de Combustible estudiadas en los últimos años (Lopez, 2013)

#### 1.1.4.1 La Innovación de las Celdas de Combustibles Microbianas.

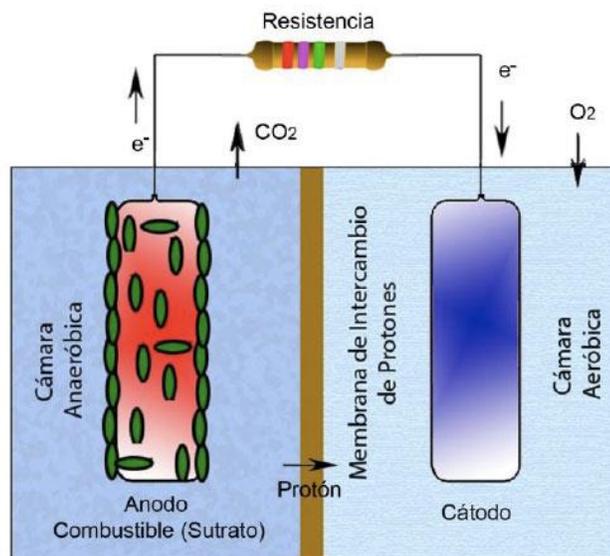
Las celdas de combustible microbianas son dispositivos que permiten la remoción de materia orgánica y la generación de energía eléctrica y son considerados como una tecnología emergente.

El uso de las CCMs es su potencial para contribuir a solucionar dos de los problemas más críticos que afronta la sociedad actual: la crisis energética y la disponibilidad de agua no contaminada. Estas celdas utilizan microorganismos para convertir la energía química presente en un sustrato en energía eléctrica, esto sucede cuando bajo ciertas condiciones algunos microorganismos transfieren los electrones producidos en su actividad metabólica a un electrodo (ánodo) en lugar de hacerlo a un aceptor natural de electrones (como el oxígeno). Esto contribuye a degradar la materia orgánica representada como sustrato o combustible y que ha sido utilizado en las CCMs de como cátodo abiótico con la generación de energía eléctrica a pequeña escala. La perspectiva de disponer de agua limpia para liberar al ambiente se fortalece al considerar las CCMs de bio-cátodo recientemente exploradas, y que además de los beneficios mencionados, sería posible contribuir a la bioremediación de compuestos como xenobióticos o metales pesados, esto debido a que los microorganismos pueden aceptar electrones desde el electrodo (cátodo) y reducir diferentes compuestos, convirtiéndolos ambientalmente más amigables. (Revelo & Hurtado, 2013)

Las CCMs se distinguen de otros sistemas de generación de energía porque: operan eficientemente a temperatura ambiente e incluso a muy bajas temperaturas; producen menor cantidad de CO<sub>2</sub> que cualquier otra tecnología actual que utilice combustibles fósiles para generar energía, por lo que las pocas emisiones de este gas no requieren ningún tipo de tratamiento; no necesitan aporte de energía, bajo la condición que el cátodo abiótico sea aireado pasivamente o sea un bio-cátodo. El potencial de estos dispositivos es enorme, en diversos trabajos se ha demostrado su efectividad, lo que ha creado grandes expectativas en la comunidad científica ya que es posible producir energía limpia mediante la explotación de la biomasa que existe en las aguas residuales domésticas e industriales. Al utilizar la materia orgánica de las aguas residuales como combustible simultáneamente con la producción de energía, se consigue una depuración de las aguas contaminadas. Adicionalmente, el estudio de bio-cátodos capaces de usar no solamente oxígeno sino también otros contaminantes como posibles aceptores de electrones, permite la remoción de nutrientes y la bioremediación conjuntamente con la generación de electricidad.

Simultáneamente, en la cámara anódica se generan protones que migran hacia la cámara catódica a través de una Membrana Intercambiadora de Protones (MIP),

donde se combinan con el oxígeno del aire para reducirse a agua con los electrones que captan directamente del cátodo y que éste, puede ser catalizado con una delgada película de platino la que es utilizada para la reducción del mismo oxígeno (Figura 10), además de una serie de reacciones secundarias que se llevan en este electrodo. (Solorza, 2010).



**Figura 10..** Esquematación de una Celda de Combustible Microbiana (Solorza, 2010).

Existe una gran variedad de diseños de CCMs los cuales se han desarrollado en los últimos años, unos más complejos haciendo la comparación principalmente entre los diseños que poseen una cámara anódica y las que manejan doble cámara, para su fabricación se utilizan materiales los cuales pueden ser de plástico (Policarbonato, Polietileno, Acrílico) o de vidrio en donde la principal propiedad de estos materiales es la inexistencia interacción entre los microorganismos y el oxígeno del medio ambiente ya que este tipo de condiciones afectan las reacciones que se necesitan y las cuales se llevan a cabo para la oxidación de materia orgánica, otro factor importante dentro del diseño es el requerimiento de una aireación ya sea forzada o simple del lado de la cámara catódica. (Poggi, 2014)

En los últimos diez años han sido publicados trabajos científicos referentes a Celdas de Combustible Microbianas con una sola cámara y doble cámara en la Tabla No. 2 se detalla cada uno de estos trabajos investigados, así como una pequeña descripción en las partes que lo constituyen.

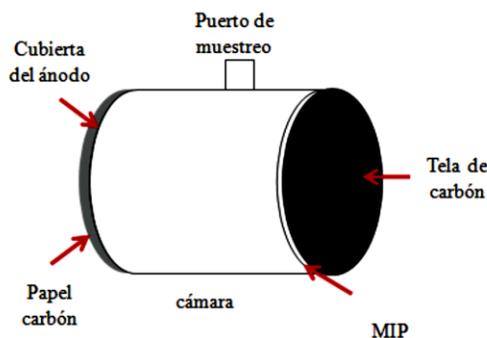
CELDA	INOCULO	SUSTRATO	MEMBRANA	AUTOR(S)
Doble cámara	G. sulfurreducens	Acetato	Sin membrana	Bond (2002)
Doble cámara	G. fermentans	Acetato, propionato, malato, lactano y succinato	Nafion 117	Bond y Lovley (2002)
Cátodo concéntrico	G. metallireducens	Agua residual	Nafion 117	Liu (2004)
Doble cámara	R. ferrireducens	Glucosa	Nafion 117	Chaudhuri and Lovley (2003)
Flujo ascendente	Lodo anaerobio	Sacarosa	CMI – 7000	He. (2003)
Doble cámara	Lodo anaerobio	Agua residual modificada	Nafion 117	Kim (2005)
Una cámara	Lodo anaerobio	Agua residual con glucosa	Nafion 117	Liu and Logan (2004)
Una cámara	Agua residual	Agua residual con acetato	Sin membrana	Liu (2005)
Una cámara	Agua residual	Agua residual con butirato	Sin membrana	Liu (2005)
Doble cámara	Sedimento marino	Acetato	Nafion 118	Holmes (2005)

**Tabla No. 2.** Trabajos realizados con Celdas de Combustible Microbianas  
(Vazquez, Incremento de la producción de energía eléctrica mediante la modificación de una celda de combustible microbiana, 2009)

A continuación, se muestran algunos trabajos realizados importantes dentro de la comunidad científica con el diseño de una cámara y los componentes principales utilizados para estos mismos:

- Diseño de Liu-Logan.

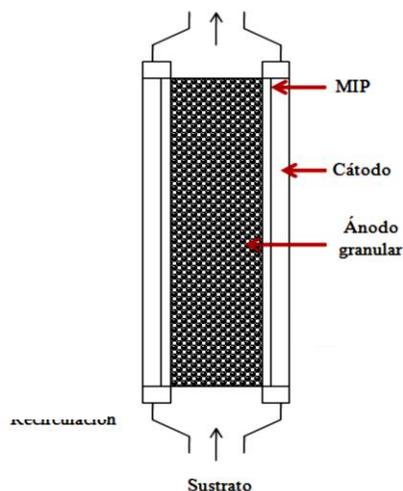
En el año de 2004 dos investigadores diseñaron una CCM (Figura 11) de una sola cámara la cual consistía de un ánodo y un cátodo colocados en los extremos de la cámara cilíndrica de Plexiglás (Acrílico). Los electrodos del ánodo fueron contruidos de papel carbón Toray sin catalizador. Para la construcción del cátodo se probaron dos tipos de electrodos, la primera opción fue un electrodo de tela de carbón flexible con una Membrana Intercambiadora de Protones (Nafion® 117) y la segunda de papel carbón rígido sin membrana; se hizo uso de platino para conectar el circuito externo.



*Figura 11* Diseño de Celda de Combustible Microbiana de una cámara hecha por Liu-Logan (Ríos E., 2010)

- Diseño de K. Rabaey, K. Van de Sompel.

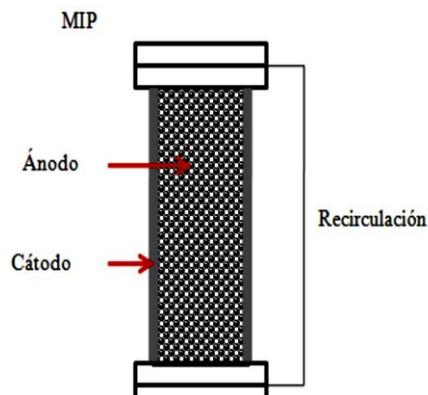
La celda que se muestra en la (Figura 12) fue diseñada en un sistema tubular esto con la finalidad de poder existir una mayor interacción entre las bacterias y los electrodos, a la misma vez el flujo existente del electrolito debía de ser constante en cada recirculación. Constituido en la parte del ánodo con gránulos de grafito, junto con una Membrana Intercambiadora de Protones (MIP Ultrex CMI-7000) y una barra de grafito como cátodo.



**Figura 12.** Diseño de Celda de Combustible Microbiana de una cámara hecha por K. Rabaey - K. Van de Sompel (Ríos E., 2010)

- Diseño de J. N. Zhang, Q. L. Zhao

El prototipo de esta celda fue con un tubo cilíndrico de Plexiglás (Figura 13) en donde el ánodo estuvo constituido por gránulos de grafito y el cátodo hecho de una tela de carbón flexible, y fueron conectados con un alambre de cobre para cerrar el circuito externo, a esta se le agrego una recirculación por parte del electrolito para lograr un mayor contacto entre electrodos y bacterias y a su vez lograr una homogenización de los sustratos contenidos en el mismo electrolito. (Ríos E., 2010)

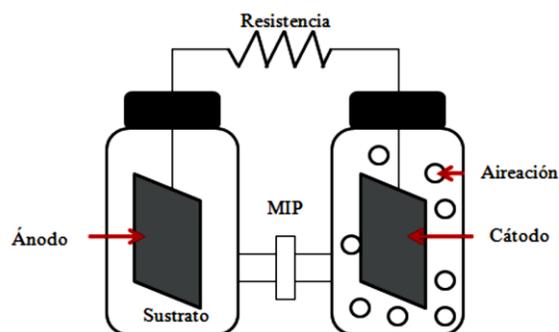


**Figura 13** Diseño de Celda de Combustible Microbiana de una cámara hecha por J. N. Zhang - Q. L. Zhao (Ríos E., 2010)

Por otro lado, se verán los proyectos realizados con doble cámara las cuales tienen un poco más de ventaja ya que permiten la migración de los  $H^+$  hacia la cámara catódica una vez que se han liberado una cantidad considerada para poder cerrar el circuito, estos son algunos ejemplos:

- Diseño de Min B, Cheng S.

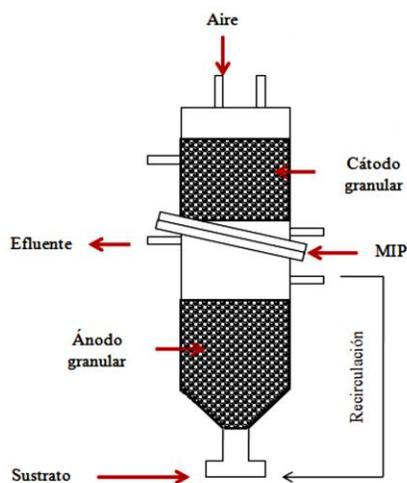
En 2005 ellos reportaron en sus trabajos la construcción una CCM constituida de dos frascos de 300 ml de capacidad cada una (Figura 14), conteniendo electrodos de papel carbón. Los frascos se encontraban unidos mediante un puente de vidrio que contenía la MIP sostenida por una abrazadera entre las terminales del tubo de vidrio.



**Figura 14.** Diseño de celdas microbianas con 2 cámaras realizada por Min B. – Chang S. (Ríos E., 2010)

- Diseño de N. Wagner Z, Minteer SD, Angenent LT.

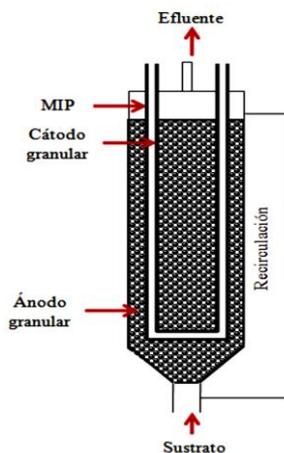
Esta CCM se diseñó basándose en un digestor de flujo ascendente. La celda se construyó de dos cámaras de vidrio con un diámetro de 6 cm. La cámara del cátodo se colocó en la parte superior del dispositivo. Ambas cámaras, tanto la anódica como la catódica contenían carbón granular como electrodos, el cual tenía una gran porosidad, de tal manera que se prevenía el atascamiento del flujo de líquido (Figura 15).



**Figura 15.** Diseño de celdas microbianas con 2 cámaras realizada por He N. Wagner Z, Minteer SD, Angenent LT. (Ríos E., 2010)

- Diseño de N. Wagner Z.

Se empleó una CCM con un compartimento catódico construidos en forma de U, pegando dos tubos hechos de MIP (Ultrax CMI-7000) en una base de plástico; el diámetro de los tubos fue de 2 cm. El cátodo se instaló dentro de la cámara del ánodo, siendo tanto el ánodo y el cátodo, llenados con carbón activado granular (Figura 16) (Ríos E., 2010).



**Figura 16.** Diseño de celdas microbianas con 2 cámaras realizada por He.N. Wagner Z (Ríos E., 2010)

## 1.2 Partes constitutivas de una Celda de Combustible Microbiana (CCM).

En el apartado anterior mencionaron los diseños propuestos sobre el tema, a continuación, se describen las partes esenciales de una CCM, así como las condiciones de trabajo que deben considerarse al realizar todo tipo de prueba experimental.

Específicamente una CCM está constituida por materiales que pueden variar en su estructura, a beneficio de que exista mejor interacción o relación para la conducción de los protones ( $H^+$ ) o electrones ( $e^-$ ).

Los principales materiales que utilizan estas celdas en la mayoría de los trabajos referidos son los mismos y son los siguientes:

- Electrodo
- Membrana Intercambiadora de Protones (MIP)
- Electrolito

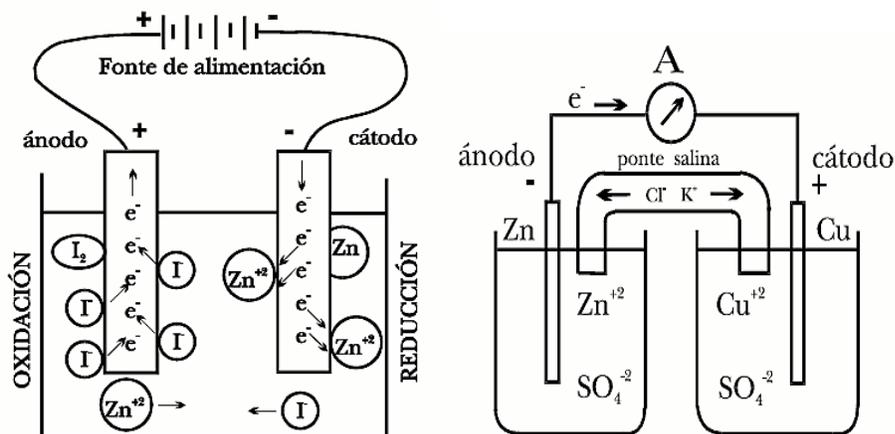
De la investigación bibliográfica realizada, se identificaron las características que los materiales deben poseer, para el funcionamiento adecuado de los sistemas propuestos. (Castillo, 2005).

### 1.2.1 Electrodo.

Un electrodo, desde el punto de vista electroquímico, es aquel material preferentemente metálico o grafito (conductores de primera clase) que permite el ingreso y la salida de electrones en una celda electrolítica o una celda galvánica y se identifican con los nombres de Cátodo y Ánodo.

Preferentemente se usan materiales inertes desde el punto de vista electroquímico para evitar se lleven a cabo reacciones secundarias que afecten al proceso o disminuyan la eficiencia de las celdas.

En electroquímica los electrodos se identifican como: **ÁNODO** aquel material sobre el cual se llevan a cabo reacciones de **OXIDACIÓN** y como **CÁTODO** el material sobre el que se efectúa las reacciones de **REDUCCIÓN**. La polaridad de los electrodos queda definida en función del sentido del flujo de los electrones que fluyen hacia el exterior o interior de la celda, ya sea electrolítica, galvánica como se muestra en la Figura 17.



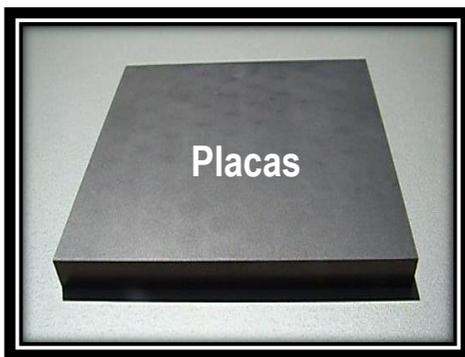
**Figura 17.** Flujo eléctrico para las Celdas Electrolíticas y Galvánicas respectivamente (Hoyos, 2007)

Los electrodos son normalmente buenos conductores eléctricos, al igual que el cableado del circuito eléctrico externo de las celdas (galvánicas, electrolíticas y combustible) y una característica importante es que presentan poca resistencia al flujo de electrones. Pueden ser de una variedad de materiales dependiendo de la aplicación usada en ellos algunos de estos son:

- Metales solidos
- Carbono o Grafito (Usados Primordialmente)
- Polímeros Conductores
- Cerámicas Conductoras

Para que uno de estos materiales se pueda considerar electrodo debe contar con la capacidad de conducir los electrones a través del movimiento de los huecos electrónicos. (Hoyos, 2007)

Existe una gran variedad de diseños que se utilizan en los electrodos, los más utilizados y simples son las placas, los granulados, las barras y la tela de grafito ya que son relativamente baratos, fáciles de manejar y tienen un área de contacto definida (Figura 18).



*Figura 18. Diseño de diferentes electrodos de carbono para una Celda de Combustible Microbiana (Hoyos, 2007)*

Se tiene diversos factores a considerar para obtener un buen desempeño de los electrodos de las más importantes son:

- Área: Su función radica en definir el contacto entre los electrodos y el electrolito (microorganismos). Esta variable está directamente relacionada con la llamada Densidad de Corriente que se define como el amperaje que fluye en una determinada área (superficie propiamente hablando sobre todo para electrodos porosos), y a su vez esta corriente eléctrica está directamente relacionada con la cantidad de masa o especie activa que reacciona en la superficie del electrodo.
  
- Porosidad: Esta propiedad permitirá a los microorganismos tener una mayor superficie de dispersión y por ende de contacto sobre el electrodo y así un máximo depósito de colonias en él. Existe una importante presentación física de materiales para este propósito: tela, papel, fibras espuma, con la finalidad de obtener las mejores condiciones dependiendo del diseño y tipo de electrolito a emplear.
  
- Distancia de electrodos:  
Es un factor que afecta primordialmente la resistencia interna de las CCM las cuales entre mayor sea la distancia ocasiona una disminución en las propiedades eléctricas (aumento de resistencia del electrolito) y por lo tanto disminución de la corriente eléctrica que fluya entre los electrodos, ocurriendo lo contrario cuando disminuye la distancia. La resistencia del electrolito es una variable muy importante desde el punto de vista de conducción eléctrica pues depende del tipo de electrolito (conductividad específica), distancia entre los electrodos y superficie de contacto del electrodo. (Li W. W., 2011)

#### Ánodo.

Para incrementar su desempeño, se han utilizado diferentes estrategias químicas y físicas. Materiales electro-catalíticos como son compuestos de polianilinas han mostrado que mejoran la generación de corriente ayudando a la oxidación directa de metabolitos microbianos. Dirigir el flujo de agua a través del material del ánodo puede utilizarse para incrementar la potencia de la celda. El flujo hacia el ánodo también ha sido usado en reactores utilizando mediadores exógenos. Con anterioridad se mencionaron los diseños más utilizados para este tipo de trabajos, pero existe una enorme variedad. Por otro lado, el aumento de áreas superficiales ha sido alcanzado usando materiales compactos como el carbón vítreo reticulado, que se encuentra disponible con diferentes tamaños de poro o usando capas de

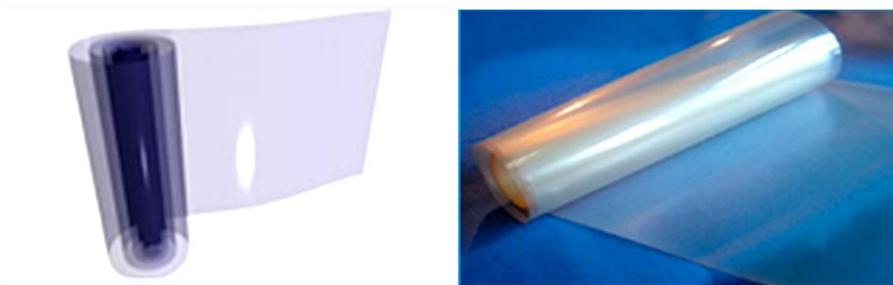
gránulos de carbón. Sin embargo, el efecto a largo plazo del crecimiento de la biopelícula o de las partículas en el flujo en cualquiera de las superficies no ha sido debidamente examinado todavía. (Solorza, 2010)

Cátodo.

El oxígeno es el aceptor de electrones más adecuado para las CCM debido a su alto potencial de oxidación, disponibilidad, sin generación de costos, sustentabilidad y la carencia de residuos químicos. La elección del material del cátodo afecta de manera importante su desempeño y variedad de aplicaciones. Para incrementar la velocidad de reducción del oxígeno, los catalizadores de platino son usados comúnmente para oxígeno disuelto o cátodos de difusión de gas. Para reducir el costo de la CCM, la cantidad de platino puede mantenerse a 0.1 mg/cm. La estabilidad a largo plazo del platino necesita ser investigada todavía. Recientemente, metales nobles han sido propuestos como cátodos para las CCM. (Buitron, 2011)

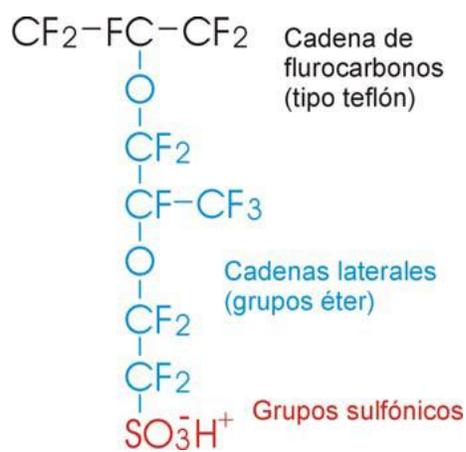
### 1.2.2 Membrana Intercambiadora de Protones (Nafion®117).

También conocida con el nombre comercial de Nafion®, fabricado por DuPont™ (Figura 19), es un derivado del Teflón cuya estructura está compuesta por el polímero de politetrafluoroetileno (PTFE) que le proporciona resistencia mecánica; y a lo largo de esta estructura se desprenden cadenas de doble éter terminadas en grupos sulfónicos ( $-\text{SO}_3\text{H}^+$ ).



**Figura 19.** Membrana Intercambiadora de Protones (Nafion®117) (Huang, 2010)

Es muy estable en medios básicos y ácidos, puede soportar temperaturas de hasta 235°C, tiene una buena resistencia mecánica y bajo ciertas condiciones de hidratación, presenta una alta conductividad protónica. Para el correcto funcionamiento de este material se debe mantener humedecida en todo momento, de manera que el agua es absorbida por la membrana y debido a la estructura química del Nafion®, los iones negativos quedan retenidos dentro de él, mientras que sólo los iones positivos contenidos en la membrana son móviles y libres para llevar carga positiva desde el ánodo hasta el cátodo (Figura 20). (Liu, 2004)



**Figura 20.** Estructura química de una Membrana Intercambiadora de Protones (Nafion) (Valenzuela, 2006)

Las características principales que están asociadas al adecuado funcionamiento de una CCM son:

- Alta conductividad protónica que permite operar una alta densidad de corriente con pérdidas mínimas.
- Propiedad de aislante electrónico garantiza que los electrones generados durante el proceso de oxidación de hidrógeno sean utilizados en el circuito externo.
- Una adecuada estabilidad mecánica y química para resistir la compresión propia de un apilamiento de celdas, además de ser estable en medio ácido.
- Debe ser impermeable para evitar el cruce de gases reactantes y reducir las pérdidas por oxidación del hidrógeno en el cátodo. (Valenzuela, 2006)

### 1.2.3 Electrolito.

Un electrolito es una sustancia que forman iones libres al disociarse cuando se disuelven en agua (o en algunos otros solventes) y por lo tanto es capaz de producir disoluciones que conducen la corriente eléctrica. Sin embargo, es común llamar electrolito a las soluciones de dichas sustancias.

Bajo este concepto, en realidad cualquier solución, sobre todo acuosa, que contenga iones libres de cualquier sustancia o sustancias en mayor o menor medida tendrá la propiedad de conducir la corriente eléctrica.

Bajo estas condiciones todo tipo de aguas (residuales, potable, tratada, de río, de pozo, industriales, sanitarias, etc.) contiene ciertas cantidades de un sin número de sustancias orgánicas e inorgánicas lo que las hace mejores o peores conductoras de la electricidad, comparadas con los conductores electrónicos. Esta propiedad es de gran utilidad en los procesos electroquímicos porque permite aplicar métodos específicos para obtener productos mediante electrólisis o sistemas galvánicos, usando todo tipo de aguas sobre todo para ser tratadas y reutilizadas.

### 1.2.4 Aguas residuales.

El tratamiento de las aguas residuales es una inmensa área de estudio debido a todos los factores que se encuentran involucrados desde el momento donde el agua es alterada, ya sea en el ámbito doméstico o industrial para después ser descargadas (ríos) pasando por el tratamiento debidamente correcto de la planta hasta su aplicación ya sea en sistema de riego. (Li J. L., 2010)

Las aguas residuales tienen origen doméstico, industrial, subterráneo y meteorológico. Las más abundantes, y debido a la ubicación geográfica de los países y los índices demográficos, son las domésticas ya que compiten con las usadas en la industria. En la Figura 21 se puede ver una clasificación de las principales aguas residuales que se generan.



Figura 21. Principal clasificación de las aguas residuales (Li J. L., 2010)

Las principales fuentes de contaminación acuática pueden clasificarse como urbanas e industriales:

- La contaminación urbana: está formada por las aguas residuales de los hogares y los establecimientos comerciales, son el resultado de actividades cotidianas de las personas y se denominan Aguas residuales domésticas.
- La contaminación industrial: debido a los vertimientos y emisiones producidos por los procesos industriales se denomina aguas residuales industriales, su naturaleza y composición son muy variadas y dependen del tipo de industria (metalmecánica, alimenticia, farmacéutica, etc.).

Las principales características que las diferencian son; las concentraciones de cloruros, sulfatos, nitrógeno, fósforo, sólidos y que particularmente son de mucha importancia para este trabajo materia orgánica. (Vazquez, Bioelectricity production from municipal leachate in a microbial fuel cell-effect of two cathodic catalysts, 2014)

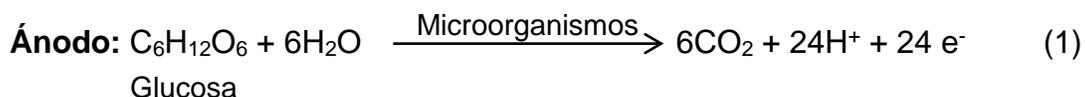
### 1.3 Características de una Celda de Combustible Microbiana (CCM)

#### 1.3.1 Reacciones electroquímicas

Es de suma importancia conocer las reacciones que se generan electroquímicamente en estos sistemas ya que estas cambian dependiendo del electrolito que se utilice y las variables principales como temperatura y pH con las que se operen en el sistema. Esta serie de semireacciones han sido analizadas con microorganismos y cepas que han estado desarrollándose durante las últimas décadas con los trabajos mencionados anteriormente.

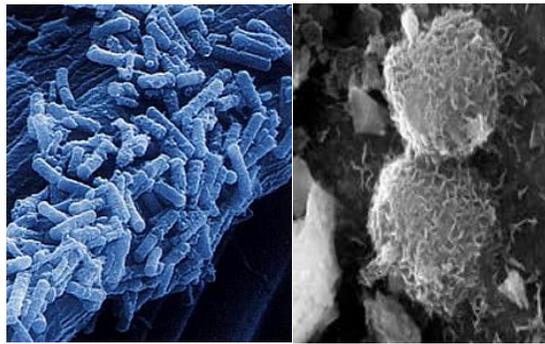
El principal factor que determina cierta serie de reacciones indispensables, es el tipo de materia orgánica que contiene la mayoría de las aguas residuales ya que presentan un alto contenido en materia orgánica y es rica en bastantes sustratos para el funcionamiento de una CCM. (Domínguez J. A., 2009)

A continuación, se indican las diferentes reacciones principales que se producen en las CCM y en cada compartimiento:



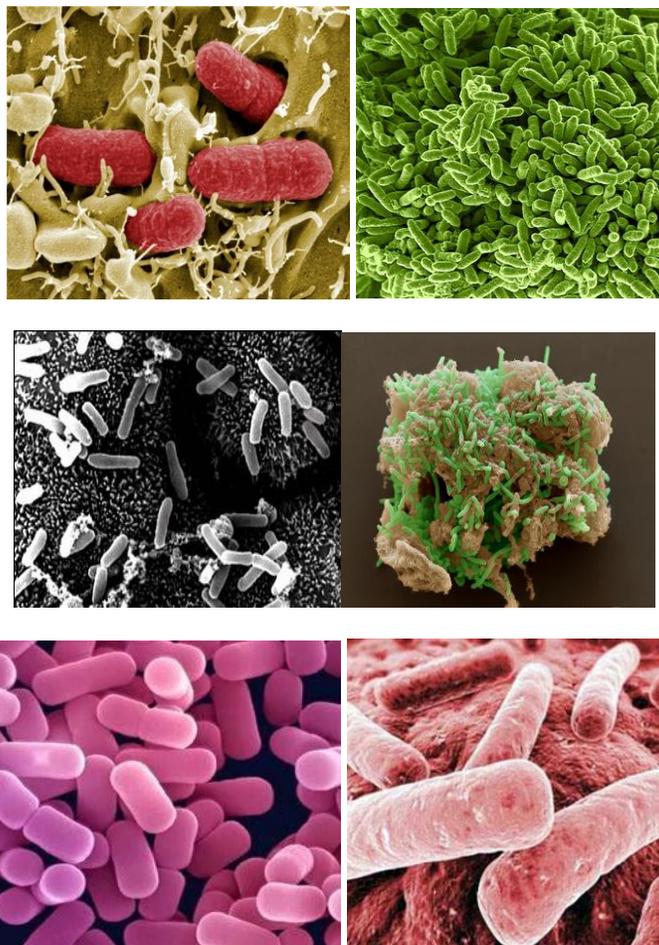
### 1.3.2 Bacterias.

En una CCM los microorganismos se encuentran en la superficie del electrodo (ánodo) ya que estas son encargadas de oxidar la materia orgánica para la generación de dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ), Metano ( $\text{CH}_4$ ) o protones de ( $\text{H}^+$ ) dependiendo de la ausencia de oxígeno (Sistema Aeróbico o Sistema Anaeróbico), liberando electrones hacia el circuito exterior, ya que estos derivan del mismo metabolismo de la materia orgánica Figura 22.



*Figura 22. Comportamiento de las bacterias en el electrodo (Ánodo) (Falcón, 2009)*

Se ha utilizado con éxito en CCM cultivos puros de gran variedad de los microorganismos en la Figura 23 se muestran las bacterias como: *Escherichia Coli*, *Shewanella Putrefaciens*, *Clostridium Butyricum*, *Rhodoferax Ferrireducens*, *Geobacter Sulfurreducens*, *Geobacter Metallireducens*, *Bacillus* y *B. Thermoglucosidasius*, *Bacillus Subtilis*, y *Klebsiella Pneumoniae*.



**Figura 23.** Vista microscopio de bacterias utilizadas en CCM. (Falcón, 2009)  
a) *Escherichia Coli*, b) *Shewanella Putrefaciens*, c) *Clostridium Butyricum*  
d) *Geobacter Metallireducens*, e) *Bacillus* f) *Klebsiella Pneumoniae*

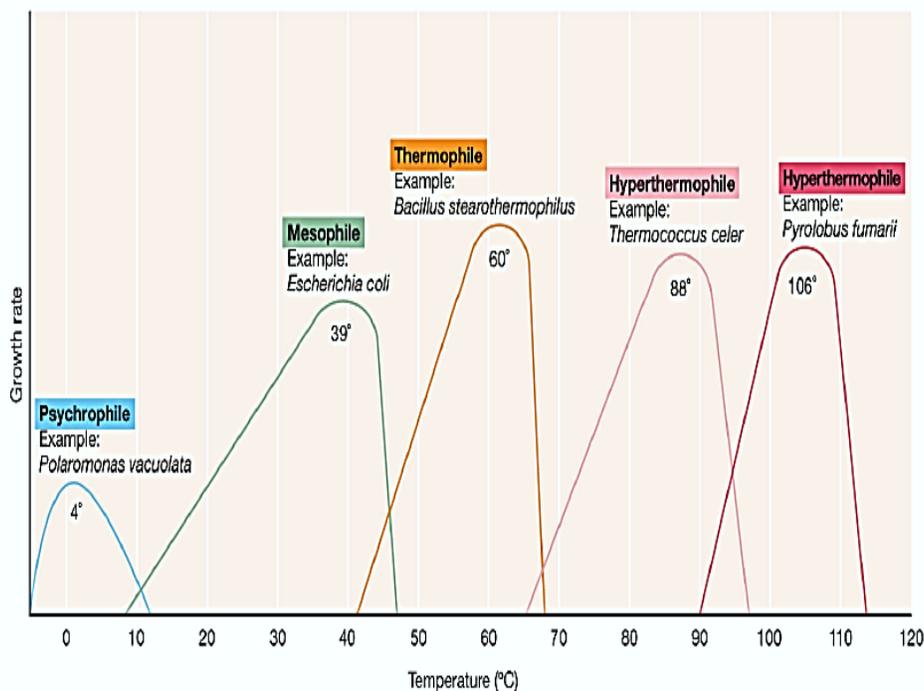
Como se reportó con anterioridad sobre la utilización de cultivos mixtos en la aplicación de CCM en los últimos años (Tabla No. 2). En principio, debido a su diversidad, los cultivos mixtos y consorcios microbianos pueden ofrecer una mayor capacidad metabólica que los cultivos puros, y por ende, mayor capacidad para degradar sustratos orgánicos complejos. Sin embargo, está el aspecto de la competencia microbiana, especialmente por espacio y contacto de los microorganismos con la superficie en el ánodo. (Vazquez, 2009)

Este punto es primordial, puesto que un escenario indeseable sería cuando las cepas no electroquímicamente activas ocupen espacio y desplacen a las cepas electroquímicamente activas, con la consiguiente disminución del desempeño de la CCM.

Existen dos variables que alteran la actividad microbiológica en una CCM y son:

- ✓ Temperatura
- ✓ pH

En función de la temperatura, y del medio en el que se encuentran los microorganismos, éstos se clasifican como se muestra en la Figura 24:



**Figura 24.** Clasificación de los microorganismos de acuerdo con su temperatura (Rabaey, 2005)

- Psicrófilos: con temperaturas óptimas bajas
- Mesófilos: con temperaturas óptimas moderadas
- Termófilos: con altas temperaturas óptimas
- Hipertermófilos: con temperaturas óptimas muy elevadas

Es importante mencionar una ventaja de las CCM y es la temperatura de operación que se establece dentro de un rango de 20°C a 30°C, por lo que las bacterias presentes serían de tipo Mesófilos. (Falcón, 2009)

El pH del medio en el que se producen ciertos microorganismos les confiere una ventaja selectiva frente a otros microorganismos competidores. Así, por ejemplo, las bacterias lácticas que producen grandes cantidades de ácido láctico como consecuencia de su metabolismo primario, reducen el pH del medio de cultivo a valores inferiores a los soportables por otras bacterias competidoras (llegan a bajar el pH del medio hasta 4.5). De esta forma, las bacterias competidoras mueren y las lácticas se convierten en la población dominante. La disminución del pH se puede deber a varios factores, uno de ellos es la formación de ácidos orgánicos de cadena corta (fórmico, acético, láctico) por ciertas bacterias.

El agua residual es considerada como un consorcio mixto ya que la materia orgánica que se encuentra en ella tiene una variedad inmensa de nutrientes para los microorganismos, y la ventaja de usarla, se debe al pH que presenta ya que puede contener sin problemas ciertas bacterias o microorganismos de una sola clase, y como se mencionó con anterioridad, es importante determinar las condiciones iniciales a las cuales se encuentra el electrolito. (Ramírez, 2009)

### 1.3.3 Medios de Cultivos.

Estos medios proporcionan las condiciones físicas, químicas y nutritivas adecuadas para que puedan multiplicarse de forma controlada los microorganismos. En general, se pueden distinguir cultivos líquidos y sólidos en función de las características del medio, y cultivos discontinuos y continuos en función de la disponibilidad de nutrientes en el medio.

Los microorganismos necesitan, para crecer, nutrientes que les aporten energía y elementos químicos para la síntesis de sus constituyentes celulares. Dependiendo de la fuente de carbono que utilizan, los microorganismos se pueden clasificar en autótrofos si es el CO<sub>2</sub> atmosférico y heterótrofos si utilizan carbono orgánico. Existe

una clasificación general de los medios con los que se trabajan dentro de las investigaciones mencionadas (Figura 25):



*Figura 25. Medios de cultivos para ciertas bacterias (Lovley, 2008)*

- Selectivos: Cuando favorecen el crecimiento de ciertos microorganismos mientras suprimen el de otros.
- Diferenciales: Cuando alguno de sus componentes permite identificar las colonias de un tipo de microorganismos.
- Selectivo-diferenciales: Cuando combinan las dos características anteriores.
- Medios de enriquecimiento: Que permiten aislar un tipo determinado de microorganismo a partir de una mezcla o una población mixta de gran tamaño. (Lovley, 2008)

Los medios de cultivos para su estudio han sido divididos en función de las condiciones bajo las cuales se manejen, aerobio cuando necesita oxígeno para vivir y anaerobio cuando o bien no lo necesita o cuando muere en presencia de oxígeno. Hay microorganismos que viven en ambientes carentes de oxígeno (anaerobios) que, sin embargo, llevan a cabo un metabolismo oxidativo porque usan otro aceptor final de electrones que actúa como oxidante ambiental. Por ejemplo, las bacterias que "respiran" nitratos ( $\text{NO}_3^-$ ), sulfatos ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) u otros compuestos orgánicos oxidados. Hay microorganismos que, aunque viven en presencia de oxígeno, no son capaces de utilizarlo como aceptor final de electrones y deben desarrollar un metabolismo fermentativo. (Buitron, 2011)

#### 1.3.3.1 Sistemas Aerobios

El oxígeno es el aceptor final de electrones preferido por cualquier célula, lo que conlleva que se obtengan rendimientos energéticos elevados y una importante generación de fangos, debido al alto crecimiento de las bacterias en condiciones aerobias.

Los procesos biológicos aeróbicos utilizan colonias microbianas y oxígeno molecular para descomponer las sustancias orgánicas presentes en las aguas residuales. Estos se alimentan de sustancias biológicas indeseables en el agua generando agregados o “flóculos” de sustancias orgánicas y microorganismos que se depositan en la base del contenedor. Este lodo es estable y puede eliminarse fácilmente. (Ramirez, 2009)

#### 1.3.3.2 Sistemas Anaerobios

En este caso el aceptor final de electrones es la propia materia orgánica que actúa como fuente de carbono. Como resultado de este metabolismo, la mayor parte del carbono se destina a la formación de subproductos del crecimiento (biogás, que es CO<sub>2</sub> y Metano) mientras que la fracción de carbono utilizada para la síntesis celular es baja. Para cada uno de los tratamientos, este hecho supone una doble ventaja que se menciona a continuación:

- Producir una poca cantidad de lodos activados dentro del proceso.
- Producir la cantidad considerable de biogás, el cual puede ser revalorizado

Este proceso biológico en el que la materia orgánica, en ausencia de oxígeno, y mediante la acción de un grupo de bacterias específicas, se descompone en productos gaseosos o “biogás” (CH<sub>4</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, etc.), y en digestato, que es una mezcla de productos minerales (N, P, K, Ca, etc.) y compuestos de difícil degradación. Es uno de los procesos más idóneos para la reducción de emisiones de efecto invernadero, el aprovechamiento energético de los residuos orgánicos y el mantenimiento y mejora del valor fertilizante de los productos tratados. (Castillo, 2005)

También se puede aplicar a residuos ganaderos, agrícolas, así como a los residuos de las industrias de transformación de dichos productos. Entre los residuos se pueden citar purines, estiércol, residuos agrícolas o excedentes de cosechas, también es un proceso adecuado para el tratamiento de aguas residuales de alta carga orgánica, como las producidas en muchas industrias alimentarias.

## 1.4 Tratamiento de aguas residuales

Una planta de tratamiento de agua residual (Figura 26) está formada por la combinación de operaciones químicas, físicas y biológicas necesarias para obtener la calidad del agua afluente deseada. Las operaciones físicas constituyen procesos donde se utiliza las fuerzas físicas para separar los contaminantes del agua, entre las más utilizadas están; la floculación, los enrejados, el mezclado, la sedimentación y la filtración. De igual forma las operaciones químicas constituyen la adición de compuestos químicos para la eliminación de contaminantes, entre los procesos químicos utilizados están la precipitación y la desinfección.

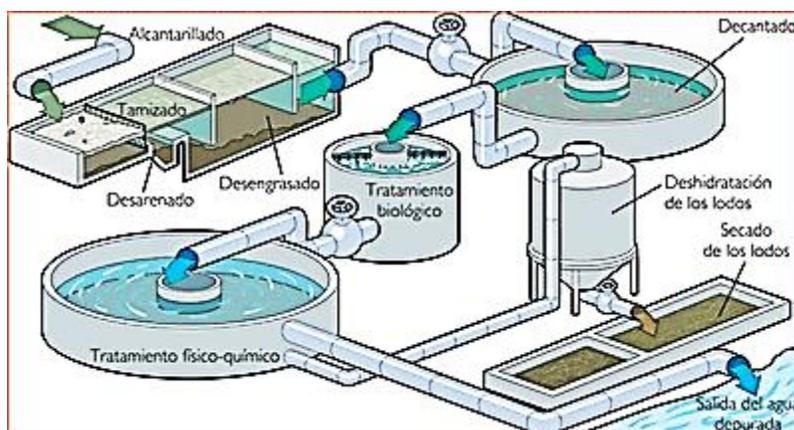


Figura 26. Esquematización de una planta tratadora de agua. (Lovley, 2008)

Los procesos biológicos unitarios son aquellos en que la eliminación de los contaminantes se lleva a cabo gracias a la actividad biológica; su aplicación principal es la eliminación de la materia orgánica biodegradable presente en las aguas residuales. (Becerra, 2000)

Esto se vuelve importante a la hora de minimizar el impacto sobre el medio ambiente ocasionado por el vertido de contaminantes al medio, así como las propuestas de ahorro y reutilización de agua. La calidad del agua se diferencia según el destino o el uso que se le asigne, de esto depende el tratamiento necesario que se debe aplicar al agua residual. La calidad del agua que entra a un sistema de tratamiento se puede variar aplicando métodos físicos, químicos y biológicos que se combinan como operaciones unitarias.

Los efectos producidos en los cauces (efluentes) cuando llega un vertido de agua residual sin tratar, producen los siguientes factores que alteran la eficiencia de mismo proceso:

- Tapiza la vegetación de las riberas con residuos sólidos gruesos que lleva el agua residual, tales como plásticos, utensilios, restos de alimentos, etc.
- Acumulación de sólidos en suspensión sedimentables en fondo y orillas del cauce, tales como arenas y materia orgánica.
- Consumo del oxígeno disuelto que tiene el cauce por descomposición de la materia orgánica y compuestos amoniacales del agua residual.
- Formación de malos olores por agotamiento del oxígeno disuelto del cauce que no es capaz de recuperarse.
- Entrada en el cauce de grandes cantidades de microorganismos entre los que pueden haber elevado número de patógenos.
- Contaminación por compuestos químicos tóxicos o inhibidores de otros seres vivos (dependiendo de los vertidos industriales)
- Aumenta la eutrofización al portar grandes cantidades de fósforo y nitrógeno

Los objetivos de una planta de tratamiento de agua residual son:

- Eliminación de residuos, aceites, grasas, flotantes, arenas, etc. y evacuación al punto de destino final adecuado.
- Eliminación de materias decantables orgánicos o inorgánicos.
- Eliminación de la materia orgánica.
- Eliminación de compuestos amoniacales y que contengan fósforo (en aquellas que viertan a zonas sensibles).
- Transformación de los residuos retenidos en fangos estables y que éstos sean correctamente dispuestos. (Castrá, 2014)

1.4.1 Parámetros principales del agua residual

La Tabla No. 3 muestra los diferentes estándares de concentraciones que existen en el agua residual.

Parámetro	Unidades	Concentración		
		Débil	Media	Fuerte
Sólidos totales (ST)	mg/l	350	720	1200
Sólidos disueltos totales (SDT)	mg/l	250	500	850
Fijo	mg/l	145	300	525
Volátiles	mg/l	105	200	325
Sólidos suspensión (SS)	mg/l	100	220	350
Fijo	mg/l	20	55	75
Volátiles	mg/l	80	165	275
Sólidos sedimentales	mg/l	5	10	20
DBO <sub>5</sub> , 20°C	mg/l/110	110	220	400
Carbón Orgánico Total (COT)	mg/l	80	160	290
DQO* ( <i>El más importante para el proyecto</i> )	mg/l	250	500	100
Nitrógeno (total en la forma N)	mg/l	20	40	85
Orgánico	mg/l	8	15	35
Amonio libre	mg/l	12	25	50
Nitritos	mg/l	0	0	0
Nitratos	mg/l	0	0	0
Fosforo (total en la forma P)	mg/l	4	8	15
Orgánico	mg/l	1	3	5
Inorgánico	mg/l	3	5	10
Cloruros	mg/l	30	50	100
Sulfato	mg/l	20	30	50
Alcalinidad (como CaCO <sub>3</sub> )	mg/l	50	100	200
Grasa	mg/l	50	100	150
Coliformes totales	°n/100 ml	10-10	10-10	10-10
Compuestos Orgánicos Totales	mg/l	<100	100-400	>400

*Tabla No. 3. Composición típica del agua residual. (Castillo, 2005)*

#### 1.4.2 Muestreo.

La recolección de las muestras de las aguas a tratar depende de los procedimientos analíticos empleados y los objetivos del estudio, ya que obtener una parte representativa del material bajo estudio (cuerpo de agua, efluente industrial, agua residual, etc.) nos permite determinar la eficiencia de los procesos involucrados en el tratamiento del agua es por eso que analizan las variables de interés.

El volumen del material captado se transporta hasta el lugar de almacenamiento (cuarto frío, refrigerador, nevera, etc.), para luego ser transferido al laboratorio para el respectivo análisis, momento en el cual la muestra debe conservar las características del material original. Es de vital importancia que la muestra conserve las concentraciones relativas de todos los componentes presentes en el material original y que no hayan ocurrido cambios significativos en su composición antes del análisis. (Castillo, 2005)

En algunos casos, el objetivo del muestreo es demostrar que se cumplen las normas especificadas por la legislación (resoluciones de las autoridades ambientales). Las muestras ingresan al laboratorio para determinaciones específicas, sin embargo, la responsabilidad de las condiciones y validez de las mismas debe ser asumida por las personas responsables del muestreo (Figura 27), de la conservación y el transporte de las muestras. Las técnicas de recolección y preservación de las muestras tienen una gran importancia, debido a la necesidad de verificar la precisión, exactitud y representatividad de los datos que resulten de los análisis. (Buitron, 2011)



*Figura 27. Muestreo adecuado del agua residual (Buitron, 2011)*

### 1.4.3 Determinación Química de Oxígeno (DQO).

Cerca del 75% de los sólidos en suspensión y del 40% de los sólidos filtrables de un agua residual de concentración media son de naturaleza orgánica. Son sólidos de origen animal y vegetal, así como de las actividades humanas relacionadas con la síntesis de compuestos orgánicos.

Éstos últimos, están formados normalmente por combinaciones de carbono, hidrógeno y oxígeno, con la presencia, en determinados casos, de nitrógeno. También pueden estar presentes otros elementos como azufre, fósforo o hierro. Los principales grupos de sustancias orgánicas presentes en el agua residual son las proteínas, 40-60%, hidratos de carbono, 25-50%, y grasas y aceites, 10%.

Para poder evaluar el daño que pueden llegar a producir las aguas residuales, se emplean diversas técnicas. Para aguas negras, que tienen una composición más o menos constante, se emplea la cantidad de carbono presente en las mismas, ya sea directamente, midiendo el Carbono Orgánico Total, (COT) o indirectamente, midiendo la capacidad reductora del carbono existente en dichas aguas. Estas últimas son la Demanda Química de Oxígeno, (DQO), y la Demanda Bioquímica de Oxígeno, (DBO). Así, con estas técnicas es posible determinar la cantidad de materia orgánica putrescible que están en el agua contaminada. En principio, entre ellas, no hay relación en cuanto a los resultados, ya que los efectos que se producen en el agua varían al aplicar cada técnica, de unas aguas contaminadas a otras. Para el mismo fin se emplea a veces otro parámetro, la Oxidabilidad al Permanganato. (Castrá, 2014)

La Demanda Química de Oxígeno, DQO (La cual se menciona por la **NMX-AA-030/1-SCFI-2012**), es la cantidad de oxígeno en mg/l consumido en la oxidación de las sustancias reductoras que están en un agua. Se emplean oxidantes químicos, como el dicromato potásico. Tal y como se mencionó, el ensayo de la DQO se emplea para medir el contenido de materia orgánica tanto de las aguas naturales como de las residuales. En el ensayo, se emplea un agente químico fuertemente oxidante en medio ácido para la determinación del equivalente de oxígeno de la materia orgánica que puede oxidarse.

1.5 Efectividad de un sistema microbiano.

Para conocer la eficiencia eléctrica de una celda de combustible microbiana se debe tener en cuenta la remoción de materia orgánica que exista en la misma CCM (DQO) ya que la relación que existe con la generación de corriente no siempre es directamente proporcional, para eso se debe tener en cuenta todos los parámetros que intervienen en el proceso. (Domínguez J. A., 2009)

El voltaje medido a circuito abierto (el que se mide cuando la CCM no genera corriente) es menor que el voltaje teórico debido a las pérdidas parásitas ( $\mu_{parasitas}$ ) (procesos que compiten por el sustrato, tales como fermentación, metanogénesis y respiración aerobia) y al inherente crecimiento de la biomasa.

El voltaje medido a circuito cerrado es menor que el voltaje medido a circuito abierto. Estas diferencias son conocidas como sobre potencial o sobre voltaje y son definidas como el voltaje necesario para activar las reacciones electroquímicas (transferencia de carga), a los procesos de transferencia de masa que ocurren en las cámaras y al transporte de cargas en las CCM. El valor de estas pérdidas varía de un sistema a otro. (Cervantes, 2011)

Para calcular el voltaje producido por una CCM cuando se genera corriente (circuito cerrado), se aplica la siguiente ecuación:

$$V_{cc} = V_{ca} - [(\mu_{act} + \mu_{conc} + \mu_{ohm})_{catodo} + (\mu_{act} + \mu_{conc} + \mu_{ohm})_{anodo}] \quad (3)$$

Dónde:

$V_{cc}$  = Voltaje a circuito cerrado o voltaje real.

$V_{ca}$  = Voltaje a circuito abierto o potencial de equilibrio.

$\mu_{act}$  = Sobrevoltaje o sobrepotencial por activación.

$\mu_{conc}$  = Sobrevoltaje o sobrepotencial por concentración.

$\mu_{ohm}$  = Sobrevoltaje o sobrepotencial por caída óhmica.

En la Figura 28 se puede observar la relación del voltaje aplicado o generado en función de la densidad de corriente utilizada en la CCM.

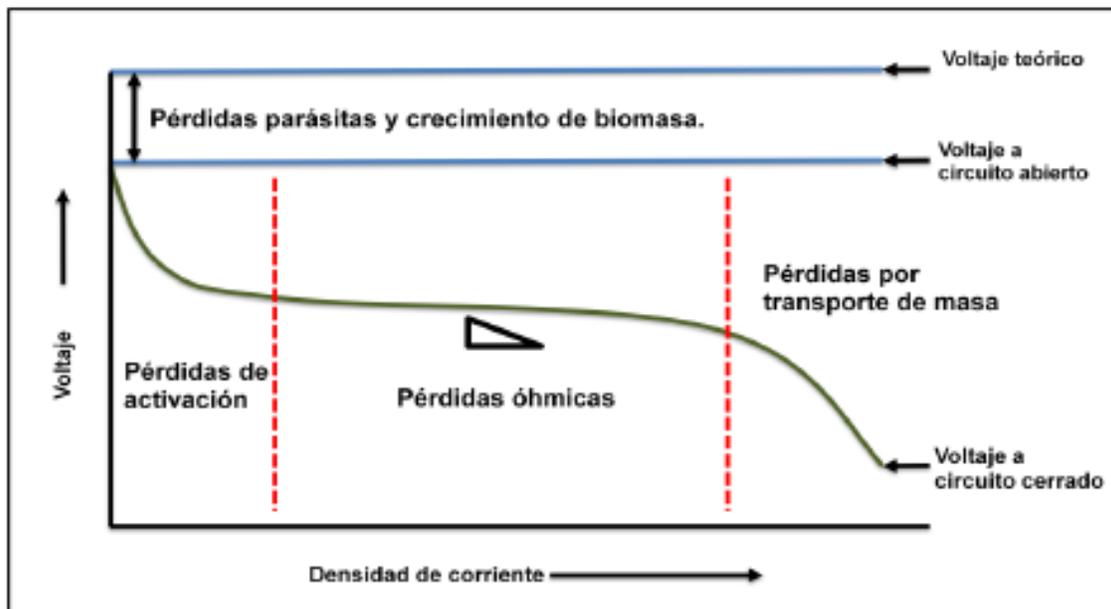


Figura 28. Curva de polarización de una Celda de Combustible Microbiana (Cervantes, 2011)

### 1.5.1 Sobrepotencial por Activación ( $\mu_{act}$ ).

La cinética de las reacciones anódica y catódica está limitada por una barrera conocida como energía de activación (transferencia de carga), la cual impide que los sustratos reducidos se conviertan a productos oxidados, en el caso del ánodo; y que los sustratos oxidados se conviertan en productos reducidos, en el caso del cátodo. El voltaje empleado para vencer esta barrera es conocido como sobre potencial por activación.

Este sobre potencial se manifiesta preferentemente a bajas densidades de corriente y en la curva de polarización del sistema (densidad de corriente-sobre potencial), presentan una forma exponencial característica. La magnitud de este voltaje depende de la cinética de las reacciones anódica y catódica. La cinética de las reacciones se puede mejorar incrementado la temperatura de operación y a través de la formación de una bio-película adecuada en los electrodos. (Dominguez J. A., 2009)

### 1.5.2 Sobrepotencial por pérdidas óhmicas ( $\mu_{ohm}$ ).

Las pérdidas por resistencias óhmicas son causadas por la resistencia al transporte de iones a través del electrolito, a través de la membrana, y al flujo de los electrones a través de los electrodos, de los colectores de corriente e interconexiones, y la resistencia de los contactos electrónicos. Por lo tanto, las pérdidas óhmicas representan el voltaje que se pierde cuando se transportan las cargas eléctricas por todo el sistema.

Estas pérdidas pueden ser reducidas disminuyendo el espacio entre los electrodos, empleando una membrana con una resistividad baja, disminuyendo la resistencia de contacto, e incrementando la conductividad de la solución al máximo tolerado por las bacterias. (Domínguez J. A., 2009)

### 1.5.3 Sobrepotencial por concentración ( $\mu_{conc}$ ).

Las pérdidas por transporte de masa se presentan cuando se agotan los reactivos y se acumulan los productos en el sitio de reacción, esto es en la superficie de los electrodos, lo que causa que el desempeño de la CCM baje. Este sobrepotencial se presenta comúnmente cuando se trabaja a densidades de corriente altas y presentan una forma exponencial cóncava característica en las curvas densidad de corriente-voltaje. (Domínguez J. A., 2009)

Cabe destacar que la acumulación de productos en las celdas de combustibles es debida a la generación de compuestos producidos por las reacciones químicas que están involucradas y la diferencia que existe entre las CCM es debido al crecimiento de las bacterias y el crecimiento de sus colonias de estas mismas y ocasionando una disminución significativa de los resultados.

# **CAPITULO II**

# **“EXPERIMENTACIÓN”**

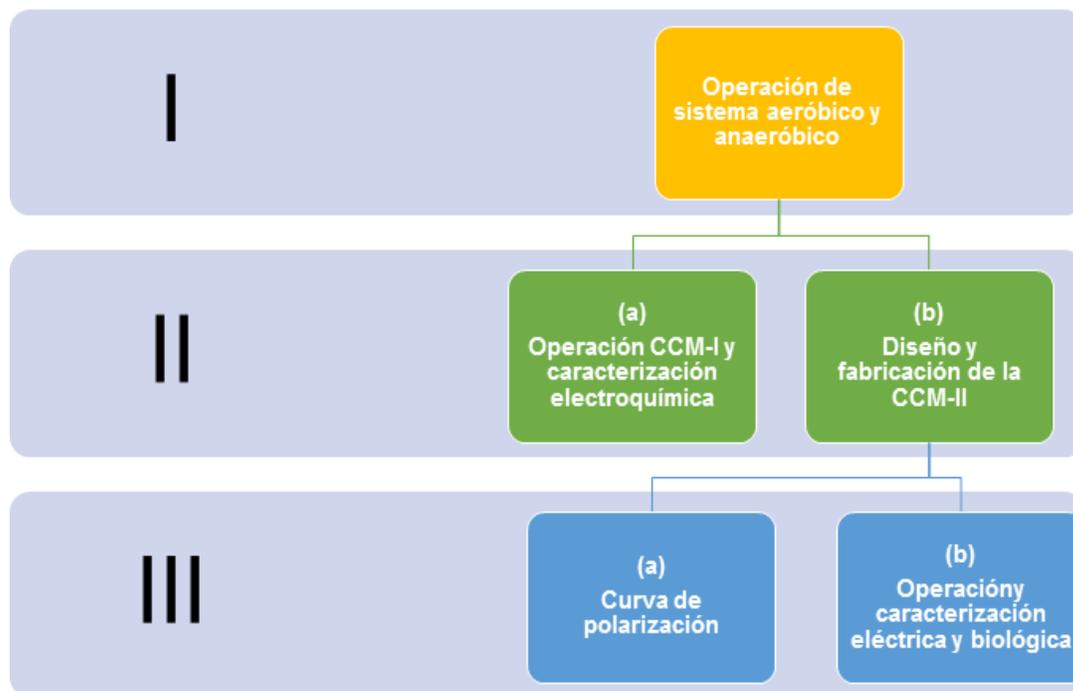
## 2.1 Procedimiento experimental

La experimentación se desarrolló en tres etapas como se muestra en el Organigrama 1. A continuación se explica detalladamente cada una de estas etapas:

**Etapa I:** Experimentar con los tipos de sistemas con los cuales trabajan los lodos activados en agua residual para un sistema anaerobio y un sistema aeróbico.

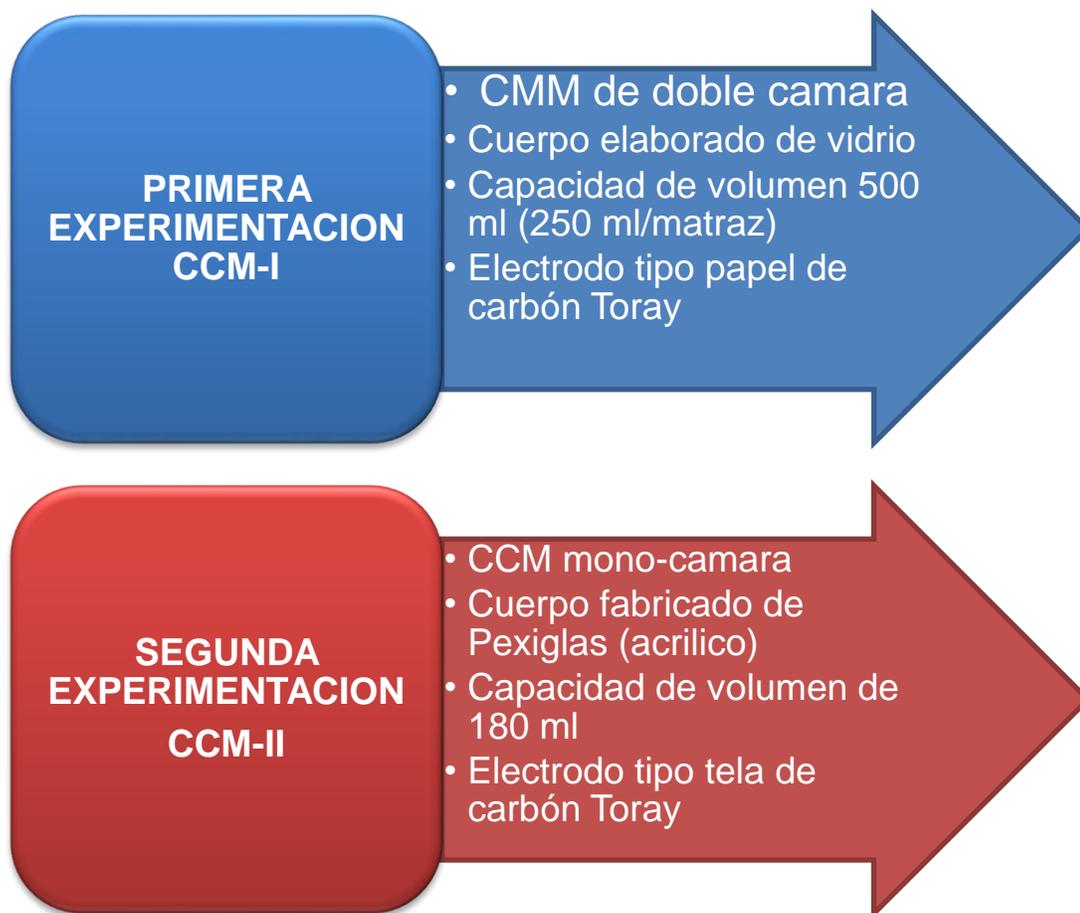
**Etapa II:** Adaptar una CCM a nuestras condiciones experimentales, con ayuda de un sistema prefabricado de vidrio (CCM-I) y se operara el sistema seleccionado de entre el aeróbico y anaeróbico que brinde los mejores resultados en potencial generado, a la par de diseñar y fabricar los componentes de una celda de acrílico (CCM-II) que permitiera una operación mejor controlada del mismo.

**Etapa III:** Reportar los resultados electroquímicos de la CCM-II, de caracterización y descontaminación bilógica, para elaborar los análisis de rendimiento de la celda



**Organigrama 1.** Etapas de la experimentación organizada de acuerdo al comportamiento de la CCM

Finalmente, con la CCM-II y el sistema seleccionado, dar seguimiento a la descontaminación del sistema caracterizándolo por la demanda química de oxígeno (DQO) que se determinan según la **NMX-AA-030/1SCFI-2012** como la cantidad de oxígeno consumida en la oxidación química total de contaminantes orgánicos a productos inorgánicos finales. Ésta norma fue seleccionada debido a su alta fiabilidad (90% a 100%) en descargas municipales siendo una medida realista de la demanda de oxígeno teórica, además de ser un parámetro directo de comparación con otras investigaciones.



*Organigrama 2. Características principales de cada Celda Microbiana*

El Organigrama 2 define las características de la CCM diseñada en esta investigación usada para determinar las condiciones finales y los resultados buscados en este trabajo.

## 2.2 Desarrollo de Experimental

### 2.2.1. Operación del sistema aeróbico y anaeróbico (ETAPA I)

El objetivo de esta primera etapa fue trabajar con los tipos de sistemas que existen para el tratamiento de agua residual, en este caso con lodos activados existe la posibilidad de trabajar aeróbica y anaeróbicamente con la finalidad a su vez de utilizarlos en la CCM-I y CCM-II.

Actividad:

Se montaron dos bio-reactores que constaron de dos recipientes cilíndricos de 3785 ml cada uno, en donde se alimentaron 2800 ml de mezcla al 50% vol., de lodos activados y agua residual. Los lodos se obtuvieron de la planta de tratamiento de aguas de San Juan Ixhuatepec (Estado de México), el agua residual se obtuvo del efluente del sedimentador primario de la misma tratadora de agua.

*Sistema aeróbico (BR-A):*

Dentro de un recipiente se burbujeo aire del ambiente con una compresora de pecera convencional 24 h/día y se mantuvo a temperatura ambiente hasta finales de la etapa II (Figura 29).



**Figura 29.** Bio-reactor aeróbico BR-A

*Sistema anaeróbico (BR-B):*

Al segundo recipiente se mantuvo en recirculación mediante una bomba de pecera convencional 24 h/día, se mantuvo a temperatura ambiente y sellada al exterior con silicón y arcilla comercial hasta finales de la etapa II (Figura 30).



**Figura 30.** Bio-reactor anaeróbico BR-B

2.2.2 Operación CCM-I y caracterización electroquímica (Etapa II)

El objetivo de trabajar con la CCM-I de esta etapa, fue en primer lugar conocer la forma en operar una celda microbiana, seleccionar que tipo de sistema otorgaba el mayor rendimiento según el seguimiento de variables electroquímicas, así como establecer las actividades necesarias para acondicionar los sistemas y componentes de una CCM.

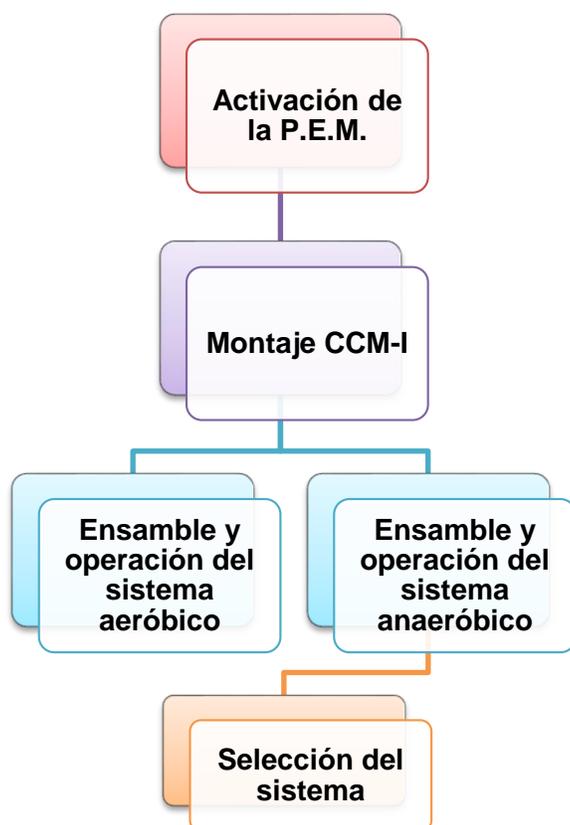


**Figura 31.** Celda CCM-I.

**Actividades:**

Se trabajó con un sistema prefabricado de vidrio, que consto de dos matraces balón de fondo plano de 250 ml con una conexión macho/hembra en la parte central, y conexiones para manguera en la base y en la parte anterior al cuello sobre el cuerpo esférico (CCM-I) y tapones de goma, sistema con el que realizamos las pruebas iniciales (de acuerdo con la Figura 31).

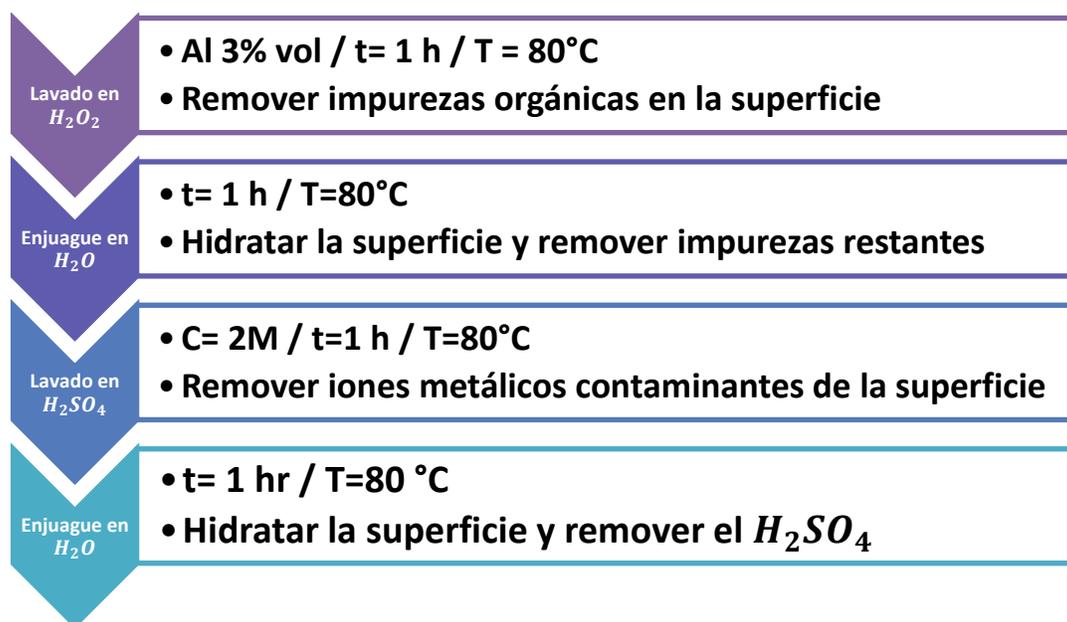
A continuación, se muestra un diagrama de flujo (Organigrama 3) que indica cada uno de los pasos que se llevaron a cabo para el desarrollo experimental de la CCM-I



**Organigrama 3.** Flujo grama experimental de la CCM-I

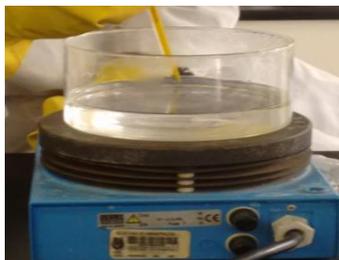
### 2.2.3 Activación de la Membrana Intercambio de Protones (MIP)

Los sistemas electroquímicos requieren de filtros que permitan el flujo de protones exclusivamente a través del mismo, por lo que marcas como DuPont, han desarrollado membranas poliméricas tipo Nafion® que cumplen con este propósito, pero para garantizar sus condiciones correctas de operación requieren de un proceso de pretratamiento para activar sus características especiales, el cual se muestra en el Organigrama 4 siguiente:



**Organigrama 4.** Diagrama de flujo para la activación de la MIP. (Membrana intercambiadora de protones)

La activación se realizó en un cristizador, y una plancha de calentamiento. Posteriormente se mantuvo la (MIP) en agua destilada a temperatura ambiente hasta su disposición, como se observa en la Figura 32.



*Figura 32. Preparación de la MIP*

#### 2.2.4 Montaje CCM-I

Se seleccionó una de las cámaras del sistema para trabajar de manera catódica y la otra de manera anódica. Se ensamblaron ambas cámaras divididas en la conexión macho/hembra por la MIP, la parte catódica se llenó con agua destilada y se bloquearon sus tomas de manguera.

Los electrodos fueron de tela de carbón Toray, uno para cada cámara, que fueron conectados por caimanes calibre 14 a través de las tapas de goma del interior del cuerpo cilíndrico al exterior donde se cerró el sistema conectándolos a un potenciómetro de 1000  $\Omega$ .

#### 2.2.5 Ensamble y operación del sistema aeróbico (BR-A)

Para el ensamble de la CCM-I en la parte anódica se realizó una conexión con el bio-reactor (BR-A) alimentado por la parte inferior con una mezcla 50/50 de agua residual y lodos activados el cual fue impulsado por una bomba de pecera convencional (AquaSub 4201 / 23L/H- 2.5W- 50 Hz –120V) trabajando de manera continua junto con el sistema de burbujeo 24 h/día, tomando la frecuencia de los siguientes parámetros, como se muestra en la Tabla No. 4:

*Tabla No. 4 Programa de seguimiento reactor (BR-A)*

Parámetro	Frecuencia
Vo (Voltaje abierto)	1/día
Vc (Voltaje cerrado)	½ h
T	1/día
pH	1/día

\*El programa de seguimiento se fijó analizando un periodo de operación máxima de 30 días.

### 2.2.6 Ensamble y operación del sistema anaeróbico (BR-B)

En un segundo experimento se montó nuevamente la CCM-I al bio-reactor (BR-B) con la misma bomba encargada de la recirculación del sistema las 24 h/día, alimentando a la CCM-I con mezcla fresca de lodos activados de la misma forma que el sistema aeróbico, pero esta vez eliminando el burbujeo de aire, asegurando la mayor hermeticidad posible del sistema. La Tabla 5 muestra el seguimiento que se le dio a cada una de los parámetros:

*Tabla No. 5 Programa de seguimiento reactor (BR-B)*

Parámetro	Frecuencia
Vo (Voltaje abierto)	1/día
Vc (Voltaje cerrado)	½ h
T	1/día
pH	1/día

\*El programa de seguimiento fue fijado analizando un periodo de operación máxima de 30 días.

Se operaron los sistemas hasta alcanzar el estado estacionario o su descarga.

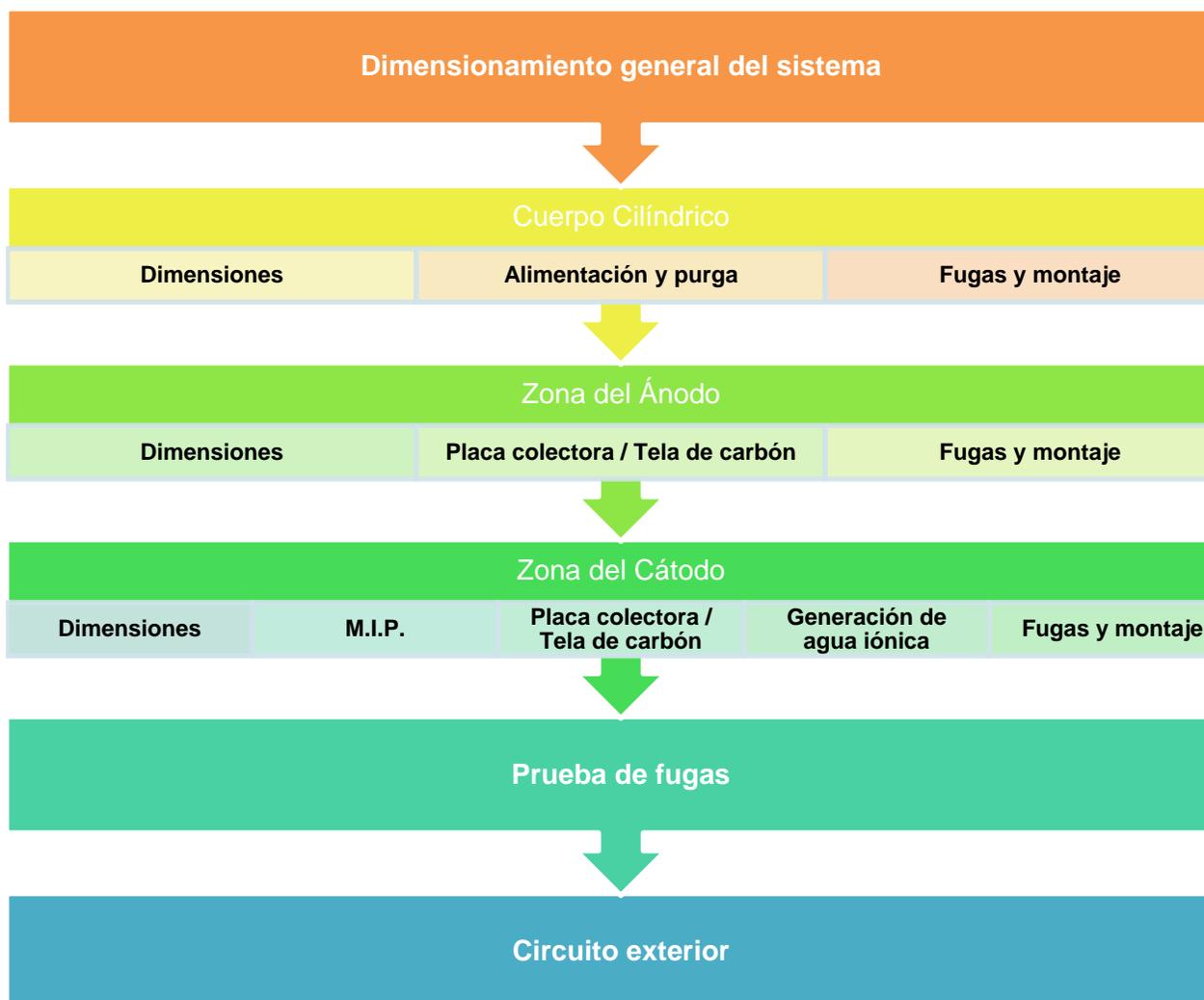
### 2.2.7. Selección del sistema de mayor rendimiento

Tras operar el sistema aeróbico y anaeróbico, se determinó trabajar con la segunda opción debido al alcanzar valores más altos en la generación energética, debido al tipo de sistema operado, como el tipo de bacterias que se desarrollan en presencia y ausencia de aire, los resultados de esta etapa se muestran más detalladamente en el capítulo de análisis de resultados.

2.2.8 Diseño y fabricación de la CCM-II (Etapa II)

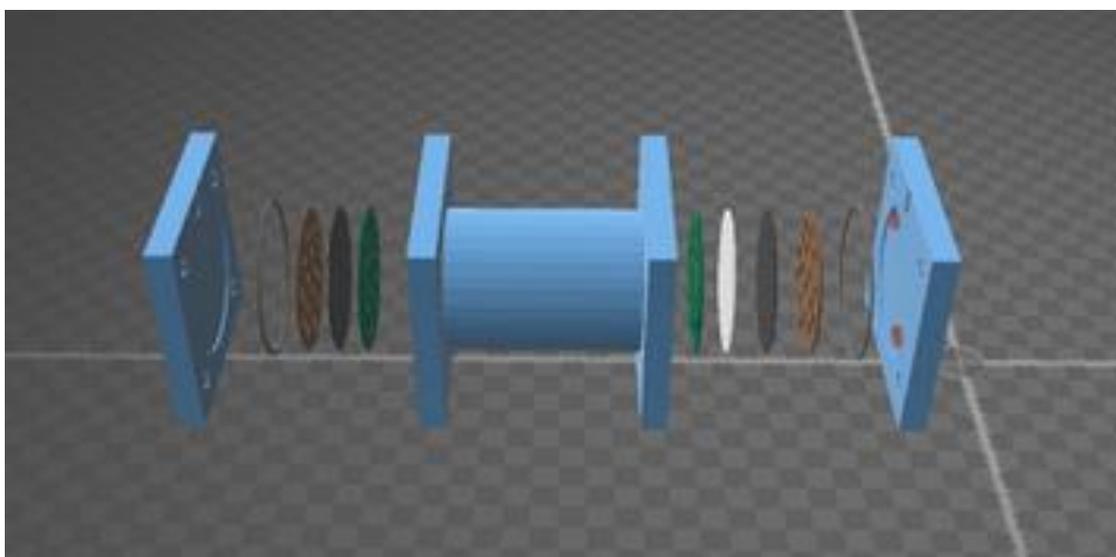
Para la etapa de diseño y fabricación, se desarrolló un diseño 3 D, a partir del cual y con algunas modificaciones anteriores se mandó construir en acrílico de acuerdo con el Organigrama 5 se notan todos los pasos involucrados.

2.2.8.1. Dimensionamiento general del sistema



*Organigrama 5 Planeación del diseño de la CCM-II*

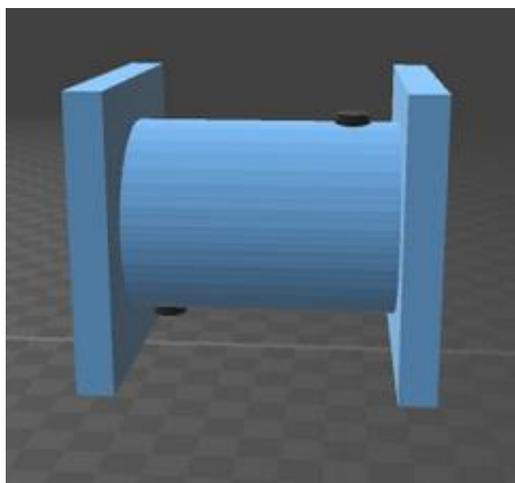
La celda CCM-II consistió de un cuerpo cilíndrico horizontal con una capacidad de aproximadamente 150 ml. El ánodo y el cátodo se ubicaron en cada uno de los extremos laterales. El ánodo consistió de tela de carbón Toray en contacto directo con una placa de acero inoxidable en la cara externa que sirve como placa colectora, el cátodo constó de una tela de carbón Toray catalizada con una concentración de  $0.5 \text{ mg Pt/cm}^2$  en contacto directo con una placa de acero inoxidable como placa colectora, por la parte interior fue colocada la MIP para solo recupera los iones  $H^+$ . Para evitar las burbujas en la MIP se colocó una lámina perforada de acrílico para brindar la estabilidad en la parte interna de la tapa catódica y fue airada de manera natural en la parte externa para recuperar el agua generada por el sistema en la Figura 33 se aprecia el diseño preliminar de la CCM-II.



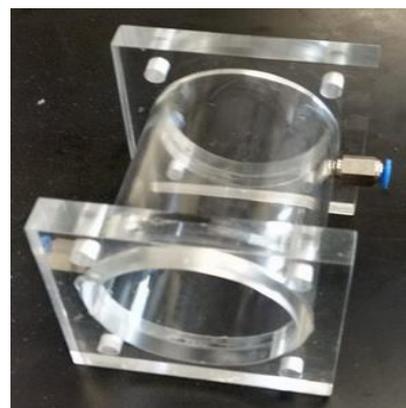
*Figura 33. Diseño preliminar CCM-II. Elaboración propia*

#### 2.2.8.1.1 Cuerpo cilíndrico

Fue fabricado en acrílico con un diámetro interno de 55 mm y una longitud de 63 mm con tomas de 5 mm ubicados de maneras opuestas en la parte superior derecha e inferior izquierda a 15 mm de los extremos, Figura 34. El cuerpo cilíndrico tuvo bases cuadradas pegadas a sus extremos de 80 mm que funcionaron como bridas con las tapas que soportaron las zonas catódica y anódica, por lo anterior tuvieron perforaciones en cada esquina de la brida buscando evitar la presencia de fugas en la operación.



a)

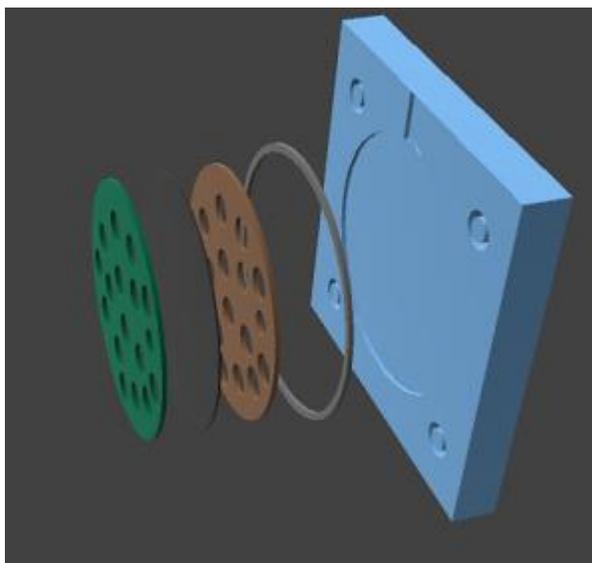


b)

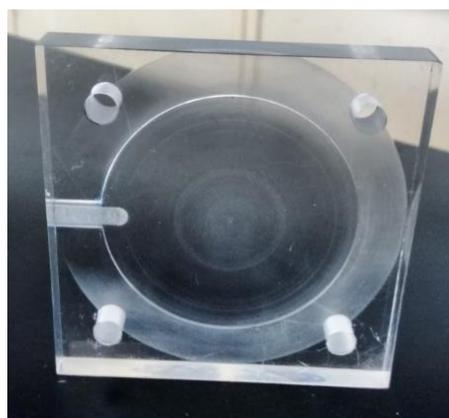
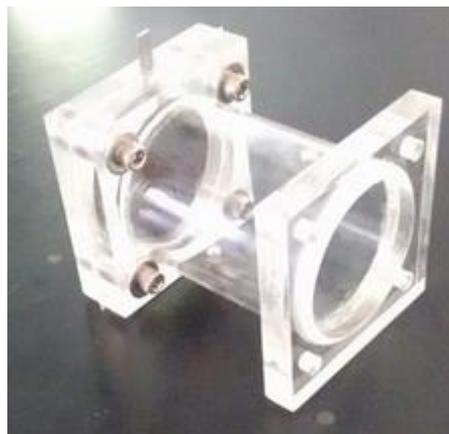
**Figura 34** Cuerpo cilíndrico a) Diseño b) En acrílico y ensamblado. Elaboración propia.

#### 2.2.8.1.2. Zona del ánodo

El cátodo fue la tela de carbón Toray circular de 58 mm que se acopla a la placa de acero inoxidable con el mismo diámetro, pero con una extensión en la parte superior de 30 mm de largo por 6 mm para ser conectado en la parte exterior a una resistencia externa (Figura 35). El par tela/acero fue ensamblado a una tapa externa del sistema que fue devastada para que entrasen de manera exacta para brindar estabilidad y contacto íntimo durante toda la operación, se colocó para la conexión con la brida del cuerpo cilíndrico una goma de silicón para evitar fugas al atornillar ambos componentes bridados.



a)



b)

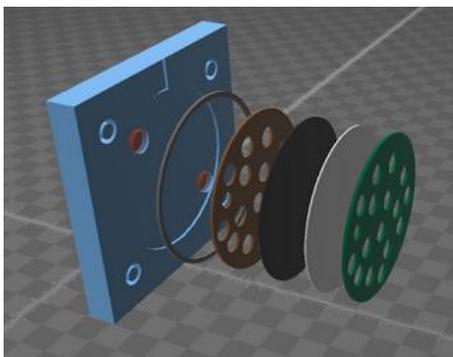
**Figura 35** Tapa anódica a) Diseño b) En acrílico y ensamblada. Elaboración propia.

### 2.2.8.1.3. Zona del cátodo

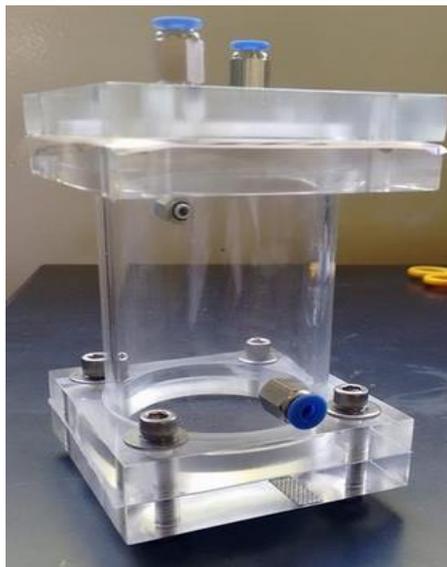
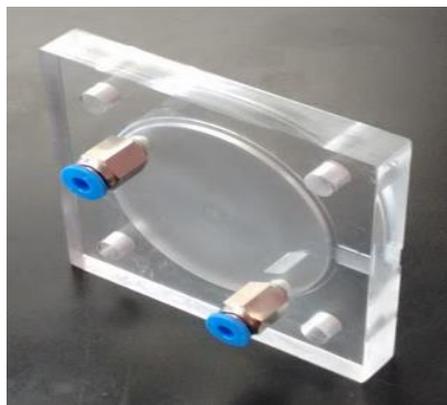
En el extremo contrario de cuerpo cilíndrico con respecto al ánodo se colocó el cátodo, que consistió de un par tela/acero, parecido al ánodo con la diferencia de que la tela Toray contiene platino para catalizar la reacción del  $H^+$  con el  $O_2$  del aire, en la parte interna del cátodo se colocó la membrana MIP que fue cortada de forma cuadrada de 80 mm para cubrir toda la tela y servir de apoyo contra las fugas en la brida. Entre la conexión la zona del cátodo y el cuerpo cilíndrico se colocó una placa de acrílico con perforaciones de 5 mm acomodadas en cuadro con una distancia entre perforaciones de 5 mm de un espesor de 1 mm que le brindo a la parte

catódica estabilidad y la eliminación de burbujas en la MIP, también se le colocó una goma de silicón para eliminar la posibilidad de fugas en la conexión bridada.

En la parte exterior de la zona anódica se requirió la aireación constante para la formación de agua iónica, por lo cual para evitar el uso de compresores se devistó una cámara en 3 mm de profundidad que fue rellena con pellets esféricos de polietileno de 2.5 mm por lo cual se adaptó un par de tomas para brindar la posibilidad de purgar el sistema o adaptarlo a un sistema forzado por compresión. Lo anterior es posible observarlo en la siguiente Figura 36.



a)

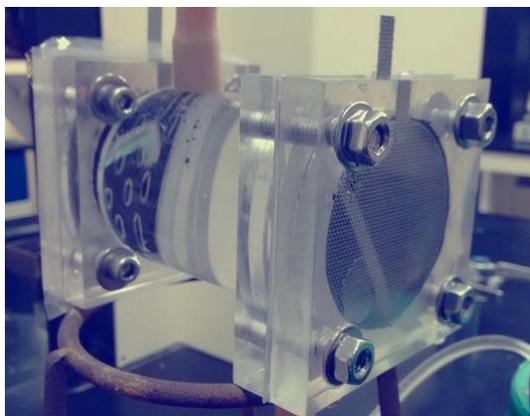


b)

**Figura 36** Tapa catódica a) Diseño b) En acrílico y ensamblada. Elaboración propia.

#### 2.2.8.1.4. Prueba de fugas

Con el sistema ensamblado se bombeo al sistema de agua corriente para garantizar la ausencia de fugas y fue necesario remplazar algunas juntas de silicón de la conexión bridada hasta la eliminación de los desperfectos (Figura 37).



a)



b)

**Figura 37.** Prueba de fugas a) Goteo en barreno b) Prueba correcta. Elaboración propia

#### 2.2.8.1.5. Circuito exterior

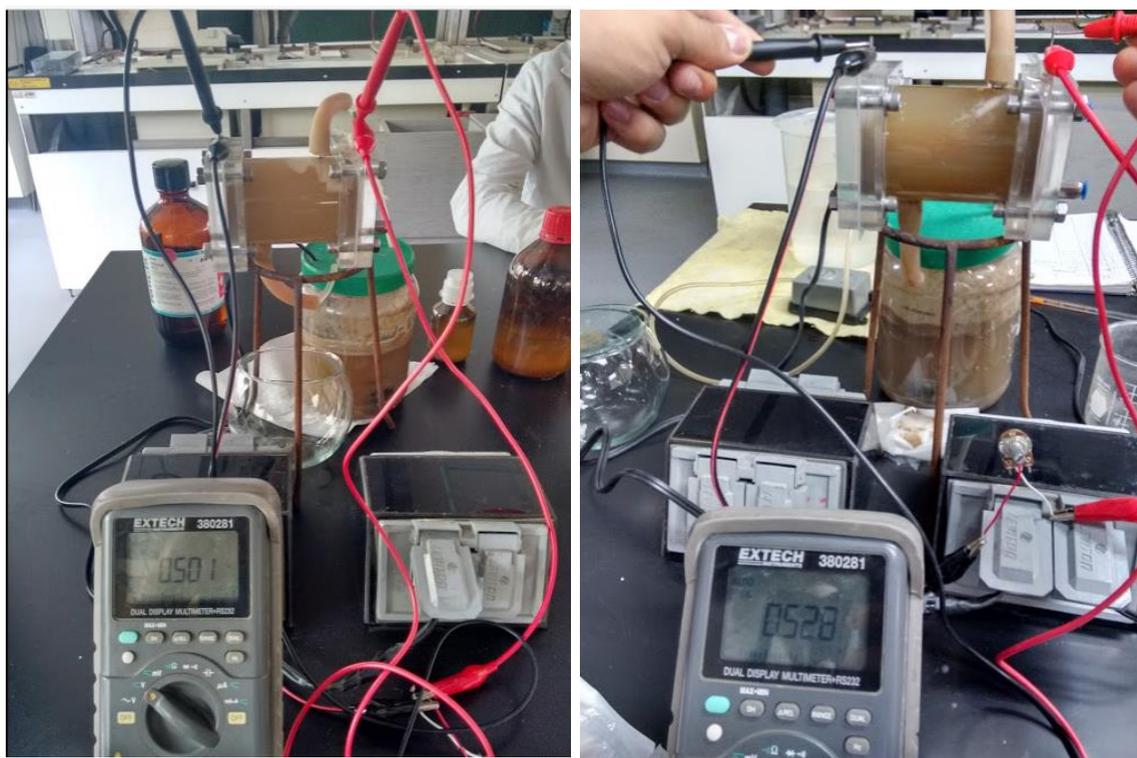
A las extensiones de la placa se le conectaron cables con puntas de caimán del calibre 14 de 15 mm para ser conectados a dos potenciómetros de 10 K $\Omega$  para cerrar el sistema.

#### 2.2.9. Obtención de la curva de polarización (Etapa III)

El objetivo principal en esta etapa fue determinar las características electroquímicas del sistema, ya que para obtener su máxima potencia fue necesario conocer la resistencia interna de la CCM-II por el método de curva de polarización.

Según la Ley de Jacobi, conocida como el teorema de la máxima potencia, que establece que dada una fuente, con una resistencia de fuente fijada de antemano, la resistencia de carga que maximiza la transferencia de potencia es aquella con un valor óhmico igual a la resistencia de fuente, es por esto que para tener el valor más elevado posible de potencial es necesario manipular la resistencia externa hasta igualarla con la resistencia interna de la celda, para lo cual se realizó el siguiente procedimiento.

Se llenó la celda con la mezcla de agua residual y lodos activados sin recirculación, el sistema eléctrico exterior fue cerrado con 2 potenciómetros de 10 K $\Omega$  (Figura 38), inicialmente se operó a circuito abierto durante 2 h para cerciorar su estabilidad y posteriormente se fue variando la resistencia externa de 0 a 20 K $\Omega$  en forma descendente.



**Figura 38** Lectura de voltaje para elaboración de la Curva de Polarización.

2.2.10. Operación y caracterización eléctrica y biológica (Etapa III)

La operación consistió en montar el reactor BR-B, de tal forma que la recirculación fluyera a través de la (CCM-II), el cierre del circuito externo y se operó de manera continua, determinando valores a tiempo cero de los parámetros como Voltaje, pH y DQO, para realizar posteriormente la de caracterización, Tabla No. 6.

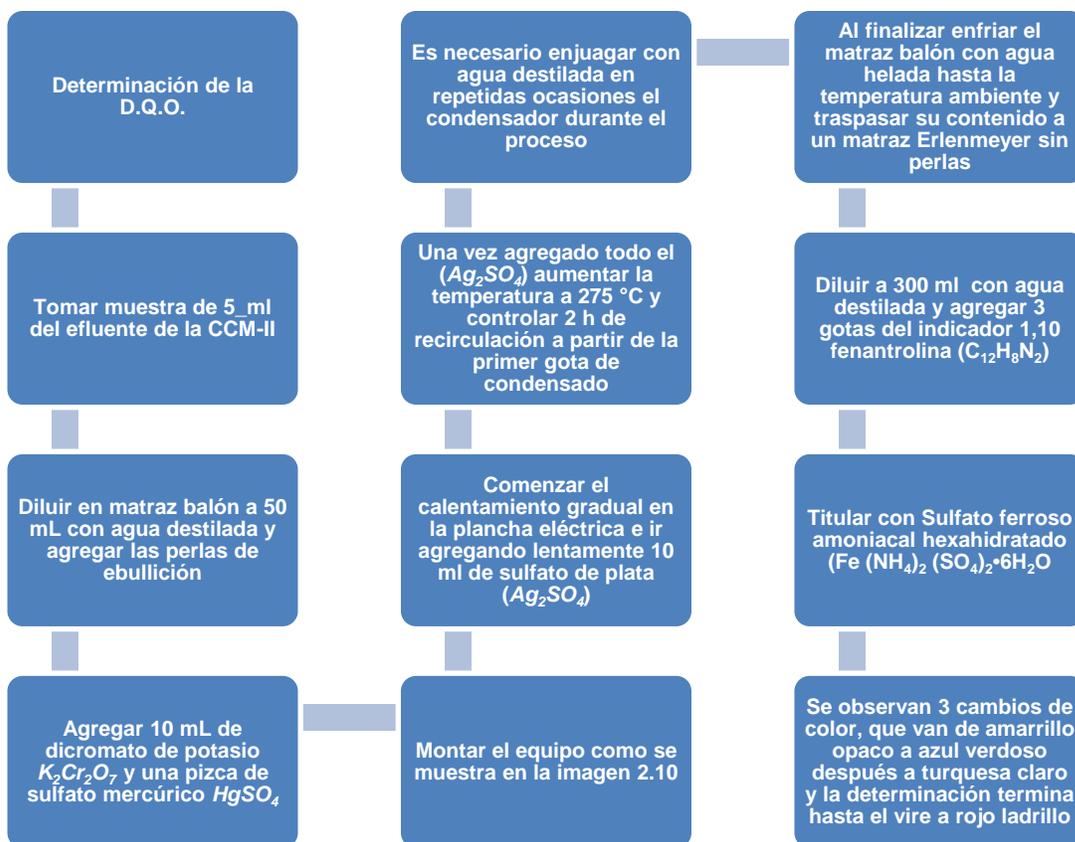
*Tabla No. 6 Programación de seguimiento del desempeño de la CCM-II*

Parámetro	Frecuencia
Vcc (Voltaje cerrado)	1/h
DQO	1/día
pH	2/semana
T	1/día

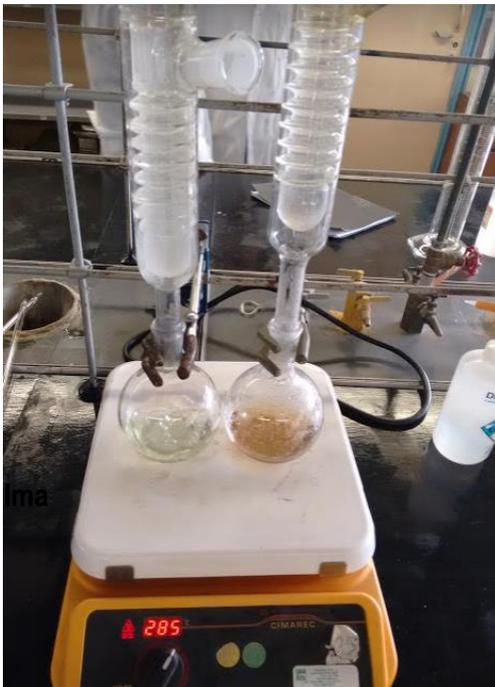
- El voltaje se obtuvo midiéndolo con un multímetro digital EXTECH 320281.
- El pH se determinó con ayuda de una cinta reactiva medidora de pH (4.9-7.9) del afluente del reactor.
- La temperatura de la parte interna del reactor se midió con un termómetro de mercurio para laboratorio con una escala de -20 °C a 150 °C.
- La determinación de DQO del efluente de la CCM-II y se realizó según la normatividad ambiental actual, haciendo uso del siguiente material, Tabla No. 7 y siguiendo el procedimiento del Organigrama 6, el montaje se observa en la Figura 39.

*Tabla No. 7 Material y equipo para la determinación de la DQO.*

Material de laboratorio	Equipo y Otros
Matraz balón fondo plano de 500 ml	Plancha de calentamiento
Condensador Fisher	Bomba
Matraz Erlenmeyer 500 ml	Soporte universal
Pinzas de nuez	Manguera de látex 1 m
Bureta de 50 ml	Papel aluminio
Perlas de ebullición	
3 probetas de 50 ml	



**Organigrama 6** Organigrama para la determinación de DQO. *Elaboración propia.*



*Figura 39* Sistema para la determinación de DQO montado en el laboratorio de ingeniería ambiental de la ESIQIE-IPN.

## **CAPITULO III**

# **“ANÁLISIS DE RESULTADOS”**

### 3.1. Cálculos

Del desarrollo experimental se registraron datos de voltaje a circuito cerrado ( $V_{CC}$ ), y con ellos fue posible determinar la intensidad de corriente del sistema cerrado ( $I_{CC}$ ).

Según la ley de Ohm al dividir por la resistencia externa del sistema ( $R_{EXT}$ ):

$$I_{CC} = \frac{V_{CC}}{R_{EXT}}$$

El valor de potencia generada ( $P_{CC}$ ) se determinó:

$$P_{CC} = I_{CC} * V_{CC}$$

Los principales parámetros para determinar el desempeño de la celda son la densidad de potencia ( $P_A$ ), la potencia volumétrica ( $P_V$ ), y la remoción de DQO. ( $R_{DQO}$ ).

Tanto la densidad de potencia ( $P_A$ ), como su comparativo de la intensidad de corriente de la celda ( $I_A$ ) están normalizados en función del área efectiva de ánodo ( $A_A$ ) en  $m^2$  y se determinan de la siguiente manera:

$$P_A = \frac{V_{CC}^2}{A_A * R_{EXT}}$$

$$I_A = \frac{I_{CC}}{A_A}$$

Para obtener la eficiencia de la celda, se requiere determinar los parámetros de potencia volumétrica ( $P_V$ ), así como la intensidad de corriente ( $I_V$ ) que están normalizados por las siguientes ecuaciones en función del volumen de la celda ( $V_{CM}$ ):

$$P_V = \frac{V_{CC}^2}{V_{CM} * R_{EXT}}$$

$$I_V = \frac{V_{CC}}{V_{CM} * R_{EXT}}$$

La variable más utilizada para dar un seguimiento y caracterización de la evolución de la descontaminación del sistema es la demanda química de oxígeno (DQO) que se calcula según la normatividad con la siguiente ecuación:

$$D. Q. O. = \frac{(V_T - V_G) * M * 8000}{V_M}$$

Dónde:

*DQO: Demanda Química de Oxígeno*  $\left[ \frac{mg \text{ de } O_2}{L} \right]$

*V<sub>T</sub>: Volumen gastado de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado en la muestra testigo [ml]*

*V<sub>G</sub>: Volumen gastado de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado en la muestra [ml]*

*V<sub>M</sub>: Volumen de la muestra de BR – II [ml]*

*M: Molaridad de la solución de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado*  $\left[ \frac{mol}{L} \right]$

Un parámetro importante es el porcentaje de avance en la descontaminación en función de la DQO, y se determinó de la siguiente manera:

$$\%_{DQO} = \frac{DQO_i - DQO_n}{DQO_i}$$

*%<sub>DQO</sub>: Porcentaje de remoción de la demanda química de oxígeno*

*DQO<sub>i</sub>: Demanda química de oxígeno inicial*  $\left[ \frac{mg \text{ de } O_2}{L} \right]$

*DQO<sub>n</sub>: Demanda química de oxígeno a tiempo (n)*  $\left[ \frac{mg \text{ de } O_2}{L} \right]$

### 3.2. Resultados

#### 3.2.1. Operación del sistema aeróbico y anaeróbico (Etapa I)

En el periodo de prueba inicial de los sistemas aeróbico y anaeróbico se trabajó para mantener los sistemas activos, donde se selecciona trabajar a condiciones ambientales de presión y temperatura, identificando los cambios físicos de ambos sistemas comparadas con las características iniciales del agua residual. La Tabla No. 8 presenta el comparativo de tales condiciones.

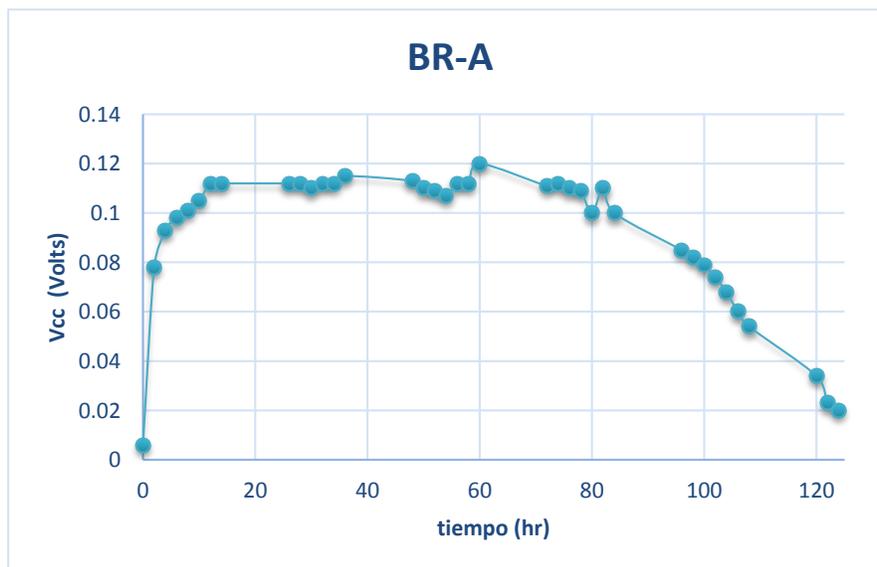
*Tabla No. 8 Comparativo de condiciones físicas de los bio-reactores*

Parámetro	Original	BR-A	BR-B
Color*	Negro	Marrón claro*	Verde marino*
Olor	Fétido	Semi-inodoro	Semi-inodoro
pH	6.4	7.2	6.8
T	27.3°C	25.1°C	28.2°C

\* Tras una hora de interrumpir la recirculación o el burbujeo de oxígeno, se formaban 2 fases en el sistema, donde se identificaba que el color de los bio-reactores era por la coloración del lodo producido y la otra fase era acuosa y semi-incolora.

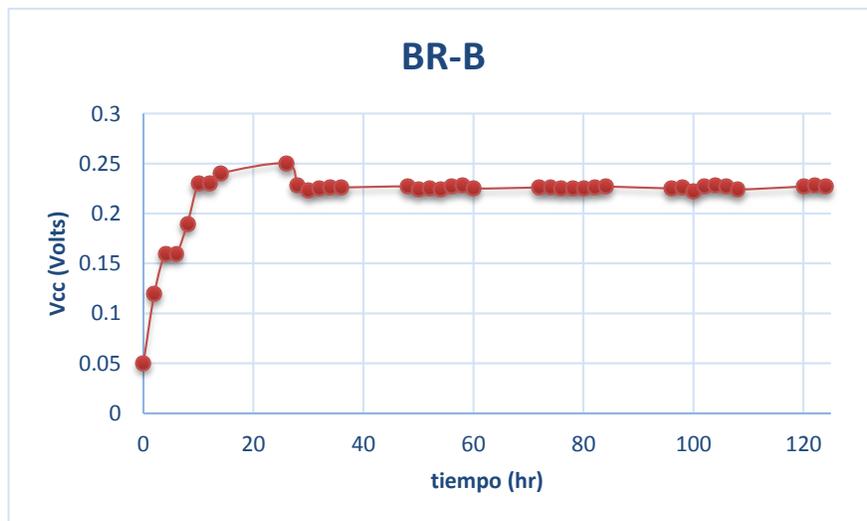
#### 3.2.2. Operación CCM-I y caracterización electroquímica (Etapa II)

Tras operar el sistema aeróbico se tomaron los siguientes datos de voltaje a circuito cerrado con respecto al tiempo que se muestran en la (Grafica 1):



**Gráfica No. 1** Variación de Voltaje durante la operación del sistema BR-A/celda

A su vez, el sistema anaeróbico registro los resultados que se muestran en la (Grafica 2) mostrando una mayor producción en la generación eléctrica al comparar sus valores de voltaje a circuito cerrado con los del sistema aeróbico.



**Gráfica No. 2** Variación de Voltaje durante la operación del sistema BR-B/celda.

El desempeño de cada una de las celdas (Grafica 1 y 2) se presenta debido a los diferentes sistemas con los que se trabajan la primer siendo un sistema aerobio se produce una gran cantidad de metano con respecto a los electrones que se liberan, mientras que un sistema anaerobio ocurre lo contrario se produce una mayor cantidad de electrones en comparación con el metano producido en el mismo sistema.

A continuación, se muestran los parámetros seleccionados para el sistema anaeróbico que condujo al mayor productor de energía trabajando con la CCM-I (Tabla No. 9).

**Tabla No. 9** Comparativo de parámetros máximos de los bio-reactores trabajando con CCM-I

Parámetro	BR-A	BR-B
R(ext)	1000 Ω	1000 Ω
V <sub>ca</sub> (máx.)	0.245 V	0.312 V
V <sub>cc</sub> (máx.)	0.115 V	0.25 V
t (descarga)	80 h	+ 120 h

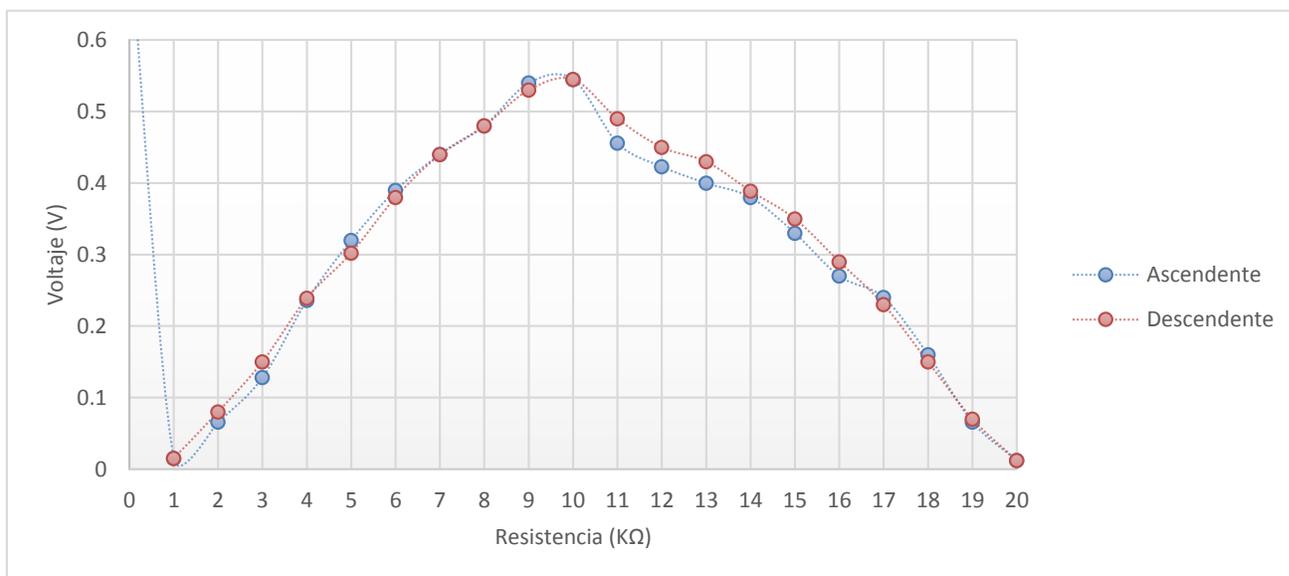
El potencial a sistema abierto siempre será mayor debido a la inexistencia de una resistencia en el sistema exterior, pero es necesario cerrar el sistema con una resistencia exterior para permitir el flujo de electrones a través del sistema.

### 3.2.3. Diseño y fabricación de la CCM-II (Etapa II)

En esta etapa se realizó la mejora de un sistema de vidrio de dos cámaras, a un sistema más eficiente de acrílico de una sola cámara con aeración natural, dado que se elimina la resistencia del agua en la zona del cátodo para la formación de agua en la zona exterior, lo cual también hizo más evidente la formación de gotas de rocío de agua iónica que confirmaban el funcionamiento adecuado del sistema, el nuevo sistema también garantizó el trabajo bajo condiciones anaerobias al ser un sistema bridado y no con tapas, con lo anterior y el manejo de goma de silicón para eliminar la presencia de fugas, resulto un sistema con la capacidad de mejorar cerca de un 80% la eficiencia del sistema, esto se sostiene al comparar el punto (3.2.2) y el (3.2.5) cuyo cambio fue el tipo de celda, esperado al ser un sistema más controlado.

### 3.2.4. Obtención de la curva de polarización (Etapa III)

A continuación, se muestran los resultados de la variación de la resistencia externa para determinar la curva de polarización y así la resistencia adecuada de operación del sistema, que según la ley Jacobi es proporcional a la suma de todas las resistencias internas del sistema (Electrolito, MIP, grafito, placas de acero, conexiones) necesarios para el funcionamiento de un equipo que genera una FEM

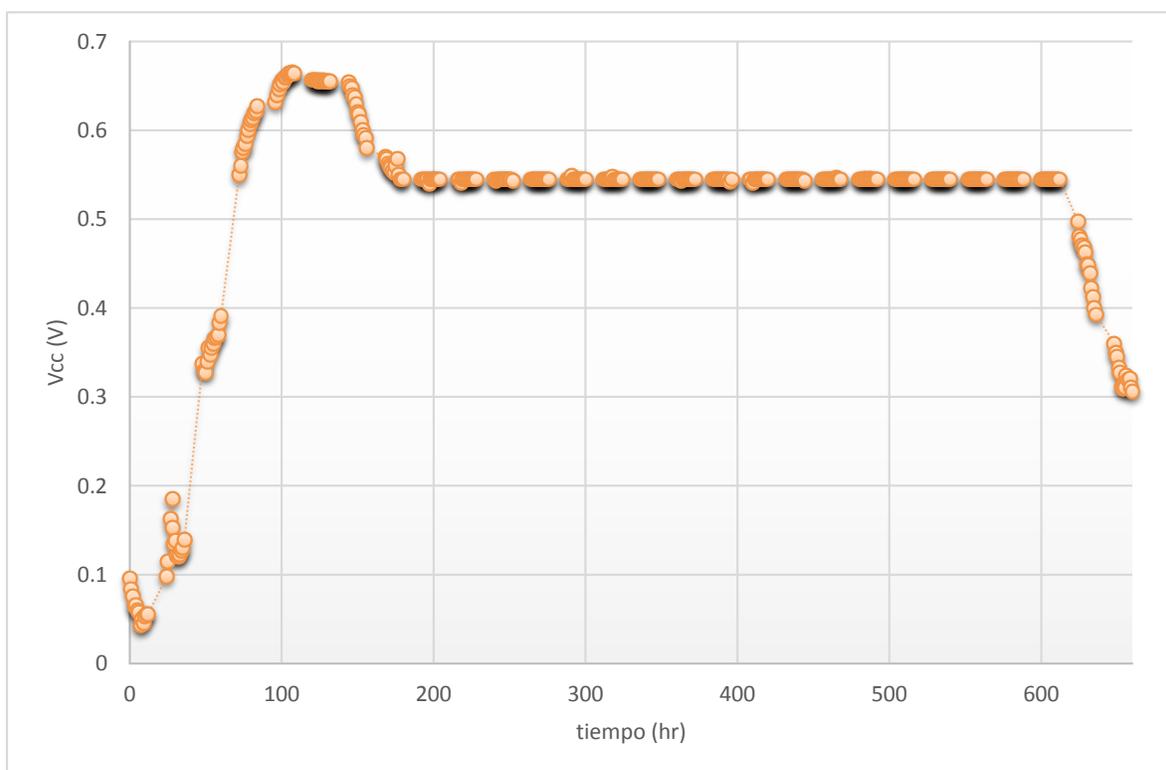


**Gráfica No. 3**

Con lo anterior (Gráfica No. 3) se identifica que la resistencia de operación estaba próxima a los  $9.98 \text{ K}\Omega$  para un voltaje máximo próximo a los  $0.6 \text{ V}$  de manera estable, con lo cual es posible conocer una de las características más importantes del sistema, la resistencia total interna.

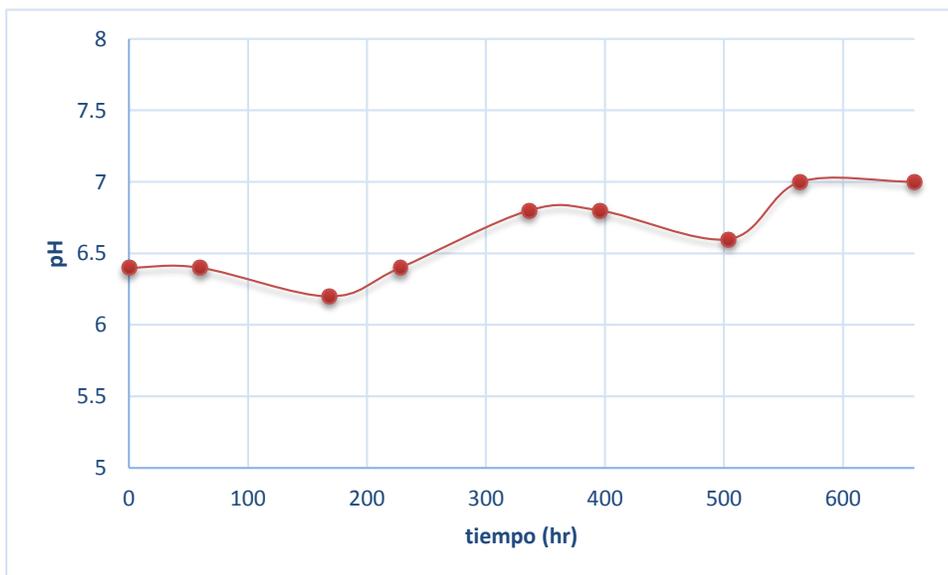
### 3.2.5. Operación y caracterización eléctrica y biológica (Etapa III)

Del seguimiento de las actividades indicadas en esta actividad se obtuvieron los siguientes resultados:



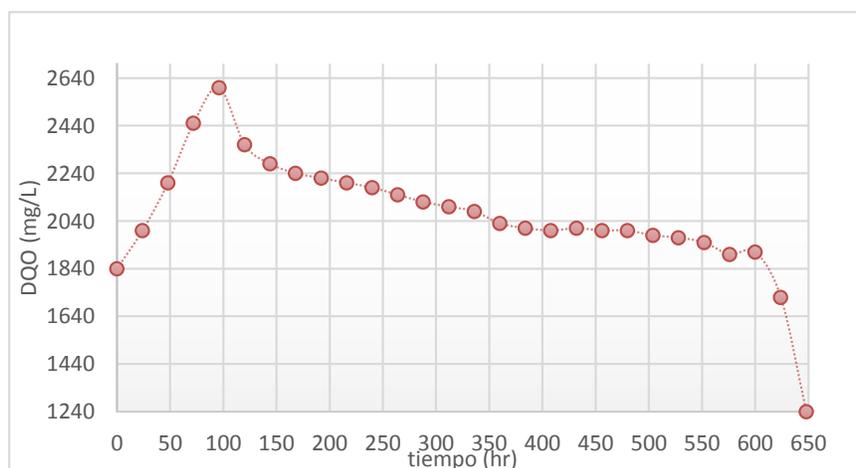
**Gráfica No. 4** Desempeño del voltaje a circuito cerrado de la CCM-II en función del tiempo.

En la Gráfica 4 se observa el comportamiento de la evolución de voltaje durante el tiempo de operación de la celda, la cual se optó por mantener en funcionamiento hasta tener lecturas de una tendencia a la descarga del sistema como se ve a partir de las 600h de operación continua. Como puede observarse, en las primeras 90 horas las celdas presentan un periodo de adaptación, reproducción y desempeño, posteriormente el sistema tiende a estabilizarse a las 280 horas, así hasta agotar su alimentación a las 620 horas y comenzar a reducir su actividad.



**Gráfica No. 5** Variación de pH en el reactor durante la operación.

Como se puede observar en la Gráfica 5 la variación de pH en el sistema siempre se encontró en los rangos que la normativa recomienda para la determinación de DQO (de 5 a 8), lo cual muestra que los bio-reactores funcionando en condiciones cercanas a la neutralidad (7), esto es debido a la paulatina desaparición de los ácidos orgánicos y formación de sales, indicando la correcta operación del sistema.



**Gráfica No. 6** Descontaminación del sistema en función del tiempo de disminución del parámetro de DQO.

Es evidente como se observa en la Gráfica 6 que el sistema tuvo una elevación inicial del valor DQO característico del trabajo con microorganismos debido a la degradación de cadenas largas de moléculas orgánicas, generando mayor cantidad de grupos funcionales a contabilizar, lo cual va de la mano a la alta actividad voltaica de la Gráfica (4), la esperada en el trabajo con microorganismos, posterior a este fenómeno la tendencia se muestra en disminución discreta hasta un punto crítico donde decae casi al 50% de su periodo de estabilidad debido al agotamiento de la materia orgánica disponible y periodo de actividad de las baterías.

En la Tabla No. 10 se muestran los cálculos electroquímicos, y para garantizar repetitividad en los resultados se tomó en cuenta únicamente el periodo de mayor estabilidad del sistema donde el voltaje a circuito cerrado se encontraba en 0.545 V, trabajando un área efectiva anódica de 55 mm y un volumen de celda de electrolito de 150 ml.

**Tabla No. 10** Características de funcionamiento de la CCM-II

Parámetro	Magnitud
$R_{EXT}$	9.98 K $\Omega$
$V_{CA}$	0.620 V
$V_{CC}$	0.545 V
$I_{CC}$	0.0546 mA
$P_{CC}$	0.0297 mW
$I_A$	0.0229 A/ m <sup>2</sup>
$P_A$	0.0125 W/ m <sup>2</sup>
$I_V$	0.3648 A/ m <sup>3</sup>
$P_V$	0.1988 W/ m <sup>3</sup>
%DQO	52.30 %

### 3.3. Conclusiones:

#### Operación del sistema aeróbico y anaeróbico **(Etapa I)**

- El sistema aeróbico resulta menos eficiente debido al hecho de realizar una aeración permanente, además requiere de un mayor periodo de adaptación debido a la generación de nuevas bacterias adaptadas al sistema aeróbico y posiblemente a la necesidad de realizar un proceso adicional de activación del sistema.
- El sistema anaeróbico reportó mayor rendimiento para la generación eléctrica hasta en un 100% mayor al aeróbico, debido a los mecanismos de consumo de las bacterias anaeróbicas, adicional a esto se observa como el periodo de adaptación de sistema fue mucho menor y sin utilizar sistemas adicionales de aeración. También se obtiene mayor clarificación, debido a la descontaminación de la materia orgánica.

#### Operación CCM-I y caracterización electroquímica **(Etapa II)**

- Es evidente que el sistema trabajo mejor en condiciones anaeróbicas en esta actividad, debido a que las bacterias anaeróbicas una vez que generan sus colonias en la superficie del ánodo trabajan de manera natural como trabajarían en los sistemas de tratamiento de agua metanogénicos urbanos dando la oportunidad al sistema de trabajar en cualquier proceso de tratamiento de aguas a escala industrial.

#### Diseño y fabricación de la CCM-II **(Etapa II)**

- Existen muchas características que requieren ser definidas desde un comienzo de la etapa de diseño, donde existen muchas opciones según los resultados buscados, así como nuestras percepciones estéticas, pero es necesario tener especial cuidado en los siguientes puntos:
  - Dimensionamiento (los volúmenes a utilizar)
  - La distancia entre ánodo y cátodo con el propósito de disminuir la resistencia del electrolito
  - Maximización del área de contacto del ánodo
  - Minimización de burbujas en la membrana MIP ya que esto puede provocar volverse en aislante
  - Garantizar el contacto del cátodo con el aire del ambiente (especifico)

- Eliminar cualquier fuga con conexiones bridadas y silicón
- Adaptar puntos de alimentación y purga de acuerdo a las necesidades del diseño

### Obtención de la curva de polarización (**Etapa III**)

- Para obtener una curva de polarización definida y confiable es necesario que el sistema trabaje de forma estable, de lo contrario no se tendrá un valor constante para ninguna resistencia externa aplicada, es posible obtener la curva después de las 200 horas de operación o cuando el sistema ya esté trabajando de manera constante siempre y cuando no cambien las condiciones de operación, bajo estas condiciones se determinó la resistencia total de sistema mono-cámara ( $9.9K\Omega$ ) y la resistencia externa específica para general el máximo de potencia posible (0.6V).

### Operación y caracterización eléctrica y biológica CCM-II (**Etapa III**)

- El sistema se adaptó para la generación eléctrica que se buscaba recuperar, pero se requiere lograr la estabilización de los microorganismos antes de cerrar el circuito, lo cual es necesario para la puesta en marcha del equipo (siendo despreciable dicho tiempo con la adición de mezcla fresca), el prototipo funciona de manera adecuada sin el cambio de alimentación de (3.452 L) por 600 horas permitiéndonos establecer un primer parámetro de diseño para generar equipos de mayor escala.
- El sistema propuesto opera con un 10% más de eficiencia comparándolo con resultados reportados en la bibliografía por otros investigadores, y el principal punto a favor es que resulta un sistema con el potencial de implementarse con facilidad a las plantas de tratamiento de agua (recirculación) o para la implementación en proyectos en donde se suministre electricidad de corriente directa al hogar o que auto-suministre, esto es retroalimente parte de la energía que requiere el propio sistema de tratamiento de aguas residuales.
- Las celdas comienzan a consolidarse como una tecnología aplicable de manera práctica y rentable, pero aun sin ser la alternativa que sustituya el uso de combustibles fósiles, sin embargo, ya es utilizada en algunos países como Japón, Alemania y Estados Unidos, así como también contribuyendo en investigaciones

más exactas para lograr tener el mayor beneficio de estos dispositivos y a su vez lograr un menor impacto al medio ambiente.

Finalmente esperamos que este trabajo motive el acercamiento a investigaciones que generen muchas oportunidades de mejora e innovación en el campo de la electroquímica para las siguientes generaciones de ingenieros químicos industriales de la ESQIE.

**Bibliografía:**

- Becerra, E. (2000). *Procesos Biológicos Aplicados al Tratamiento de Agua Residual*. La Habana, Cuba.
- Buitron, G. y. (2011). *Redalyc*. Recuperado el Septiembre de 2016, de [www.redalyc.org/articulo.oa?id=43219047001](http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=43219047001)
- Castillo, F. y. (2005). *Biotecnología Ambiental*. España: Tebar.
- Castra, N. J. (2014). Diseño y Simulación de un Proceso de Tratamiento de Aguas Residuales Domesticas para la Generación Simultanea de Energía Eléctrica Mediante Celdas de Combustible Microbianas. *Licenciatura*. Colombia: USBC.
- Cervantes, C. (2011). Biodegradación de Aguas Residuales y Producción de Electricidad en una Celda de Combustible Microbiana. *Maestría*. Ciudad de México: UNAM.
- Chang, R., & Williams, C. (2002). *Quimica*. Colombia: Mc Graw-Hill.
- Domínguez. (2010). *Diseño y Caracterización de un Banco de Prueba Solar-Hidrógeno-Pila de Combustible*. Ciudad de México: (Licenciatura) ESIQIE.
- Domínguez, J. A. (2009). Disminución de la Capacidad de Intercambio Catiónico en una Pila de Combustible Microbiana y su Relación con su Densidad de Potencia. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 527-535.
- Falcón, A. y. (2009). Bioelectricidad. *Biotecnología*, 62-78.
- G. Hepler, L. (2005). *Principios de Química*. Barcelona: Reverté.
- Gammon, E. (2007). Química General. En S. D. Darrell D. Ebbing, *Química General* (págs. 770,771,773). Mexico D.F.: Cengage Learning Editores S.A. de C.V.
- Hoyos, B. y. (2007). Ánodos de Pt-Ru y Pt-Ir Para Celdas de Combustible Alimentadas con Metano Propano directo. *Información Tecnológica*, 41-46.
- Huang, Y. Z. (2010). Performance of Microbial Fuel Cells with and without Nafion Solution as Cathode Binding Agent. *Bioelectrochemistry*, 261-264.
- Li, J. L. (2010). Electricity generation by two types of microbial fuel cell using nitrobenzene as the anordic or cathodic reactans. *Bioresource Technology*, 4013-4020.

- Li, W. W. (2011). Recent advances in the separators for the microbial fuel cells. *Bioresource Technology*, 244-252.
- Liu, H. L. (2004). Electricity generation using an aircathode single chamber microbial fuel cell in the presence and absence of the proton exchange membrane. *Environmental Science Technology*, 40-46.
- Lopez, L. (2013). Implementación de una estrategia de control para la puesta en marcha de una celda de combustible microbiana. UNAM. Ciudad de México: Maestría.
- Lovley, D. R. (2008). The microbe electric: Conversion of organic matter to electricity. *Current Opinion in Biotechnology*, 564-571.
- Mantell, C. L. (2003). *Ingeniería Electroquímica*. España: Reverté.
- Poggi, H. C. (2014). Environmental biotechnology and Engineering. Ciudad de México: CINVESTAV.
- Rabaey, K. B. (2005). Microbial phenazine production enhances electron transfer in biofuel cells. *Environmental Science and Technology*, 3401-3408.
- Ramirez, N. A. (2009). Espectroscopia de impedancia electroquímica, herramienta eficaz para el diagnóstico rápido microbiológico. *Biotecnología Aplicada*, 65-71.
- Revelo, D. M., & Hurtado, N. H. (2013). *Scielo*. Recuperado el Septiembre de 2016, de scielo: [www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-07642013000600004&script=sci\\_arttext](http://www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-07642013000600004&script=sci_arttext)
- Ríos E., S. O. (2010). Energías Renovables Biológicas-Hidrógeno-Pilas de Combustible-II. Ciudad de México: CINVESTAV.
- Solorza, O. R. (2010). Celdas de Combustible. Canadá.
- Thomas, E., Philip, R., & Warren, H. (2006). Química Física. Mexico D.F.: Pearson Educación.
- Valenzuela, E. (2006). Estudio de la interface electrodo/electrolito de una celda de combustible tipo PEM mediante espectroscopia de impedancia. *Doctorado*. Ciudad de México: UNAM.
- Vazquez, A. (2009). *Incremento de la producción de energía eléctrica mediante la modificación de una celda de combustible microbiana*. Ciudad de México: CINVESTAV.

Vazquez, A. (2014). Bioelectricity production from municipal leachate in a microbial fuel cell-effect of two cathodic catalysts. *Elsevier*, 45-51.

**Glosario:**

**Shewanella putrefaciens**: Se encuentra ampliamente distribuido en numerosas áreas geográficas de climas templados, principalmente asociado con ambientes húmedos (agua salada, dulce y residual). Pero también está presente en reservas energéticas naturales (petróleo y gas), productos lácteos, carne y muestras humanas.

**Clostridium butyricum**: Es un microorganismo anaerobio en forma de bastoncito prolongado. Es agente de la fermentación butírica. Licúa la gelatina formando espuma en la superficie. Desempeña importante papel en la putrefacción de los tejidos vegetales cuyas membranas celulares destruye. Tiene unas dimensiones de 3 a 10 micromilímetros.

**Rhodoferrax ferrireducens**: Es un microorganismo, el cual reduce el Fe (III), que se encuentra en el subsuelo, desempeña un papel importante en los ciclos de carbono y de metal en el subsuelo. También tiene la capacidad única de convertir los azúcares a la electricidad, la oxidación de los azúcares a dióxido de carbono con la transferencia de electrones cuantitativa al grafito electrodos en pilas de combustible microbianas.

**Geobacter sulfurreducens**: Es una  $\delta$ -Proteobacteria mesófila que forma parte de la biota de suelos y sedimentos anaerobios y acopla la oxidación de distintos compuestos orgánicos a la reducción de iones metálicos como Fe (III).

**Geobacter metallireducens**: Son bacterias anaeróbicas que tienen capacidades que las hacen útiles en biorremediación. Fueron los primeros organismos que se encontraron con la capacidad de oxidar compuestos orgánicos y metales (incluyendo hierro, metales radioactivos y compuestos derivados del petróleo) en compuestos benignos para el medioambiente.

**Escherichia coli**: Es la bacteria anaerobia facultativa comensal más abundante de la flora intestinal; así mismo, es uno de los organismos patógenos más relevantes en el hombre, tanto en la producción de infecciones gastrointestinales como de otros sistemas.

**Shewanella oneidensis**: Es una bacteria que puede reducir los metales pesados tóxicos y puede vivir en cualquier tipo de ambiente, con o sin oxígeno. Esta proteobacteria fue aislada por primera vez en el lago Oneida, Nueva York en 1988, de donde deriva su nombre.

**Bacillus**: es un género de bacterias en forma de bastón y Gram positiva. Pertenece a la División Firmicutes. Son aerobios estrictos o anaerobios facultativos. En condiciones estresantes forman una endospora de situación central, que no deforma la estructura de la célula a diferencia de las endoesporas clostridiales.

**B. thermoglucosidasius:** Produce ATP por la respiración aeróbica si el oxígeno está presente, pero capaz de cambiar a la fermentación o la respiración anaerobia si el oxígeno está ausente.

**Bacillus subtilis:** Es una bacteria Gram positiva, Catalasa-positiva, aerobio comúnmente encontrada en el suelo. Miembro del Género *Bacillus*, *B. subtilis* tiene la habilidad para formar una resistente endospora protectora, permitiéndole tolerar condiciones ambientalmente extremas.

**Abreviaturas:**

CCM.: Celda de Combustible Microbiana

DQO.: Determinación Química de Oxígeno

MIP.: Membrana Intercambiadora de Protones

h: horas

$V_{CA}$ : Voltaje a Circuito Abierto

$V_{CC}$ : Voltaje a Circuito Cerrado

$I_{CC}$ : Intensidad a Circuito Cerrado

$P_{CC}$ : Potencia a Circuito Cerrado

Anexo A:

**NMX-AA-030/1SCFI-2012  
“Aguas Residuales-Muestreo”**



**NORMA MEXICANA**

**NMX-AA-030/1-SCFI-2012**

**ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DE LA DEMANDA  
QUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS NATURALES,  
RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.- MÉTODO DE  
PRUEBA - PARTE 1 - MÉTODO DE REFLUJO ABIERTO -  
(CANCELA A LA NMX-AA-030-SCFI-2001).**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF THE CHEMICAL  
OXYGEN DEMAND, IN NATURAL WATERS, WASTEWATERS  
AND TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD - PART 1 -  
OPENED REFLUX METHOD**



NMX-AA-030/1-SCFI-2012

### PREFACIO

En la elaboración de la presente norma mexicana, participaron las siguientes empresas e instituciones:

- ANÁLISIS DE AGUA, S.A. DE C.V.
- ARVA, LABORATORIO DE ANÁLISIS INDUSTRIALES, S.A. DE C.V.
- ATLATEC, S.A. DE C.V.
- CENICA
- CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- CIATEC, A. C.
- COMISIÓN DEL AGUA DEL ESTADO DE MÉXICO
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA.
- CONTROL QUÍMICO NOVAMANN INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- ECCACTV, S. A. DE C. V.
- ENTIDAD MEXICANA DE ACREDITACIÓN, A.C.
- EVALUACIÓN Y ANÁLISIS AMBIENTAL, S. A. DE C. V.
- FASIQ INTERNACIONAL, S.A. DE C.V.
- GRUPO ECOTEC, S.A. DE C.V.
- HACH COMPANY
- INDEX-LAB
- INSTITUTO DE ESTUDIOS SUPERIORES DE TAMAULIPAS, A.C.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012

Centro de Investigación y Tecnología en Saneamiento Ambiental  
(CITSA)

- INSTITUTO MEXICANO DE TECNOLOGÍA DEL AGUA
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO
- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
- LABORATORIO DE CALIDAD QUÍMICA VERACRUZANA, S.C.
- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO DE SERVICIOS CLÍNICOS Y ANÁLISIS TOXICOLÓGICOS S.A. DE C.V.
- LABORATORIO FERMI, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.
- LABORATORIO SERVICIOS AMBIENTALES
- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE C.V.
- MERCURY LAB, S.A. DE C.V.
- MÓNICA OROZCO MÁRQUEZ
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO CANGREJERA
- PEMEX PETROQUÍMICA COMPLEJO PETROQUÍMICO MORELOS
- PERKIN ELMER DE MEXICO, S.A.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- PROYECTOS Y ESTUDIOS SOBRE CONTAMINACIÓN INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE AGUA Y DRENAJE DE MONTERREY, I.P.D.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012

Laboratorio Central de Calidad de Aguas

- SISTEMA DE AGUAS DE LA CIUDAD DE MÉXICO DEL GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA,
  - UNIDAD IZTAPALAPA
  - División de Ciencias Biológicas y de la Salud,
  - Ciencia y Tecnología Ambiental,
  - Depto. Biotecnología
  
  - UNIDAD AZCAPOTZALCO
  - División de Ciencias Básicas e Ingeniería
  - Depto. de Ciencias Básicas,
  - Área de Química
- UNIVERSIDAD DEL NORESTE, A.C.  
UNELAB - Centro multidisciplinario de servicios ambientales y de alimentos
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
Facultad de Química  
Instituto de Biología  
Instituto de Ingeniería



NMX-AA-030/1-SCFI-2012

## ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo	Página
0 INTRODUCCIÓN	1
1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN	2
2 REFERENCIAS	3
3 DEFINICIONES	3
4 FUNDAMENTO	3
5 REACTIVOS	4
6 EQUIPOS Y MATERIALES	7
7 MUESTRAS Y MUESTREO	8
8 CONTROL DE CALIDAD	9
9 PROCEDIMIENTO	9
10 CÁLCULOS	10
11 INTERFERENCIAS	10
12 INFORME DE PRUEBA	11
13 MANEJO DE RESIDUOS	11
14 VIGENCIA	11
15 BIBLIOGRAFÍA	11
16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES	12



## NORMA MEXICANA

NMX-AA-030/1-SCFI-2012

### **ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.- MÉTODO DE PRUEBA - PARTE 1 - MÉTODO DE REFLUJO ABIERTO - (CANCELA A LA NMX-AA-030-SCFI-2001).**

WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF THE CHEMICAL OXYGEN DEMAND, IN NATURAL WATERS, WASTEWATERS AND TREATED WASTEWATERS - TEST METHOD - PART 1 - OPENED REFLUX METHOD

#### **0 INTRODUCCIÓN**

La demanda química de oxígeno (DQO) del agua, medida a través de este método del dicromato, puede ser considerada como una medida aproximada de la demanda teórica de oxígeno, por ejemplo: la cantidad de oxígeno consumida en la oxidación química total de constituyentes orgánicos a productos inorgánicos finales. El grado en el cual los resultados de prueba se aproximan al valor teórico depende principalmente de qué tan completa es la oxidación. Un gran número de compuestos orgánicos se oxidan en una proporción de 90 % a 100 %. Para aguas en las que estos compuestos predominan, tales como las descargas municipales, el valor de DQO es una medida realista de la demanda de oxígeno teórica. Para otro tipo de aguas, que contienen grandes cantidades de ciertas sustancias difíciles de oxidar, bajo las condiciones de prueba (capítulo 9), el valor de DQO es una medida pobre de la demanda de oxígeno teórica. Éste puede ser el caso de algunas descargas industriales.

---



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
2/13

Por consiguiente, la importancia del valor de DQO dependerá de la composición del agua estudiada. Esto deberá tenerse en cuenta a la hora de evaluar resultados obtenidos por el método especificado en la presente norma mexicana.

La norma mexicana NMX-AA-030/1-SCFI-2012 es una de dos partes.

## **1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN**

Esta norma especifica un método para la medición de la demanda química de oxígeno (DQO) del agua. Es aplicable a muestras de aguas naturales crudas no salinas (epicontinentales, subterráneas y pluviales), aguas residuales crudas municipales e industriales y aguas residuales tratadas municipales e industriales mediante método de refluo abierto. Es de aplicación nacional.

Es aplicable para muestras con valores de DQO hasta 700 mg/L. El contenido de cloruro no debe exceder los 1 000 mg/L. Una muestra de agua que cumpla con estas condiciones se analiza directamente.

Si el valor de DQO excede los 700 mg/L, diluir según aplique.

Bajo las condiciones de reacción dadas, los compuestos orgánicos pueden ser oxidados extensamente. Algunos compuestos con elementos estructurales específicos, por ejemplo, núcleo de piridina, compuestos nitrogenados cuaternarios, no se incluyen en esta consideración. Las sustancias hidrófobas volátiles pueden evaporarse y así escapar a la oxidación. Los compuestos inorgánicos que sufren oxidación bajo las condiciones de reacción son, por ejemplo:

- Iones bromuro, iones yoduro;
- algunos compuestos sulfurados;
- iones nitrito, y
- algunos compuestos metálicos.

Por otra parte, ciertos compuestos pueden reaccionar como agentes oxidantes bajo las condiciones de reacción. Estas circunstancias deberán tomarse en cuenta, dependiendo del uso de los resultados de prueba.

En el caso de interferencias, particularmente debido a cloruros, ver inciso 11.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
3/13

## 2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma mexicana se deben consultar las siguientes normas vigentes:

- NMX-AA-089/1- SCFI-2010 Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 3 de marzo de 2011.
- NMX-AA-089/2-1992 Protección al ambiente - calidad del agua - vocabulario - parte 2. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 24 de marzo de 1992.
- NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

## 3 DEFINICIONES

Para los propósitos de esta norma mexicana, aplican los términos y definiciones contenidos en las normas mexicanas NMX-AA-089/1-SCFI-2010 y la NMX-AA-089/2-1992 vigentes y se establece la siguiente definición:

### 3.1 Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La concentración de la masa de oxígeno equivalente a la cantidad de dicromato consumida por la materia disuelta y suspendida cuando una muestra de agua se trata con este oxidante bajo condiciones definidas.

## 4 FUNDAMENTO

Reflujo en presencia de sulfato de mercurio (II) de una porción de prueba con una cantidad conocida de dicromato de potasio y catalizador de plata en ácido sulfúrico concentrado en un período fijo, durante el cual parte del dicromato es



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
4/13

reducido por el material oxidable presente. Titulación del remanente del dicromato con sulfato ferroso amoniacal. Cálculo del valor de la DQO a partir de la cantidad de dicromato reducido.

1 mol de dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) equivale a 1,5 moles de oxígeno ( $\text{O}_2$ ).

Si la porción de prueba contiene más de 1 000 mg/L de cloruros, debe ser aplicado un procedimiento modificado.<sup>1</sup>

## 5 REACTIVOS

El presente método involucra el manejo y ebullición de disoluciones concentradas de ácido sulfúrico y dicromato. Es necesario utilizar prendas protectoras, guantes, y protección total de cara. En el caso de derrame, el remedio más efectivo y simple es lavarse inmediatamente con volúmenes abundantes de agua limpia.

La adición de ácido sulfúrico concentrado al agua debe siempre llevarse a cabo con cuidado y con suaves giros del contenido del matraz.

Mientras se lleva a cabo la preparación y el manejo de las disoluciones que contienen sulfato de plata y sulfato mercuríco se requiere de cuidado, ya que son sustancias tóxicas.

Los reactivos usados contienen mercurio, plata y sales de cromo. Para su desecho, los reactivos usados deberán tratarse de acuerdo con las disposiciones de las regulaciones nacionales.

Durante el análisis, usar solamente reactivos grado reactivo analítico, materiales de referencia certificados, cuando aplique; y agua destilada.

**NOTA 1:** La calidad del agua es de suma importancia para la precisión de los resultados. Verificar la calidad del agua mediante corridas de blancos en pruebas paralelas similares, una sin ningún tipo de ebullición y otra con ebullición (siguiendo el procedimiento establecido). Registrar el consumo de disolución de sulfato ferroso amoniacal en ambos casos (véase 5.4). Una diferencia de más de 0,5 mL indica mala calidad del agua. Para la medición de valores

<sup>1</sup> Para muestras que exceden 1 000 mg/L de contenido de cloruro, existen procedimientos modificados que están siendo estudiados actualmente por el ISO/TC 147/SC 2.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
5/13

de DQO debajo de 100 mg/L, la diferencia no deberá exceder 0,2 mL. La calidad del agua destilada puede ser mejorada volviendo a destilarla a partir de una disolución acidificada de dicromato de potasio o de permanganato de potasio, usando equipo de destilación completamente de vidrio.

**5.1** Disolución de ácido sulfúrico,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 4 \text{ mol/L}$ .

Agregar a aproximadamente 500 mL de agua, 220 mL de ácido sulfúrico ( $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$ ) en porciones y con precaución. Dejar enfriar y diluir a 1 000 mL.

**5.2** Disolución de sulfato de plata - ácido sulfúrico

Agregar 10 g de sulfato de plata ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ) a 35 mL de agua. Agregar en porciones 965 mL de ácido sulfúrico ( $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$ ). Dejar 1 ó 2 días para su disolución. Se facilita la solubilización mediante agitación.

**5.3** Dicromato de potasio, disolución material de referencia

**5.3.1** Dicromato de potasio (alta concentración), disolución material de referencia, certificado (cuando aplique),  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,040 \text{ mol/L}$ .

Agregar, con precaución, 100 mL de ácido sulfúrico ( $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$ ). Dejar enfriar y agregar 11,768 g de dicromato de potasio, secado a  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  por 2 h y disolver. Transferir la disolución a un matraz volumétrico y diluir a 1 000 mL.

La disolución es estable, al menos, durante 12 meses.

**5.3.2** Dicromato de potasio (baja concentración), disolución material de referencia, certificado (cuando aplique),  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,0040 \text{ mol/L}$ .

Agregar, con precaución, 100 mL de ácido sulfúrico ( $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$ ). Dejar enfriar y agregar 1,1768 g de dicromato de potasio, secado a  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  por 2 h y disolver. Transferir la disolución a un matraz volumétrico y diluir a 1 000 mL.

La disolución es estable, al menos, durante 12 meses.

**5.4** Sulfato ferroso amoniacal (FAS), disolución valorada.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
6/13

**5.4.1** Sulfato ferroso amoniacal (FAS), (concentración alta), disolución valorada,  $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0,12 \text{ mol/L}$ .

Disolver 47 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado en agua.

Agregar 20 mL de ácido sulfúrico ( $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$ ). Enfriar y diluir con agua a 1000 mL.

**5.4.2** Sulfato ferroso amoniacal (FAS), (concentración baja), disolución valorada,  $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0,012 \text{ mol/L}$ .

Disolver 4,7 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado en agua.

Agregar 20 mL de ácido sulfúrico ( $\rho = 1,84 \text{ g/mL}$ ). Enfriar y diluir con agua a 1000 mL.

Estas disoluciones (5.4.1 y 5.4.2) deberán ser valoradas previamente a su uso, de la siguiente manera:

Diluir 10,0 mL de disolución de dicromato de potasio (véase 5.3.1 ó 5.3.2)  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,040 \text{ mol/L}$  ó  $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,0040 \text{ mol/L}$  (véase Nota 2) con aproximadamente 100 mL de ácido sulfúrico 4 mol/L (véase 5.1). Titular la disolución con el sulfato ferroso amoniacal (véase 5.4.1 ó 5.4.2) para ser valorada usando 2 ó 3 gotas de ferroína (véase 5.6) como indicador.

**NOTA 2:** En la preparación de este reactivo para la valoración del Sulfato ferroso amoniacal,  $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (FAS) debe emplearse una sal de dicromato de potasio con una pureza igual o superior al 99,95 %; o bien un material de referencia certificado.

La concentración de cantidad de sustancia ( $c$ ), expresada en moles por litro, del sulfato ferroso amoniacal está dada por la siguiente expresión:

$$c_{(\text{FAS})} = \frac{v_{(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} \cdot c_{(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)} \cdot 6}{V_{(\text{FAS})}}$$

Donde:

$c_{(\text{FAS})}$  concentración del sulfato ferroso amoniacal en mol/L;

$V_{(\text{FAS})}$  volumen de la disolución de sulfato ferroso amoniacal consumido en mL;



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
7/13

- $c(K_2Cr_2O_7)$  concentración de cantidad de sustancia de dicromato de potasio en mol/L;
- $V(K_2Cr_2O_7)$  volumen de la disolución de dicromato de potasio, 10,0 mL, y
- 6 factor de equivalencia: 1 mol de dicromato es equivalente a 6 moles de FAS.
- 5.5 Hidrogenofteralato de potasio (bifalato de potasio), disolución de material de referencia,  $c(KC_8H_5O_4) = 0,002\ 1\ \text{mol/L}$ .

Pesar y disolver 0,425 g de hidrogenofteralato de potasio, secado a  $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ , en agua y diluir a 1 000 mL.

La disolución tiene un valor teórico de  $\gamma(\text{DQO})$  de 500 mg/L.

Esta disolución es estable durante, al menos, seis meses si se almacena a  $4\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$  aproximadamente. Descartar si se observa cristalización o turbidez.

#### 5.6 Ferroín, disolución indicadora.

Disolver 0,7 g de sulfato de fierro heptahidratado (II) ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ó 1 g de sulfato ferroso amoniacal hexahidratado,  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  en agua. Agregar 1,50 g de 1,10-fenantrolina monohidratada ( $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) y agitar hasta su disolución. Diluir a 100 mL.

Esta disolución es estable por varios meses si se almacena protegida de la luz. Está disponible comercialmente.

#### 5.7 Sulfato de mercurio (II) ( $\text{HgSO}_4$ ).

## 6 EQUIPOS Y MATERIALES

6.1 Aparato de reflujo, consistente en un matraz de reacción de (250 ó 500) mL con boca de vidrio esmerilado conectado a un condensador de manera que no tenga pérdidas significativas de material volátil.

El condensador puede ser enfriado con agua fría o por una corriente de aire frío.



Lavar el aparato nuevo corriendo un blanco como se describe en 9.2. Lavar el aparato que se ha usado para mediciones de DQO, mediante enjuague con agua destilada, después de cada titulación. No se debe usar detergente.

- 6.2** Mantilla (mantas) de calentamiento, placa o parrilla u otro dispositivo de calentamiento, capaz de llevar a la muestra a su punto de ebullición dentro de un periodo de 10 min. Asegurar que el dispositivo trabaje sin causar sobrecalentamiento local a las disoluciones que estén siendo calentadas.
- 6.3** Bureta clase A con capacidad de 10 mL.
- 6.4** Materiales auxiliares de ebullición. Perlas de ebullición, de diámetro de 2 mm a 3 mm, u otros materiales auxiliares de ebullición, lavados con agua destilada. No se debe usar detergente.

**NOTA 3:** El material de vidrio deberá estar escrupulosamente limpio y protegido del polvo. Deberá estar destinado exclusivamente para pruebas de DQO.

## **7 MUESTRAS Y MUESTREO**

- 7.1** Las muestras de laboratorio podrán ser muestreadas en recipientes (botellas) de vidrio o polietileno. Analizar las muestras tan pronto como sea posible.
- 7.2** Si las muestras tienen que ser almacenadas previamente a su análisis, añadir la cantidad necesaria de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  c(4 mol/L) (véase 5.1) para llegar a  $\text{pH} \leq 2$  (utilizar tiras de papel indicador de pH). Refrigerar a  $4 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ , la muestra así preservada es apta para su análisis por 30 días. Si va a medir DQO disuelto, filtrar la muestra por 0,7 micras, antes de acidificar.
- 7.3** Antes de tomar una porción de prueba para análisis, agitar las botellas almacenadas que contengan las muestras y asegurar que estén bien homogeneizadas.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
9/13

## 8 CONTROL DE CALIDAD

- 8.1** Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad formal, que cumpla con lo establecido en la norma NMX-AA-115-SCFI-2001, vigente.

## 9 PROCEDIMIENTO

### 9.1 Medición

- 9.1.1** Transferir 10 mL de la muestra (diluir si se requiere) al matraz de reacción (véase 6.1), añadir aproximadamente 0,4 g de sulfato de mercurio (II) (véase 5.7) y añadir 5 mL de la disolución de dicromato de potasio (véase 5.3.1 ó 5.3.2). Agregar perlas de ebullición (véase 6.4) a la porción de prueba (siempre 10 mL) y mezclar bien. Analizar un blanco de prueba.

- 9.1.2** Lentamente añadir 15 mL de la mezcla sulfato de plata-ácido sulfúrico (véase 5.2) e inmediatamente después insertar el matraz al condensador.

- 9.1.3** Llevar la mezcla de reacción a ebullición dentro de un periodo de 10 min y continuar en ebullición por otros 110 min  $\pm$  5 min.

- 9.1.4** Dejar enfriar el matraz y enjuagar el condensador con una pequeña cantidad de agua. Separar el condensador y diluir la mezcla de reacción a aproximadamente 75 mL y dejar enfriar a temperatura ambiente.

- 9.1.5** Titular el exceso de dicromato de potasio con sulfato ferroso amoniacal (véase 5.4.1 ó 5.4.2) adicionando 1 ó 2 gotas de ferroín (véase 5.6) como indicador.

**NOTA 4:** La mezcla de reacción tiene que hervir ligeramente sin ningún tipo de evaporación súbita. El burbujeo por evaporación súbita indica sobrecalentamiento local en la disolución, que puede conducir a resultados erróneos. La evaporación súbita puede ser causada por calentamiento intenso o por perlas de ebullición ineficientes.

**NOTA 5:** Aunque la cantidad de ferroína añadida no es crítica, debe mantenerse constante tanto como sea posible. Considérese como punto final el primer cambio sostenido de color de azul-verde a



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
10/13

café rojizo, aún y cuando el color azul-verde pueda reaparecer después de algunos minutos.

## 10 CÁLCULOS

### 10.1 Cálculos

La demanda química de oxígeno, DQO, expresada como concentración de masa (mg/L), está dada por la siguiente ecuación:

$$\gamma(DQO) = \frac{(V_{FAS_2} - V_{FAS_1}) \cdot C_{FAS} \cdot M_O \cdot v_O}{V_m}$$

$$M_O \cdot v_O = 8\,000 \text{ mg/mol}$$

Donde:

$\gamma(DQO)$	concentración de masa de DQO, expresado en mg/L;
$C_{FAS}$	concentración de cantidad de sustancia de sulfato ferroso amoniacal utilizada en la medición, expresada en mol/L;
$V_{FAS_1}$	volumen del sulfato ferroso amoniacal (FAS) usado en la porción de prueba, expresado en mL;
$V_{FAS_2}$	volumen del sulfato ferroso amoniacal (FAS) usado en la titulación contra el blanco de prueba, expresado en mL;
$V_m$	volumen de la porción de prueba, expresado en mL;
$M_O$	masa molar de un átomo de oxígeno, expresada en mg/mol, y
$v_O$	número estequiométrico = 0,5.

**10.2** Al otorgar valor al resultado se redondea a la unidad de miligramo por litro más cercana al resultado.

## 11 INTERFERENCIAS

**11.1** La interferencia a partir de cloruros puede ser disminuida -pero no totalmente eliminada- mediante la adición de sulfato de mercurio (II). Esto liga los iones cloruro como un complejo soluble



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
11/13

de cloromercurato (II). Cuando el contenido de cloruro supera los 1 000 mg/L, debe ser aplicado un procedimiento modificado.

- 11.2** Los hidrocarburos aromáticos y la piridina son oxidados en una proporción muy pequeña. Algunas sustancias orgánicas muy volátiles pueden escapar a la oxidación debido a evaporación. Los compuestos alifáticos de cadena lineal se oxidan de manera efectiva por la mezcla sulfato de plata-ácido sulfúrico (5.2).

## **12 INFORME DE PRUEBA**

En el informe de prueba se otorgará referencia a esta norma, y contendrá los siguientes datos:

- a) Identificación precisa de la muestra;
- b) los resultados de DQO en mg/L, y
- c) cualquier desviación de este método de prueba y los detalles de todas las circunstancias que puedan haber influido en el resultado.

## **13 MANEJO DE RESIDUOS**

Cada laboratorio debe contemplar, dentro de su programa de control de calidad, el destino final de los residuos generados durante la medición.

## **14 VIGENCIA**

El presente proyecto de norma mexicana, una vez que concluya su período de consulta pública, entrará en vigor 60 días naturales después de la publicación de su declaratoria de vigencia en el Diario Oficial de la Federación.

## **15 BIBLIOGRAFÍA**

- Ley Federal de Derechos en Materia de Agua, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de diciembre de 1981. Última reforma publicada en el DOF el 12 de abril de 2012.

- NOM-008-SCFI-2002 Sistema General de Unidades de Medida. Publicada en el Diario Oficial de la Federación el 27 de noviembre de 2002.



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
12/13

- NMX-AA-003-1980 Aguas residuales- Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.
- NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores.- Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.
- NMX-AA-073-SCFI-2001 Análisis de agua - Determinación de cloruros totales en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de prueba. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 13 de agosto de 2001.
- NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.
- NMX-Z-013/1-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de las normas mexicanas. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 31 de octubre de 1977.
- Chemical Oxygen Demand of Polluted and Waste. London, Her Majesty's Stationery Office, 1978.

## 16 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma coincide básicamente con la norma internacional ISO 6060:1989.- Water Quality - Determination of the chemical oxygen demand, y difiere en los siguientes puntos:

0 Introducción que derivó de una parte del Objetivo de la misma norma ISO; lo anterior, dado que esta norma ISO no cuenta con este capítulo; 8 Control de Calidad, 12 Informe de prueba, 14 Bibliografía y 15 Concordancia con normas internacionales, ya que dichos capítulos no están contemplados por la norma ISO, de acuerdo a la NMX-Z-013/1-1977 Guía para la redacción, estructuración y presentación de normas oficiales mexicanas. En 5.3 y 5.4 se incluye la



NMX-AA-030/1-SCFI-2012  
13/13

preparación de reactivos de baja concentración debido a que se incluyó en el cuerpo de la norma la medición de DQO por el método de baja concentración.

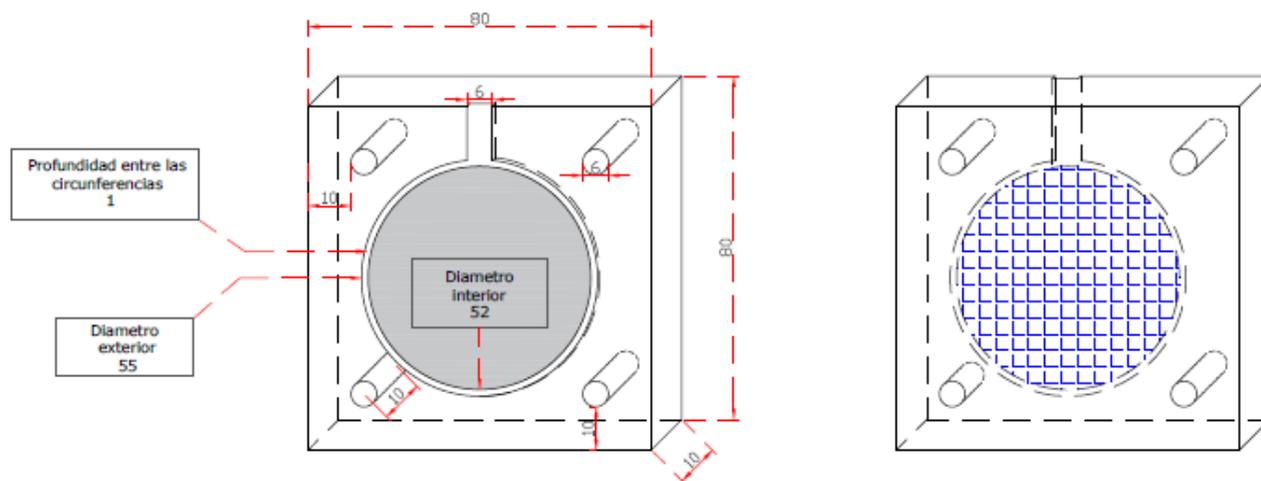
En el capítulo de referencias se sustituyeron por normas mexicanas las normas ISO, para cumplir con las recomendaciones de la NMX-Z-13/1-1977.

México, D.F., a  
El Director General, **LIC. ALBERTO ULISES ESTEBAN MARINA**. Rubrica.

Anexo B:

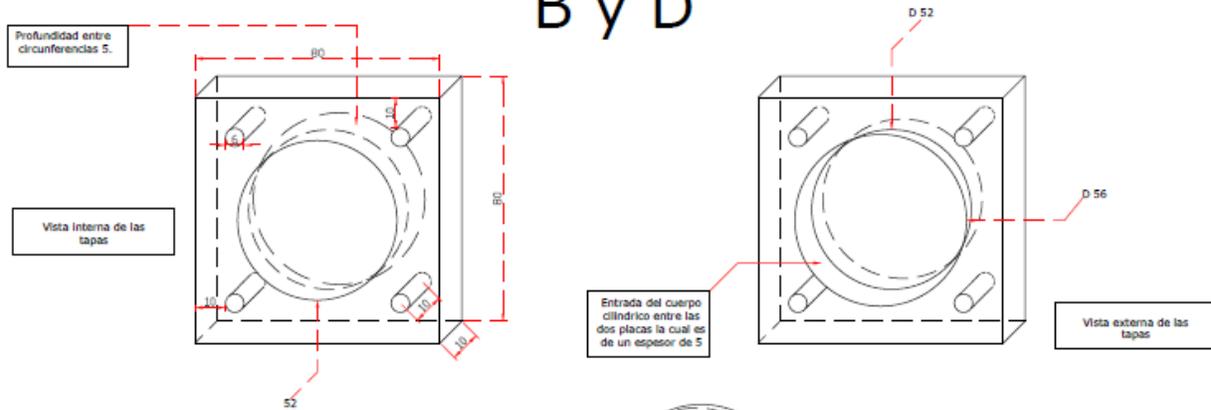
PLANOS DE LA CELDA DE COMBUSTIBLE MICROBIANA.

# Conexión "A"

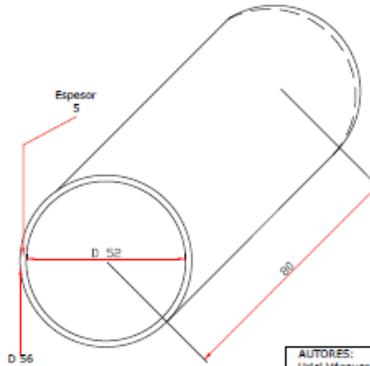


AUTORES: Uriel Vázquez Cid Hugo Enrique Vázquez Padilla		ESCALA: mm
Proyecto: Celda de Combustible Microbiana		
Tapa Anodica		
Fecha:	Vistas Exteriores e Interiores	

## Conexión "B y D"

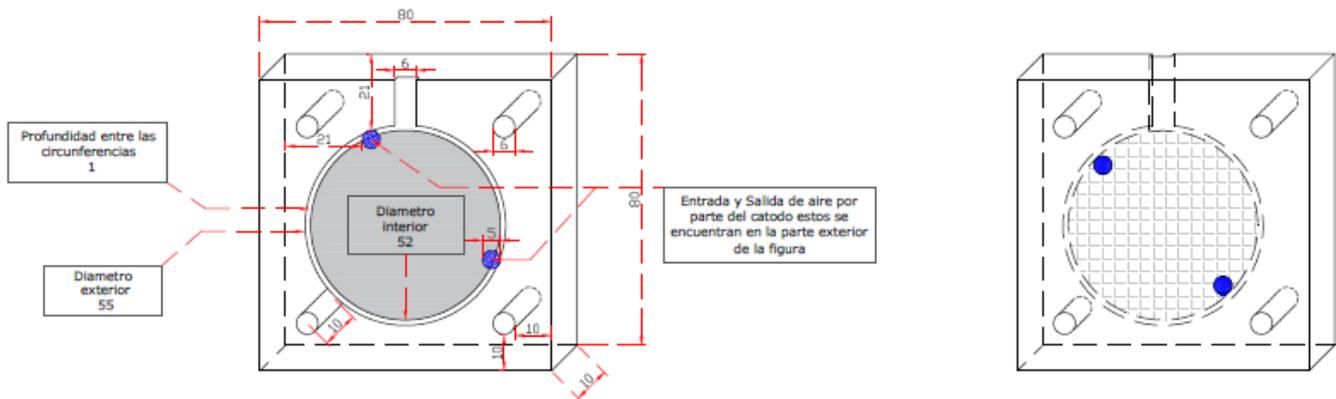


## Conexión "C"



AUTORES: Uriel Vázquez Cid Hugo Enrique Vázquez Padilla		ESCALA: mm
Proyecto: Celda de Combustible Microbiana		
Cuerpo cilíndrico y Tapas del cuerpo cilíndrico		
Fecha:	Vistas Exteriores e Interiores	

# Conexión "E"



AUTORES: Uriel Vázquez Cid Hugo Enrique Vázquez Padilla		ESCALA: mm
Proyecto: Celda de Combustible Microbiana		
Tapa Catodica		
Fecha:	Vistas Exteriores e Interiores	