



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

PRODUCCIÓN DE ELECTRICIDAD EN SISTEMAS DE HUMEDALES ARTIFICIALES
ASISTIDOS ELECTROQUÍMICAMENTE: FLUJO CONTINUO *VERSUS* FLUJO
INTERMITENTE

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN INGENIERÍA

PRESENTA:
I. Q. OSCAR HUGO MIRANDA MÉNDEZ

TUTOR PRINCIPAL
DRA. MARÍA DEL CARMEN DURÁN DOMÍNGUEZ DE BAZÚA. FACULTAD DE QUÍMICA

COMITÉ TUTORAL
DRA. MARÍA DEL CARMEN DURÁN DOMÍNGUEZ DE BAZÚA. FACULTAD DE QUÍMICA
DRA. GABRIELA ELEONORA MOELLER CHÁVEZ, FACULTAD DE INGENIERÍA
DR. PEDRO ROQUERO TEJEDA, FACULTAD DE QUÍMICA

MÉXICO, D. F. JULIO 2017

JURADO ASIGNADO:

Presidente: Dr. Francisco Javier Garfias Vásquez
Secretario: Dr. Pedro Roquero Tejeda
Vocal: Dra. Gabriela Eleonora Moeller Chávez
1er. Suplente: Dra. María Guadalupe Salinas Juárez
2do. Suplente: Dra. María del Carmen Durán Domínguez

Lugar o lugares donde se realizó la tesis: Conjunto E de la Facultad de Química, UNAM

TUTORA DE TESIS:

Dra. María del Carmen Durán Domínguez

FIRMA

DECLARATORIA

Declaro conocer el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, plasmado en la Legislación Universitaria. Con base en las definiciones de integridad y honestidad ahí especificadas, aseguro mediante mi firma al alcance que el presente trabajo es original y enteramente de mi autoría. Todas las citas de, o referencia a, las obras de otros autores aparecen debida y adecuadamente señaladas, así como acreditadas mediante los recursos editoriales convencionales.

I. Q. OSCAR HUGO MIRANDA MÉNDEZ

RECONOCIMIENTOS

Los reactivos y materiales empleados en esta investigación fueron parcialmente financiados por los proyectos del Programa de Apoyo a Proyectos para la Innovación y Mejoramiento de la Enseñanza, PAPIIME, “Apoyo a la enseñanza experimental de los laboratorios terminales de las carreras que se imparten en la Facultad de Química de la UNAM”, “Apoyo a la enseñanza experimental de las asignaturas terminales de las carreras que se imparten en la Facultad de Química de la UNAM” y “Desarrollo de material didáctico para las asignaturas Ingeniería Ambiental y estancia académica de la carrera de Ingeniería Química con base en estudios de caso” Claves EN103704, PE101709 y PE100514, respectivamente, de la Dirección General de Asuntos del Personal Académico de la UNAM, DGAPA, y del Programa de Apoyo a la Investigación y el Posgrado de la Facultad de Química de la UNAM, PAIP, Clave 50009067.

También se agradece al Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería de la UNAM por su valioso apoyo en especie de algunos materiales y de equipo de cómputo académico a través del Subcomité Académico por Campo del Conocimiento de Ingeniería Ambiental.

Finalmente, se agradece el apoyo para la estancia de investigación realizada al Lycée d'Enseignement Général Technologique et Professionnel Agricole d'ALBI-FONLABOUR en el Departamento del Tarn, en Francia y la participación en el **XXIV International Symposium on Bioelectrochemistry and Bioenergetics** en Lyon en los meses de junio y julio de 2017. Estos fondos fueron proporcionados por el Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería de la UNAM a través de los apoyos que brinda el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología a los posgrados inscritos en el Programa Nacional de Posgrados de Calidad, PNPC.

A G R A D E C I M I E N T O S

A Dios primeramente por darme la vida, dotarme de habilidades y capacidades para estudiar y seguir adelante en los proyectos que emprendo, sin Él nada de lo que hago tendría sentido ni propósito pues es el motor de mi vida

A mi esposa, Jazmín Déciga que me dio su apoyo incondicional para que pudiera emprender esta travesía llamada maestría, que desde el inicio me motivó para ingresar y en el transcurso de la maestría siempre me brindó su amor, paciencia y todo su apoyo para que pudiera terminar. Además, quiero darle gracias por darme la dicha de ser padre de un hermoso hijo que ahora se vuelve pieza clave en todos mis proyectos. Gracias Isaac Miranda por estar en mi vida y motivarme a superarme y ser mejor cada día.

A mis Padres, Víctor Miranda y Josefina Méndez y mi hermano y su familia por apoyarme e impulsarme a alcanzar todas mis metas y motivarme a mantener siempre una actitud de lucha y superación; gracias por apoyarme en todas las áreas de mi vida y siempre estar conmigo cuando más los necesito.

A mi comité tutorial y al jurado de esta tesis por darme sus valiosas asesorías, la Dra. María del Carmen Durán Domínguez por brindarme todo su apoyo para que pudiera iniciar, desarrollar y concluir este proyecto de investigación y sobre todo motivarme a ser responsable en todas mis tareas. A la Dra. Lupita Salinas por su extraordinaria asesoría y seguimiento de mi tesis, sin ella hubiera sido más complicado desarrollar la tesis. Al Dr. Pedro Roquero por sus valiosos comentarios. A la Dra. Gabriela Moeller y el Dr. Francisco Javier Garfias por su colaboración y aporte de mejoras en la tesis.

A mis compañeros de laboratorio, Raúl y Citlaly que, desde el principio, nos mantuvimos juntos para salir adelante en todas las asignaturas y así poder concluir con excelencia en cada una de ellas, además de permitirme conocer grandes personas en ellos.

A los compañeros y el personal de laboratorio de los LIQyQA que me permitieron tener momentos muy agradables y hacer más amena la parte experimental.

A la UNAM que me ha permitido alcanzar mis sueños profesionales y brindarme su cobijo para mi desarrollo.

CONTENIDO

RESUMEN.....	14
ABSTRACT.....	15
CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	16
1.1. PROBLEMÁTICA.....	16
1.1.1. Sector energético eléctrico.....	16
1.1.2. Electricidad y sus fuentes.....	17
1.1.3. Saneamiento de aguas residuales en zonas rurales.....	18
1.2. TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL CON GENERACIÓN DE ELECTRICIDAD.....	19
1.3. OBJETIVO GENERAL.....	21
1.4. OBJETIVOS PARTICULARES.....	21
1.5. METAS.....	21
CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS.....	22
2.1. HUMEDALES.....	22
2.2. HUMEDALES ARTIFICIALES.....	22
2.3. CELDAS DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS.....	24
2.3.1. Aplicaciones de las celdas de combustible microbianas.....	26
2.4. HIDRÁULICA EN LOS HUMEDALES ASISTIDOS ELECTROQUÍMICAMENTE.....	26
2.4.1. Efecto de la hidráulica en los humedales.....	27
2.4.2. Efecto de la hidráulica en una celda de combustible microbiana vegetal.....	27
CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA.....	29
3.1. CONSTRUCCIÓN DE LOS REACTORES A ESCALA DE LABORATORIO.....	29
3.1.1. Configuración de los reactores.....	29
3.1.2. Diseño experimental.....	32
3.2. SISTEMAS DE OPERACIÓN DE LOS REACTORES.....	33
3.2.1 Cálculos hidráulicos.....	35
3.3. AGUA RESIDUAL SINTÉTICA.....	35
3.4. MÉTODOS ANALÍTICOS.....	36
3.4.1 Concentración de materia orgánica medida como la demanda química de oxígeno (DQO _{total}), concentración de N-amoniaco, nitratos, nitritos y sulfatos.....	36
3.4.2. Caracterización del electrolito.....	36
3.4.3. Medición del voltaje, corriente, potencia.....	37
CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	39
4.1 SEGUIMIENTO DE LA VITALIDAD DE LA PLANTA.....	40
4.2 CARACTERIZACIÓN DEL ELECTROLITO.....	43

4.2.1 Temperatura.....	43
4.2.2 Valores de pH.....	44
4.2.3 Conductividad eléctrica.....	46
4.3 CONDICIONES DEL REACTOR.....	47
4.3.1 Potencial de óxido-reducción (pOR).....	47
4.3.2 Oxígeno disuelto.....	49
4.4 PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AGUA.....	50
4.4.1 Materia orgánica medida como DQO _{Total}	50
4.4.2 Concentración de nitrógeno amoniacal, nitratos, nitritos y sulfatos	52
4.5 PARÁMETROS ELÉCTRICOS	57
4.6 CURVAS DE POLARIZACIÓN	61
4.7 RELACIÓN REMOCIÓN-PRODUCCIÓN DE ELECTRICIDAD	65
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	68
5.1. CONCLUSIONES.....	68
5.2. RECOMENDACIONES	69
BIBLIOGRAFÍA	71
ANEXOS	78
ANEXO A	78
ANEXO A.1	79
Determinación de la demanda química de oxígeno (APHA-AWWA-WPCF. 2002; DOF. 2001).....	79
Determinación de nitrógeno de nitratos (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 1986)	82
Determinación de nitrógeno de nitritos (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 2006).	85
Determinación de sulfatos (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF. 2014).....	89
Determinación de nitrógeno amoniacal (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF. 2001)	93
ANEXO A.2	95
Preparación del agua residual sintética (Modificado de Orduña-Bustamante, 2012; Salinas-Juárez, 2016).....	95
Caracterización del material de empaque (LIQ-FQ-UNAM, 2015).....	96
ANEXO B	97
Seguimiento de la planta	98
Datos promedio de temperatura.....	99
Datos promedio de pH.....	99
Datos promedio de potencial óxido-reducción.....	99
Datos promedio de conductividad eléctrica	100
Datos de remoción de materia orgánica medida como DQO	100

Datos de densidad de potencia	100
Datos de remoción de especies de nitrógeno.....	101
Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCP.....	102
Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCT	103
Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCB	104
Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLP.....	105
Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLT.....	106
Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLB	107
ANEXO C	108
Seguimiento de la planta	109
Comparación de muestras de temperatura entre reactores	109
Comparación de muestras de temperatura por etapas en RCP.....	110
Comparación de pH de reactores en las etapas experimentales	110
Comparación de pH de RCP en las etapas experimentales	110
Comparación de pOR de los reactores en las etapas experimentales.....	111
Comparación de pOR de RCP en las etapas experimentales.....	111
Comparación de la conductividad eléctrica en los reactores durante las etapas experimentales.....	112
Comparación de la conductividad eléctrica de RCP y RLP en las etapas experimentales.....	112
Comparación de remoción de materia orgánica en reactores en las etapas experimentales.....	113
Comparación de remoción de materia orgánica de RCT en las etapas experimentales	114
Comparación de remoción de nitrógeno total de RCT en las etapas experimentales	115
Comparación de densidad de potencia de los reactores en las etapas experimentales	115
Comparación de densidad de potencia de RCP en las etapas experimentales	116
ANEXO D	117
Disposición controlada de los desechos de esta investigación.....	117
Referencias de Anexos	118
Índice de Tablas y Figuras de Anexos	119

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura No.	Título	Página
Figura 1-1.	Estructura de la producción de la electricidad en México (SENER, 2015b)	17
Figura 2-1	Principio de operación de una CCM (Modificado de Logan <i>et al.</i> 2006)	24
Figura 3-1	Esquema del HA-CCM	30
Figura 3-2	Sistema de reactores 1 y 2	33
Figura 4-1	Reactores continuos	38
Figura 4-2	Reactores por lotes	38
Figura 4-3	Crecimiento de las plantas en las etapas de experimentación	40
Figura 4-4	Altura en mm de plantas en las etapas de experimentación	41
Figura 4-5	Crecimiento del número de hojas en las etapas de experimentación	41
Figura 4-6	Valores de temperatura en los diferentes reactores	43
Figura 4-7	Valores de pH en los diferentes reactores	44
Figura 4-8	Valores de conductividad eléctrica en las etapas de experimentación	46
Figura 4-9	Valores de pOR en las etapas de experimentación	47
Figura 4-10	Remoción de materia orgánica en los reactores sin planta	51
Figura 4-11	Remoción de materia orgánica en los reactores con planta	51
Figura 4-12	Concentración de NH_4^+ en reactores continuos en las etapas experimentales	52
Figura 4-13	Concentración de NH_4^+ en reactores por lotes en las etapas experimentales	53
Figura 4-14	Concentración de NO_3^- en reactores continuos en las etapas experimentales	53
Figura 4-15	Concentración de NO_3^- en reactores por lotes en las etapas experimentales	54
Figura 4-16	Valores de densidad de potencia en los reactores	58
Figura 4-17	Densidad de potencia de reactores con planta	58
Figura 4-18	Curvas de polarización en las diferentes etapas experimentales de RCP	60
Figura 4-19	Curvas de potencia en las diferentes etapas experimentales de RCP	61
Figura 4-20	Curva de densidad de potencia, RCP	62
Figura 4-21	Curva densidad de potencia RLP	62
Figura 4-22	Comparación de curvas de polarización de reactores RCP, RCT y RCB en 5600 ohm	63

Figura 4-23	Comparación de curvas de polarización de reactores RLP, RLT y RLB en 5600 ohm	64
Figura 4-24	Relación producción de electricidad-remoción de materia orgánica en reactores continuos	64
Figura 4-25	Relación producción de electricidad-remoción de materia orgánica	65

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla No.	Título	Página
Tabla 3-1	Configuración de los reactores y los factores de análisis	31
Tabla 3.2	Etapas de la experimentación	32
Tabla 4.1	Grupos homogéneos de pH en las etapas experimentales	44
Tabla 4.2	Promedios de pH en los reactores en las etapas de experimentación	45
Tabla 4.3	Remoción de materia orgánica en los reactores	49
Tabla 4.4	Concentración promedio de NO ₂ ⁻ en las etapas experimentales (mg/L)	54
Tabla 4.5	Concentración promedio de SO ₄ ²⁻ en las etapas experimentales (mg/L)	56
Tabla 4.6	Promedios de voltaje medidos en las etapas de experimentación	57
Tabla 4.7	Promedios de intensidad de corriente medidos en las etapas de experimentación	57
Tabla 4.8	Valores promedio de densidad de potencia eléctrica	59
Tabla 4.9	Valores promedio para curva de polarización en 5600 ohm	62

NOTAS: Esta tesis usa el punto decimal (DOF, 2009)

Los datos experimentales completos se encuentran en un disco compacto a disposición de los interesados con la tutora de esta tesis

GLOSARIO

ARS	Agua residual sintética
A_a	Área geométrica del ánodo (m^2)
a'	Ordenada al origen de la recta obtenida (Ec. A-3)
B	Ordenada al origen de la recta obtenida (Ec. A-1)
b'	Pendiente de la recta obtenida (Ec. A-3)
C	Influente en flujo continuo
“Caldo bordelés”	Medio empleado para “esterilizar” las raíces de las hidrofítas. Consiste en una solución de sulfato de cobre más hidróxido de sodio al 1% de cada uno. El tiempo de “esterilización” es de 12 horas
CCMV	Celdas de combustibles microbianas vegetales
CE	Conductividad eléctrica
D	Diámetro interno de cada reactor
DQO, DQO _{total}	Demanda química de oxígeno, demanda química de oxígeno total
H	Altura total de cada reactor
HA-CCMV	Humedal artificial utilizado como CCMV
HAFSSH	Humedal artificial de flujo subsuperficial horizontal
HAFSSH-CCMV	Humedal artificial de flujo subsuperficial horizontal utilizado como CCMV
I	Influente en flujo intermitente
I	Corriente eléctrica medida (A), corriente eléctrica medida (mA)
J	Densidad de potencia (mA/m^2)
LIQ-FQ-UNAM	Laboratorio de Ingeniería Química del Departamento de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM
LIQA y QA	Laboratorios de Ingeniería Química Ambiental y de Química Ambiental del Departamento de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM
LSD	Siglas en inglés para el test de comparaciones múltiples (<i>least significant difference</i>) de Fisher (Anexos C.3 a C.14). Permite comparar las medias de los t niveles de un factor después de haber rechazado la Hipótesis nula de igualdad de medias mediante la técnica de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, <i>analysis of variance</i>). Todos los <i>test</i> de comparaciones múltiples son <i>test</i> que tratan de perfilar, especificar y concretar una

hipótesis alternativa genérica como la de cualquiera de los *test* de andeva (<https://estadisticaorquestainstrumento.wordpress.com/2013/01/28/test-isd-least-significant-difference/>)

m	Pendiente de la recta obtenida (Ec. A-1)
N-amoniacal	Nitrógeno amoniacal
NEDA	Para el diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina (C ₁₀ H ₇ NH-CH ₂ NH ₂ ·2HCl)
OD	Oxígeno disuelto del líquido en los reactores
P	Potencia (W), potencia obtenida en la ecuación 3.1 (mW)
P _d	Densidad de potencia (mW/m ²)
Pellón	Material textil de fibras sintéticas conocido como <i>pellón</i> en México que, en inglés, se describe en el artículo de Daudet <i>al.</i> (2015), como tela no tejida, <i>non woven cloth</i>
pH	Concentración de iones hidrógeno medida en forma exponencial
pOR	Potencial de oxidación-reducción
PVC	Cloruro de polivinilo por sus siglas en inglés
RCB	Reactor continuo sin tezontle y sin planta (solamente con electrodos), blanco
RCP	Reactor continuo con planta
RCT	Reactor continuo con tezontle (sin planta)
RLB	Reactor por lotes sin tezontle y sin planta (solamente con electrodos), blanco
RLP	Reactor por lote con planta
RLT	Reactor por lotes con tezontle (sin planta)
Sustrato	Nombre que se da a los reactivos usados en las reacciones enzimáticas y/o microbiológicas (Nota: En muchas publicaciones sobre humedales ya sea naturales o artificiales tiende a llamarse al medio de soporte o sedimento <i>sustrato</i> . En esta tesis se puso en itálicas y se buscó no usar esta acepción para evitar confusiones)
T	Temperatura del líquido en los reactores
Tezontle	En México, escoria volcánica, del aztequismo <i>tetl</i> , piedra y <i>tzontli</i> , cabellos, piedra ligera como los cabellos, en náhuatl (Cabrera, 2002)
TRH, TRC	Tiempo de residencia hidráulico, tiempo de retención celular (Nota: En los años 70 del siglo XX en una reunión internacional de la <i>WaterPollution</i>

Control Federation se acordó por unanimidad diferenciar entre el tiempo que pasa el líquido en un reactor y el tiempo que pasan los sólidos en el mismo y se acordó con base en la velocidad de flujo llamar al tiempo para la fase líquida de **residencia** y al de los sólidos de **retención**)

U	Voltaje, V
UNAM	Universidad Nacional Autónoma de México
UASB	Reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente, RALLFA (por sus siglas en inglés, <i>upflow anaerobic sludge blanket reactors, UASB-R</i>)
V	Voltaje medido (V)
V_T	Volumen de trabajo (“total”) de cada reactor
x	Absorbancia (Ec. A-1)
x'	Concentración de N-NO ₂ (Ec. A-2)
y	DQO, mg O ₂ /L (Ec. A-1)
y'	Absorbancia (Ec. A-2)

SÍMBOLOS GRIEGOS Y OTROS

$\alpha(\lambda)$	Absorbancia del ion sulfato a la longitud de onda λ (Ec. A-3)
λ	Longitud de onda (Ec. A-3)
μ	Absorbancia corregida para determinar la concentración de nitrógeno de los nitratos
π	Valor de Pi
$\gamma(\text{SO}_4^{2-})$	Concentración de masa del ion sulfato, mg/L de SO ₄ ⁼

RESUMEN

La biomasa aprovechada en una celda de combustible es una opción como fuente de energía alternativa. Dentro de las múltiples formas en que se puede usar la biomasa están las celdas de combustible microbianas vegetales que producen electricidad *in situ* y en las que es posible aprovechar sus procesos para el tratamiento de aguas residuales simultáneamente. La acción metabólica de los microorganismos representa uno de los mecanismos principales para la remoción de contaminantes en un humedal artificial, a la vez que se puede obtener una corriente eléctrica aprovechable por medio de un sistema electroquímico. El objetivo de esta investigación fue determinar el tipo de reactor, de acuerdo con su modo de operación en flujo continuo o intermitente, que mejor desempeño presentara en la producción de electricidad y la remoción de materia orgánica. El factor variable que determinó las etapas experimentales fue el cambio de resistencia eléctrica (circuito abierto, 5600, 1000, 560 y 10 ohm) en el circuito externo. Se dio seguimiento a los parámetros eléctricos en el sistema experimental como conductividad eléctrica, voltaje en circuito abierto, corriente y potencia eléctrica considerados como variables de respuesta. Se evaluó la influencia de parámetros indicadores de la calidad del agua en la entrada y salida de los reactores: materia orgánica medida como demanda química de oxígeno, DQO, nitrógeno total, sulfatos, pH, temperatura, conductividad eléctrica y oxígeno disuelto. Los resultados obtenidos sugieren que el reactor operado en modo por lotes en las diferentes etapas experimentales permite una mayor remoción de materia orgánica (promedio 94%), mientras que el reactor operado en modo continuo con la especie vegetal tiene una densidad de potencia de 18.12 mW/m^2 , que es 1.6 veces más que la potencia producida por el reactor por lotes. La etapa de mayor generación de densidad de potencia ocurrió con la conexión de una resistencia externa de 5600 ohm en modo continuo, lo que indica una influencia del cambio de la resistencia externa, la influencia del crecimiento de la planta y la posible inadaptación de los microorganismos electrogénos al cambio de resistencias eléctricas. Por otra parte, operar en modo continuo permite obtener valores más constantes de remoción de materia orgánica y de producción de electricidad ya que operar por lotes desestabiliza los valores de parámetros eléctricos medidos al introducir el influente al sistema reduciendo el desempeño de la operación de depuración del agua lo que afectaría el posible escalamiento posterior.

Palabras clave: **Celdas de combustible microbianas vegetales, flujo continuo, flujo intermitente, agua residual, remoción de contaminantes, producción de electricidad**

ABSTRACT

The biomass used in a fuel cell is an option as an alternative energy source. Among the many ways in which biomass can be used, the plant microbial fuel cells produce electricity *in situ* from the biological activity of microorganisms and plants. Furthermore, artificial wetlands can take advantage of its own processes for simultaneously to treat wastewater and to produce electricity, implementing the plant microbial fuel cells components into it. The metabolic action of microorganisms represents one of the main mechanisms for the removal of contaminants in an artificial wetland, while an electric current can be obtained through an electrochemical system. The aim of this research was to determine which reactor, whether a continuous or intermittent flow reactor has a better performance on power generation and organic matter removal. The variable factor that determined the experimental stages was the electrical resistance value in the external circuit (open circuit, 5600, 1000, 560 and 10 ohm). Electrical parameters were followed up in the experimental system: electrical conductivity, open circuit voltage, current and electrical power; they were considered as response variables. The influence of water quality indicators at the input and output of reactors was evaluated according to: organic matter measured as chemical oxygen demand, total nitrogen, sulfates concentration, pH, temperature, electrical conductivity, and dissolved oxygen. Results indicate that reactors operating in batch mode throughout the experimental stages rendered a higher organic matter removal (average 94%), while the reactor operated in continuous mode with plant species had a power output of 18.12 mW/m², which is 1.6 times more than the power produced by the batch reactor. The highest generation stage of power density occurred during the 5600 ohm of electrical resistance connection in continuous mode, indicating an influence of the external resistance change, the influence of plant growth and the possible maladjustment of the electrogenic microorganisms to the change of electrical resistance. On the other hand, operating the reactors in a continuous mode leads to stable organic matter removals and power production. In contrast, operating in batches destabilizes the electrical parameters values measured when the reactor is emptied and filled rendering not such a good operation during scaling up

Key Words: Plant microbial fuel cells, continuous flow, intermittent flow, wastewater, pollutants removal, electricity production

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

1.1. PROBLEMÁTICA

Debido a los problemas de contaminación ambiental y calentamiento global existe la necesidad de implementar tecnologías alternativas para la producción de electricidad con el fin de minimizar la emisión de gases de efecto invernadero producidos por el uso de combustibles fósiles (André *et al.*, 2012).

1.1.1. Sector energético-eléctrico

Según la Comisión Económica para América Latina y el Caribe, CEPAL (Coviello y Altomonte, 2003), las fuentes de energía se clasifican en primarias y secundarias. Las energías primarias son las que se obtienen de la naturaleza de forma directa o después de un proceso de transformación, por ejemplo: petróleo crudo, el gas natural, la hidroenergía, la leña, el carbón mineral, los condensados, la nucleoenergía, el bagazo de caña, la geoenergía, la energía eólica, la energía solar y el biogás. Las energías secundarias conocidas también como útiles o finales son las que se obtienen mediante la transformación de las fuentes de energía primarias para la producción de energéticos en centros de transformación; las principales energías secundarias son el coque de carbón, el coque de petróleo, el gas licuado de petróleo (gas LP), las gasolinas y naftas, el queroseno, el diésel, el combustóleo, el gasóleo, el gas seco, el etano, la electricidad y los gases industriales derivados del carbón. Los energéticos secundarios van directamente al consumidor final: industria, transporte, comercio, servicios y hogares (Coviello y Altomonte, 2003). A su vez, la energía primaria se clasifica en energías renovables y no renovables. Las fuentes renovables de energía son las que provienen de procesos permanentes y naturales con posibilidades técnicas de ser explotadas económicamente. Estas fuentes de energías son inagotables a una escala humana, debido a que se regeneran por medios naturales. En México las principales fuentes renovables de energía son la hidroenergía, la geoenergía, la energía eólica, la solar y la biomasa. Las fuentes primarias de energía no renovables son las que se extraen de depósitos geológicos formados mediante biomasa y se encuentran en cantidades limitadas, las cuales no podrían sustituirse después de haberse consumido su totalidad. Entre este tipo de energías se encuentran los combustibles fósiles y los combustibles nucleares, así como los combustibles secundarios producidos a partir de un combustible fósil (SENER, 2015a).

La electricidad es una de las formas de energía más utilizadas en el mundo. Se usa en diversos sectores que influyen significativamente en el desarrollo económico de los países; por ejemplo, para satisfacer las necesidades de iluminación de los pobladores. Es esencial para el abastecimiento de alimentos, el sector de las comunicaciones, el transporte y el desarrollo industrial. En México, se utiliza un gran porcentaje de energía primaria no renovable para producir electricidad como una energía secundaria. De acuerdo con la SENER (2015a), las centrales eléctricas son los centros de transformación que mayores pérdidas energéticas tienen, debido a las fugas energéticas que sufren los equipos en estas instalaciones, al pasar de un energético primario o secundario a electricidad.

Para el año 2015, **la producción de electricidad fue de 1,117.26 PJ**. Esto representó un aumento del 2.3% con respecto al del año 2014. Las centrales eléctricas públicas aportaron 55.4%, los productores independientes el 29.4% mientras que la autogeneración de electricidad participó con 15.2% lo que representa un aumento de este último sector del 10.9% comparado con el año 2014 (SENER, 2015a).

1.1.2. Electricidad y sus fuentes

La transformación para obtener electricidad en México se hace a partir de fuentes fósiles y fuentes no fósiles. En las fuentes fósiles se encuentra el carbón, la termoeléctrica convencional, el ciclo combinado, el turbogás, la combustión interna y la dual, mientras que en las fuentes no fósiles se encuentran la hidroeléctrica, la geotermoeléctrica, la eoloeléctrica y la nuclear. La obtención de energía eléctrica en México para el año 2015 fue de 895.46 PJ, lo cual indicó un aumento del 3.12% con respecto a la registrada en el año 2014 (SENER, 2015a). Esta producción se representa en la **Figura 1-1**, de acuerdo con el tipo de fuente de energía para el año 2015.

Cada fuente de energía, fósil o no fósil, utilizada para la generación de electricidad tiene características diferentes con respecto a su origen y a su proceso para la conversión. Cada una de estas formas presenta ventajas y desventajas desde el punto de vista económico, ambiental y social. Para transformar la energía a partir de fuentes no fósiles, por ejemplo, en centrales térmicas, por cada 100 litros de agua utilizados en México, se emplean casi 5 litros, 4 de aguas superficiales y 1 del subsuelo. En el 2014, el 85% de energía eléctrica se generó en centrales térmicas y el 15% restante en hidroeléctricas (Numeragua, 2015).

Estructura de la producción de electricidad, 2015

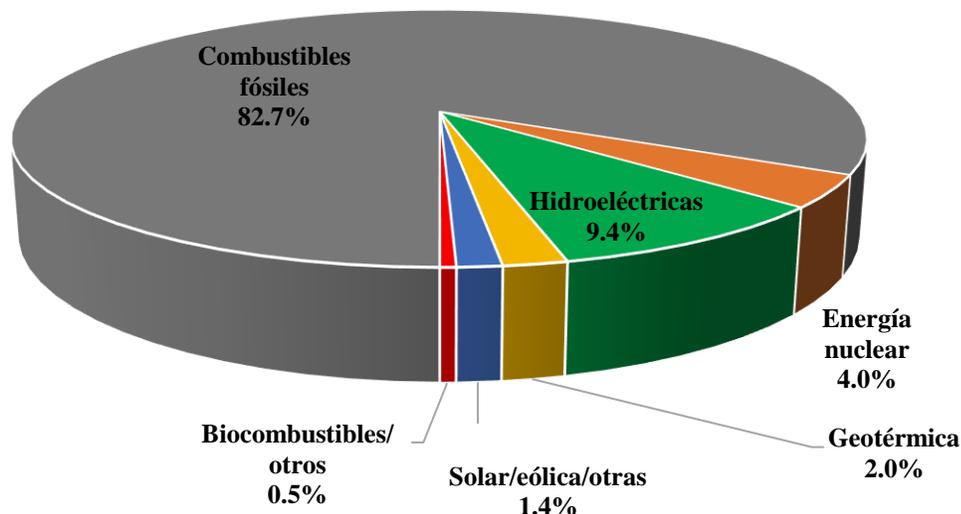


Figura 1-1. Estructura de la producción de electricidad en México (SENER, 2015b)

1.1.3. Saneamiento de aguas residuales en zonas rurales

De acuerdo con el Censo de Población y Vivienda 2010 del INEGI (2011), México contaba con una población total de 112,336,538 habitantes. De éstos 25,834,979 (23%) se asentaban en 188,593 localidades con una población de hasta 2,500 habitantes. En 2010, la cobertura promedio a nivel nacional del servicio de agua potable fue del 90.9%. La cobertura en zonas urbanas fue de 95.59% y en zonas rurales del 75.7%. En cuanto al alcantarillado, la cobertura nacional promedio fue del 89.6%. En las zonas urbanas es de 96.27% y en las zonas rurales de 67.7%, lo que significa que sólo 17.5 millones de habitantes en zonas rurales tienen este servicio: 10.43 millones de habitantes descargan a fosas sépticas (40.4% de la población rural) y 7.06 millones de habitantes (27.3%) descargan a redes de alcantarillado. De la población rural, 8.34 millones (32.3% de la población) no cuentan con servicio alguno de saneamiento (CONAGUA, 2013).

El saneamiento para la población rural considera la construcción de fosas sépticas secas o húmedas unifamiliares y/o comunales, las que en muchos casos son simples pozos llamados pozos negros y en otros son fosas sépticas formales, construidas por la población. También incluye letrinas ecológicas construidas o suministradas a través de los programas de apoyo federales, estatales y/o municipales e internacionales, programas que han sido desarrollados

en forma extensiva, pero aún insuficiente dada la magnitud del número de localidades. En el caso de las fosas húmedas, con frecuencia el efluente de estas unidades sin tratamiento posterior, escurre hacia pequeñas parcelas o zonas de infiltración natural y, en muchos casos, termina por descargar en arroyos u otros cuerpos receptores naturales donde con frecuencia da origen a diversos problemas de salud pública y malos olores, situación que requiere ser solucionada dentro de los planes de saneamiento (CONAGUA, 2013). Las poblaciones rurales que cuentan con red de alcantarillado requieren que sus aguas se recolecten y conduzcan a sistemas de tratamiento completos en comparación con el que representan las fosas sépticas. En pequeñas localidades que cuentan con red de alcantarillado la disposición que más se practica es:

- La descarga de las aguas residuales a hondonadas o accidentes topográficos naturales donde el agua se infiltra, evapora y/o escurre causando malos olores y la presencia de vectores dañinos, además de la posible contaminación a mantos acuíferos.
- La descarga a diversos cuerpos de agua naturales, donde se produce contaminación además de limitar los usos del agua y propiciar una fuente potencial de enfermedades gastrointestinales.

En México, a través del Programa para la Sostenibilidad de los Servicios de Agua Potable y Saneamiento de Comunidades Rurales (PROSSAPYS), hasta el año 2010, se construyeron 291 plantas pequeñas de tratamiento de aguas residuales que, en suma, logran una capacidad total instalada de 996.2 L/s. Sin embargo, solamente operan a la mitad de su capacidad tratando 591 L/s aguas residuales. La capacidad individual de tratamiento de estas plantas varía de 0.2 a 11 L/s (CONAGUA, 2013).

1.2. TRATAMIENTO DE AGUA RESIDUAL CON GENERACIÓN DE ELECTRICIDAD

La biomasa aprovechada en una celda de combustible es una opción como fuente de energía alternativa. Dentro de las múltiples formas en que se puede usar la biomasa están las celdas de combustible microbianas vegetales (en adelante, CCMV) que producen electricidad *in situ* y en las que es posible aprovechar sus procesos bioquímicos para el tratamiento de aguas residuales simultáneamente. Por otro lado, la acción metabólica de los microorganismos representa uno de los mecanismos principales para la remoción de

contaminantes en un humedal artificial, a la vez que se puede obtener una corriente eléctrica aprovechable por medio de un sistema electroquímico (Salinas-Juárez, 2016).

Diseñando a la celda de combustible microbiana vegetal como un humedal artificial es posible tener producción de electricidad y tratamiento de agua residual en el mismo sistema biológico y, de esta forma, se constituye un humedal artificial asistido electroquímicamente. Se ha demostrado que en una CCMV la electricidad puede ser producida a partir de la materia orgánica proveniente de especies vegetales, sin embargo, esta tecnología está en desarrollo y requiere un mayor estudio para que su implementación sea sostenible (Helder *et al.*, 2013).

El panorama mostrado en los párrafos anteriores, con respecto a la situación de saneamiento en pequeñas comunidades rurales y las fuentes no renovables para la producción de electricidad, motiva el planteamiento del presente proyecto de tesis en el que se busca hacer más eficiente un sistema de tratamiento de aguas residuales por medio del cual, además de tratar el agua residual de una población, se produzca electricidad. Este proyecto consiste en el estudio de humedales artificiales para el tratamiento de aguas residuales a escala de laboratorio, en los que se instalan los componentes principales de una celda electroquímica. Por medio de esta tecnología se ha logrado producir potencia eléctrica y tratar agua residual en sistemas a escala de laboratorio (Erazo-Cortés, 2015; Salinas-Juárez, 2016). La estimación de la potencia eléctrica que se podría producir con estos sistemas considerando los resultados obtenidos, muestra que estos dispositivos prometen una solución alternativa para comunidades en los que el suministro eléctrico representa un costo muy alto (Salinas-Juárez, 2016).

Para el desarrollo de esta innovadora tecnología se requiere la evaluación de las variables que intervienen en el proceso con el fin de determinar las mejores condiciones de operación para alcanzar una mayor producción eléctrica en ese proceso. Entre esas variables se encuentra la influencia del modo de operación en los reactores, es decir, empleando un flujo continuo o intermitente. Dado que los microorganismos son un componente fundamental en estos sistemas, el modo de operación de los reactores, influirá de manera determinante en el desarrollo de comunidades microbianas en los reactores. Además de la necesidad de colonias microbianas estables, fuertes y saludables, los procesos de transporte en el interior de los reactores, originados por el modo de operación son otro aspecto determinante en el funcionamiento del reactor como celda electroquímica.

1.3. OBJETIVO GENERAL

Determinar el tipo de reactor de acuerdo con su modo de operación, en flujo continuo o intermitente, que mejor desempeño presente en la producción de electricidad y la remoción de materia orgánica.

1.4. OBJETIVOS PARTICULARES

- a) Plantear la configuración del sistema de reactores experimentales.
- b) Evaluar los parámetros de producción eléctrica bajo diferentes condiciones de tipo de flujo de operación y de resistencia eléctrica externa.
- c) Evaluar los parámetros indicadores de calidad del agua en la entrada y salida de los reactores bajo diferentes condiciones de operación.
- d) Evaluar los fenómenos biológicos de nitrificación y desnitrificación en el interior de los reactores y su influencia en la generación de electricidad.

1.5. METAS

- Construcción del sistema experimental a escala de laboratorio utilizando la especie vegetal *Typha latifolia*. Como agua residual de alimentación se utilizará agua sintética.
- Evaluación del desempeño de dos sistemas experimentales en la producción de electricidad. La diferencia entre los sistemas experimentales consiste en el tipo de reactor: continuo y por lotes.
- Evaluación del desempeño de los sistemas experimentales en la depuración de agua residual por medio de la medición de la materia orgánica medida como DQO_{total} , nitrógeno en sus formas NH_4^+ , NO_3^- , NO_2^- y concentración de sulfatos.

CAPÍTULO 2. FUNDAMENTOS

2.1. HUMEDALES

Los humedales son sistemas naturales de agua, con vegetación sumergida, vegetación flotante y/o vegetación emergente y zonas con nivel freático cercano a la superficie, en los que el sedimento se mantiene saturado de agua durante un largo periodo de tiempo cada año. En estos sistemas se desarrollan especies vegetales, animales y microorganismos. Estos últimos, a través de procesos bioquímicos, son capaces de depurar el agua eliminando una gran cantidad de sustancias orgánicas y químicas (Mitsck y Gosselink, 2000).

Los humedales pueden presentarse como marismas, pantanos, ciénegas o superficies cubiertas de agua, sean éstas de régimen natural o artificial, permanentes o temporales, estancadas o corrientes, dulces, salobres o saladas, incluidas las extensiones de agua marina cuya profundidad en marea baja no exceda seis metros (Ramsar Convention, 1971). En México, se han contabilizado conforme al Inventario Nacional de Humedales del 2012 más de 9,924,624 ha de humedales (SEMARNAT, 2015) lo que corresponde a 1,642 sitios potenciales ubicando a México como el segundo país a nivel internacional que poseen humedales. Se considera que México cuenta con el 6.52% de superficie de humedales del total de su territorio (Torres *et al.*, 2005).

Debido a las características de depuración del agua que los humedales mantienen se ha tratado de aprovechar al máximo su uso. Los humedales que se construyen específicamente para depurar aguas residuales han recibido una gran cantidad de nombres a nivel mundial, entre los cuales la nomenclatura más utilizada es “Humedales artificiales” o “Humedales construidos” (Hernández, 2010).

2.2. HUMEDALES ARTIFICIALES

Los humedales artificiales (HA de aquí en adelante), de acuerdo con la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA, 2000), son “sistemas artificiales de tratamiento de aguas residuales que consisten en estanques de poca profundidad (por lo general menor de 1 m de profundidad) o canales donde han sido plantadas especies vegetales acuáticas que contienen microorganismos los cuales, mediante procesos bioquímicos provocan un tratamiento de las aguas residuales”. Típicamente constan de arcilla impermeable o revestimientos sintéticos y tienen estructuras de ingeniería para

controlar la dirección del flujo, el tiempo de residencia hidráulico y el nivel del agua. Dependiendo del sistema pueden o no contener un medio poroso “inerte” como roca, grava o arena.

Los principales componentes de un HA son (Sundaravadivel y Vigneswaran, 2013):

- 1) Vegetación: Las especies vegetales juegan un papel importante en muchos de los procesos físicos, químicos y biológicos que se efectúan en un humedal. Los tallos de las plantas aumentan la superficie en el rizoma para el desarrollo de biopelículas. Los tejidos vegetales permiten la colonización de algas y las raíces que están enterradas en el medio de soporte proporcionan los nutrientes para el desarrollo de microorganismos.
- 2) Suelo, sedimento, *sustrato* o medio de soporte: Además de ser el medio de soporte para la vegetación, los medios usados funcionan como el principal almacenamiento de todos los componente bióticos y abióticos que existen en el HA. Además, gravas gruesas proporcionan un área superficial importante para el desarrollo de los microorganismos y promueven la sedimentación de sólidos en suspensión.
- 3) Columna de agua: El mantenimiento de una columna de agua es un requisito importante en los HA ya que el agua proporciona el ambiente para que se den las funciones ecológicas que ocurren en el sistema.
- 4) Organismos vivos: La presencia de macroorganismos como vertebrados e invertebrados pueden no ser esenciales en los HA, sin embargo, los microorganismos juegan un papel importante para efectuar la depuración de las aguas residuales.

En general, los patrones de flujo son importantes en la definición de los humedales artificiales que han sido utilizados (Kadlec y Wallace, 2009; Navarro-F. *et al.*, 2015):

- 1) Flujo superficial (HAFS): El agua circula por encima del medio de soporte continuamente y se favorecen las condiciones aerobias al estar el agua expuesta directamente a la atmósfera.

- 2) Flujo subsuperficial horizontal (HAFSSH): El agua circula horizontalmente a través del medio de soporte de manera continua y se favorecen las condiciones anaerobias al mantenerse el nivel del agua por debajo de la superficie.

En ambos tipos el flujo del agua puede ser vertical u horizontal o incluso híbrido (combinación de flujos vertical y horizontal) (Navarro-F. *et al.*, 2015). Los humedales artificiales constituyen uno de los procesos de tratamiento biológico para aguas residuales donde la interacción de los microorganismos con respecto del consumo de los sustratos es fundamental. Estos procesos pueden ser aprovechados para generar una corriente eléctrica tal como sucede con una celda de combustible que será definida en el siguiente apartado.

2.3. CELDAS DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS

Las celdas de combustible microbianas (CCM) son dispositivos que utilizan bacterias como catalizadores para oxidar materia orgánica e inorgánica y producir una corriente eléctrica. Los electrones producidos por las bacterias a partir de estos sustratos orgánicos e inorgánicos se transfieren al ánodo y fluyen hacia el cátodo por un material conductor que incluye una resistencia eléctrica dentro del circuito. El esquema representativo de una CCM se muestra en la **Figura 2-1** (Modificado de Logan *et al.*, 2006). Los principales elementos de una CCM son:

- 1) **Ánodo:** Los materiales con los que se construyen los ánodos deben ser conductores eléctricos, compatibles con los microorganismos que interaccionan para la transferencia de electrones y deben ser químicamente estables (He *et al.*, 2005).
- 2) **Cátodo:** Es el electrodo donde se dan los procesos de reducción, donde el oxígeno es el aceptor de electrones más adecuado debido a su alto potencial de oxidación, disponibilidad, bajo costo y sostenibilidad. En estas reacciones no existe un desecho químico como tal, ya que el agua se forma como el único producto final. La elección del material del cátodo afecta de manera importante el desempeño de la CCM (Cheng *et al.*, 2006).
- 3) Un tipo de diseño de CCM utiliza una separación entre los compartimentos del ánodo y del cátodo, generalmente a través de una membrana de intercambio de iones. Las configuraciones de las CCM que se exceptúan para utilizar membranas son los sistemas separados de forma natural, como los denominados “Celdas de

combustible vegetal” o los que especialmente son diseñados con un solo compartimiento como las CCM sencillas (*single MFC* en inglés) o las celdas sin membranas (*membraneless* en inglés) (Liu y Logan, 2004).

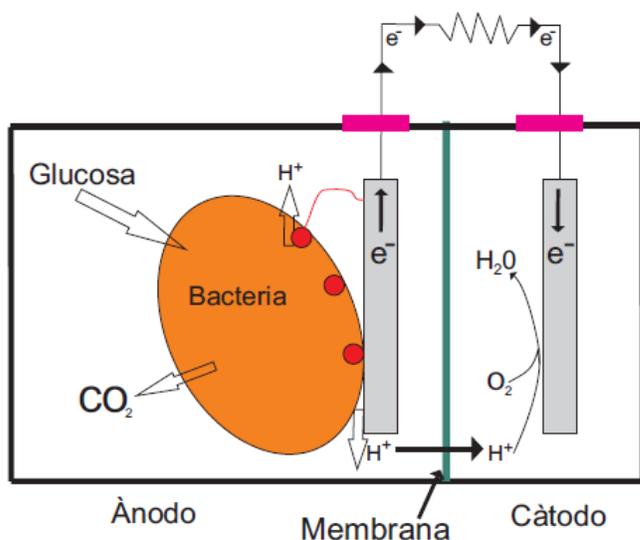


Figura 2-1. Principio de operación de una celda de combustible microbiana, CCM (Modificado de Logan *et al.*, 2006)

En la parte del ánodo se han empleado una gran variedad de sustratos para la transformación de energía, incluyendo acetato, celulosa, aguas residuales municipales e industriales. En esta investigación de tesis se utilizó agua residual sintética con acetato como fuente de carbono.

Actualmente se ha mejorado la tecnología y funcionamiento de las CCM con diversas configuraciones. Sin embargo, un factor común y que tiene gran relevancia es la formación de la biopelícula microbiana en el ánodo (Kim *et al.*, 2006). Aunque existen estudios de la ecología microbiana de dicha biopelícula, las relaciones entre los miembros de las comunidades microbianas y cómo contribuyen al flujo de electrones del ánodo al cátodo, aún no están completamente comprendidas, así como los mecanismos que favorecen su formación y los procesos metabólicos que intervienen en su establecimiento (Lee *et al.*, 2003). Por otra parte, uno de los factores más importantes para que una CCM genere una corriente de electrones eficiente es el tipo de microorganismos que se utilizará para llevar a cabo el proceso de degradación de la materia orgánica a compuestos como CO_2 y H_2O y la liberación de electrones al sistema. Para obtener microorganismos se requiere de un inóculo, el cual puede venir de diferentes fuentes como: lodos anaerobios, aguas residuales domésticas, aguas residuales industriales, sedimentos marinos o sedimentos acuáticos (Falcón *et al.*, 2009).

Las CCM se encuentran en un proceso de investigación y desarrollo. La investigación que se realiza por diversos grupos de investigación a nivel mundial ha logrado grandes avances en el desarrollo de esta tecnología y ha encontrado usos alternativos (Falcón *et al.*, 2009).

2.3.1. Aplicaciones de las celdas de combustible microbianas

El proceso de tratamiento bioelectroquímico de aguas residuales puede ser modificado por una conexión eléctrica del ánodo a un electrodo auxiliar (cátodo) que desempeñará una reacción de reducción. Como resultado de esta conexión eléctrica entre el ánodo y el cátodo, las reacciones de los electrodos pueden ocurrir y los electrones pueden fluir del ánodo al cátodo produciendo así una corriente eléctrica (Rozendal *et al.*, 2008). Las aguas residuales provenientes de la industria, la agricultura y de las casas contienen materia orgánica disuelta que requiere ser removida antes de ser descargada al ambiente. Actualmente, existen diferentes procesos físicos, biológicos, fisicoquímicos y químicos para remover los contaminantes orgánicos presentes en estas aguas de desecho. La mayoría de los procesos biológicos son tratamientos aerobios, los cuales consumen grandes cantidades de energía en el proceso de aireación. Sin embargo, el tratamiento de aguas residuales ha empezado a ser reconocido como una fuente renovable para la producción de electricidad lo cual podría emplearse para el mismo proceso de tratamiento de efluentes (Aelterman *et al.*, 2006).

2.4. HIDRÁULICA EN LOS HUMEDALES ASISTIDOS ELECTROQUÍMICAMENTE

El agua es el medio móvil dentro del humedal que se encarga del transporte de los contaminantes y en la cual se llevarán a cabo diferentes procesos que, por una parte, realizarán la depuración de los contaminantes y, por otra, llevarán a efecto los procesos de intercambio electrónico con las bacterias. Es por ello que el estudio de la hidráulica de este sistema (flujo intermitente o continuo) es de gran importancia y es un factor de diseño primario a considerar para definir el éxito o fracaso del funcionamiento correcto del humedal (Lara, 1999).

El agua residual que entra a las diferentes configuraciones de humedales tendrá diversas transformaciones o reacciones en función de la hidráulica que se diseñe y, por consiguiente, tendrá diferentes valores de remoción de materia orgánica. El flujo en un humedal en principio debe superar la resistencia por fricción del mismo sistema. Esta resistencia es

impuesta por la vegetación, la capa de sedimentos, el medio, las raíces de las plantas y los sólidos acumulados en los humedales de flujo superficial (Kadlec y Wallace, 2009).

2.4.1. Efecto de la hidráulica en los humedales

Estudios sobre la hidráulica de diferentes tipos de humedales han mostrado que las eficiencias en la eliminación de contaminantes en humedales artificiales dependen de las condiciones de oxidación-reducción y de los gradientes que prevalecen dentro de los sistemas (Kadlec *et al.*, 2000). Esta remoción se ha demostrado para contaminantes tales como el amonio además de una disminución de oxígeno disuelto (García *et al.*, 2005). La capacidad de óxido-reducción presente en un HAFSSH está influenciada por diversos factores que incluyen la carga orgánica, el tipo de alimentación que se dé al humedal (continuo o intermitente), el tipo y el desarrollo de las especies vegetales y la profundidad del agua en el humedal (Kadlec *et al.*, 2000). Varios estudios han evaluado el efecto del modo de operación en condiciones de oxidación-reducción, rédox y la eficiencia de eliminación de un humedal tipo HAFSSH. En general, la operación por lotes promueve condiciones más oxidantes porque remueve mayor cantidad de materia orgánica en comparación con los sistemas operados en régimen continuo. Algunos estudios bajo el análisis de la comparación de régimen de flujo han observado una eficiencia mayor para la remoción de amonio en régimen por lotes (Tanner *et al.*, 1999). Por otro lado, Vymazal y Masa (2003) determinaron que los cambios en el nivel del agua en gran escala de un HAFSSH, con variaciones de entre 8 y 15 cm, tuvieron un efecto positivo en la eliminación de diversos contaminantes como materia orgánica medida como DQO y amonio entre otros. De acuerdo con Caselles-Osorio y García (2007), una alimentación intermitente a un HAFSSH proporciona un ambiente de tratamiento más oxidante en comparación con una alimentación continua y esto a su vez permite una remoción mayor de amonio. Además, la presencia de una especie vegetal incrementa la remoción de materia orgánica medida como DQO en un sistema alimentado por lotes.

2.4.2. Efecto de la hidráulica en una celda de combustible microbiana vegetal

En la operación de celdas de combustibles microbianas vegetales (CCMV) se ha observado que la carga de materia orgánica en el influente afectó en gran medida el rendimiento de un humedal utilizado como CCMV (HA-CCMV). En los reactores operados por Villaseñor y

colaboradores (2013), el aumento de la carga de DQO en el influente probablemente aumentó la posibilidad de una alta concentración de materia orgánica que llegó en el cátodo. Esto provocó un aumento en la demanda de oxígeno en el cátodo y limitó la cantidad de O₂ disponible para reacciones de reducción del oxígeno necesarias. Además, con base en trabajos realizados en los LIQAyQA para comparar reactores empacados con grafito y otro grupo empacados con tezontle (Salinas-Juárez *et al.*, 2016), se observó que un aumento de la DQO puede promover el desarrollo de una biopelícula heterotrófica sobre el cátodo y esto puede limitar la transferencia de electrones (Freguia *et al.*, 2008) por lo que se cuestiona el modo de operación de los reactores que mejor desempeño tengan en la producción de electricidad. En un HAFSSH-CCMV operado por Villaseñor *et al.* (2013) se utilizó una capa de bentonita para separar la parte baja de la región que contiene la fase anaerobia y la parte superior catódica. A medida que la materia orgánica medida como DQO del influente aumentó de 560 mg/L a 1,100 mg/L la concentración de oxígeno disuelto en el cátodo se redujo de 2 mg/L a una cantidad insignificante y se vio reflejado en una gran caída en el potencial de la celda a partir de un valor medio de 700 mV por debajo de 200 mV.

Inicialmente, las CCMV no se diseñaron con una configuración similar a la de los humedales artificiales debido a que sólo tenían una entrada y no una salida de agua residual. Al momento de considerarse como un humedal se le dio la atención al flujo de alimentación ya que este parámetro influirá en los microorganismos y en el transporte de las partículas cargadas. La configuración de los reactores y la hidráulica utilizados afectará el transporte de masa en el reactor, entendiendo como masa a la materia orgánica, nutrientes, microorganismos y partículas cargadas. El objetivo es mantener la materia orgánica exclusivamente en el ánodo y el O₂ únicamente en el cátodo, la configuración y la hidráulica en el reactor ayudarán a que esto se logre.

Con estas bases, en el siguiente capítulo se presenta la metodología seguida en esta investigación para alcanzar los objetivos planteados.

CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

Para determinar el tipo de operación del reactor que permitiera un mejor desarrollo de los microorganismos electroquímicamente activos y se llevara a cabo su función electrogénica, se evaluaron dos tipos de reactor (con flujo continuo e intermitente) y se realizó la medición de los parámetros que determinan la eficiencia del sistema eléctrico y la remoción de materia orgánica.

Los microorganismos llevan a cabo las reacciones bioquímicas necesarias para la producción de electricidad y gran parte de la remoción de materia orgánica en el tratamiento de aguas residuales en los humedales. Es por esto que es de gran importancia cuidar las condiciones que permitan su desarrollo y proliferación.

Las comparaciones entre los dos tipos de operación de los reactores se hicieron con el fin de determinar las mejores condiciones en las cuales las comunidades de microorganismos se desarrollan y llevan a cabo sus funciones de degradación y la liberación de electrones ya que el patrón de flujo determinará su diseño, especialmente en comunidades pequeñas. Se estudió la operación del sistema en flujo continuo e intermitente en reactores separados para analizar cómo el flujo afecta el desempeño eléctrico y la remoción de contaminantes del agua residual.

3.1. CONSTRUCCIÓN DE LOS REACTORES A ESCALA DE LABORATORIO

Se construyeron dos conjuntos de reactores que operaron bajo diferentes condiciones de flujo. Cada reactor simuló un humedal artificial a escala de laboratorio en el que se implementaron los componentes de una celda electroquímica. En este sistema experimental se utilizó la especie vegetal *Typha latifolia* y fue alimentado con agua residual doméstica preparada en el laboratorio. Estos sistemas operaron bajo condiciones de temperatura e iluminación ambiente ya que se colocaron en la parte exterior del Laboratorio 303 del Conjunto E de la Facultad de Química de la UNAM.

3.1.1. Configuración de los reactores

Todos los reactores tuvieron las mismas dimensiones. Fueron construidos con cilindros de PVC con un diámetro de 20 cm y una altura de 34 cm. Las dimensiones fueron tomadas con

base en las proporciones utilizadas por Liu y colaboradores (2013) con respecto de la proporción ancho-alto. Se diseñaron adaptando los modelos ya trabajados en tesis anteriores en los Laboratorios de Ingeniería Química Ambiental y de Química Ambiental de la UNAM (Amábilis-Sosa, 2015; Guido-Zarate, 2006; Orduña-Bustamante, 2012). El volumen total de cada reactor fue de 9.94 L, mientras que el volumen de trabajo o de líquido en los reactores empacados fue de 5.30 L. Los reactores contaron con un ánodo, un cátodo, colectores de corriente, una capa de fibra de polipropileno que actuó como separación entre la parte anódica y la catódica, medio de soporte, tres puntos de muestreo y la entrada y salida de agua.

Como se muestra esquemáticamente en la **Figura 3-1**, la capa inferior al ánodo tenía una altura de 22 cm y estaba formada por tezontle (embolsado por la empresa Vigoro adquirido en una tienda proveedora de productos para jardín). Esta capa se inoculó con lodo proveniente de reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (*UASB reactors* por sus siglas en inglés) utilizados en el tratamiento de aguas residuales de una industria cervecera. Se depositaron 600 mL de inóculo repartidos en alturas de 6, 16 y 20 cm. Encima de esta última capa se instaló un ánodo de fieltro de carbón (Luken, Tecnología Química, S.A de C.V.) de 6 mm de espesor y un diámetro de 20 cm. Encima del ánodo se colocó una capa de 1 cm de grafito granulado M-6/40 (Luken Tecnología Química, S.A de C.V.).

Posteriormente, se emplearon 200 mL de inóculo y, enseguida, la raíz de la especie vegetal *Typha latifolia*. Se colocó el material textil de fibras sintéticas conocido como *pellón* en México que, en inglés, se describe en el artículo de Daud *et al.* (2015), como *non woven cloth*, de manera que interpusiera una separación física entre cátodo y ánodo. El *pellón* está compuesto de polipropileno con un espesor de 1 mm y fue adquirido en las tiendas “Telas Parisina”. El disco de *pellón* tenía 20 cm de diámetro haciendo una abertura para la entrada del tallo de la especie vegetal. Se colocó una capa de 6 cm de altura de tezontle y, por último, se instaló el cátodo, constituido del mismo material que el ánodo, en contacto con el aire. Estas condiciones podrían permitir a los electrones transferidos en el cátodo reaccionar con los protones difundidos a través del reactor para mantener la electroneutralidad, así como con el oxígeno del aire para producir agua (Logan *et al.*, 2006). El colector de corriente se hizo con cable de cobre del calibre número 12.

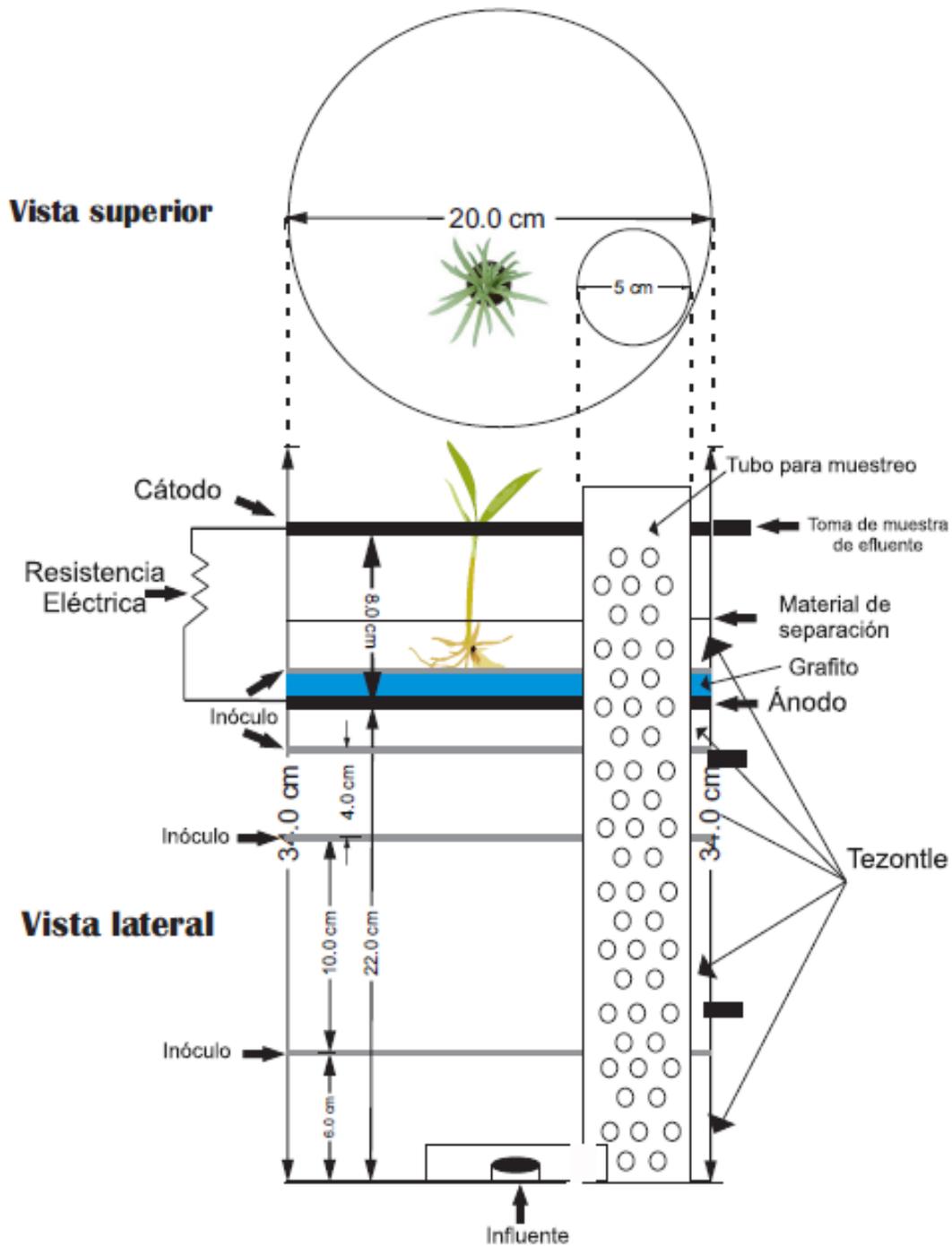


Figura 3-1. Esquema del HA-CCM

Las especies vegetales *Typha latifolia* para los reactores, RCP (reactor continuo con planta) y RLP (reactor por lotes con planta), se obtuvieron del humedal artificial que se ubica en la parte posterior de los LIQA y QA de la Facultad de Química de la UNAM. Se esterilizaron aplicando al rizoma de las plantas una solución denominada “caldo bordelés” que consiste

en una solución de sulfato de cobre más hidróxido de sodio al 1% de cada uno dejando las raíces en contacto con esta disolución durante 12 horas.

Posterior a la esterilización, se incubaron dentro de un recipiente de *PVC* con escoria volcánica conocida como tezontle en México y este aztequismo viene de *tetl*, piedra y *tzontli*, cabellos, piedra ligera como los cabellos, en náhuatl, según Cabrera (2002), durante 3 días a 25°C. Se plantaron en los reactores RCP y RLP. Los reactores se empacaron con tezontle previamente lavado y esterilizado a 121°C por 30 min (Ramírez-Gama y col., 1995). El tamaño de partícula estuvo distribuido en la parte inferior (abajo del ánodo) con tezontle de 5.6-19.0 mm de diámetro granular teniendo esta capa una altura de 22 cm, mientras que la sección comprendida entre el *pellón* y el cátodo contenía tezontle de 3.35 mm de diámetro granular promedio con una altura de 6 cm (Luna-Pabello y Durán-Domínguez-de-Bazúa, 2002).

3.1.2. Diseño experimental

El diseño experimental de esta investigación se basó en la evaluación del efecto de la presencia de la hidrófita y del patrón de flujo, continuo o intermitente (C o I), en la depuración del agua residual sintética (ARS), así como en la producción de electricidad. A continuación, se indican los factores que se estudiaron en esta investigación (**Tabla 3.1**). La experimentación comprendió 7 etapas o fases las cuales se presentan en la **Tabla 3.2**.

Tabla 3.1 Configuración de los reactores y los factores de análisis

Reactores	Empaque	Hidrófita	Flujo	Variables medibles
RCP, RLP	√	√	I, C	- Producción de electricidad: Voltaje en circuito abierto, corriente, potencia y resistencia eléctrica - Depuración del ARS: DQO _{total} , N-amoniaco, nitratos, nitritos, sulfatos, pH, T, OD, pOR, CE - Vitalidad de la planta: altura del tallo, número de hojas de la planta y seguimiento visual fotográfico (Para el caso de los reactores con planta)
RCT, RLT	√	X	I, C	
RCB, RLB	X	X	I, C	

RCP, reactor continuo con planta; RLP, reactor por lotes con planta; RCT, reactor continuo con tezontle; RLT, reactor por lotes con tezontle; RCB, reactor continuo blanco (sin planta ni tezontle); RLB, reactor por lotes blanco (sin planta ni tezontle); I, flujo intermitente; C, flujo continuo; ARS, agua residual sintética; N, nitrógeno; pH, potencial de hidrógeno; T, temperatura; OD, oxígeno disuelto; pOR, potencial de oxidación-reducción; CE, conductividad eléctrica

Tabla 3.2 Etapas de la experimentación

Etapas	Inicio	Duración días	Fin
Recirculación del efluente para reactores continuos y agua retenida por siete días en reactores por lotes	13/05/2016	7	20/05/2016
Operación de reactores en circuito abierto	21/05/2016	46	06/07/2016
Medición de curvas de polarización durante la etapa en circuito abierto	07/07/2016	29	05/08/2016
Operación con resistencia de 5600 ohm	08/08/2016	17	25/08/2016
Operación con resistencia de 1000 ohm	26/08/2016	20	15/09/2016
Operación con resistencia de 560 ohm	16/09/2016	20	06/10/2016
Operación con resistencia de 10 ohm	07/10/2016	20	27/10/2016

3.2. SISTEMAS DE OPERACIÓN DE LOS REACTORES

Los sistemas para comparar los modos de operación de los reactores tuvieron las características señaladas enseguida.

Sistema 1

Tres reactores operaron por lotes: se permitió el ingreso al reactor de 5.3 litros de agua residual sintética en un tiempo aproximado de 5 minutos mediante una bomba sumergible de la marca Aquasub Mod. 4201. Esta agua quedaba retenida por un periodo de 3 días (tiempo de residencia hidráulica de 3 días). Luego, el agua se evacuaba por completo mediante el ingreso de la misma cantidad de agua residual por la parte inferior del reactor en un tiempo de cinco minutos, lo que permitía la salida del agua tratada y a su vez el ingreso de agua residual del recipiente alimentador, a los tres días se repetía la misma metodología constituyendo así un proceso por lotes. Los reactores están representados en la **Figura 3-2** y cada reactor se construyó de la siguiente forma:

Reactor RLP: Consiste en una celda electroquímica conformada por el ánodo, el cátodo, el tezontle entre el ánodo y el cátodo, la planta acuática *Typha latifolia*, la resistencia eléctrica, los colectores de corriente y los puntos de muestreo. Tiene entrada de agua residual sintética con las características mencionadas en el Anexo A.2.

Reactor RLT: Consiste en una celda electroquímica con los elementos mencionados para el reactor *RLP* con la diferencia de que este reactor no tiene la especie vegetal.

Reactor RLB (blanco): Consiste en una celda conformada por el ánodo, el cátodo, la resistencia eléctrica, los colectores de corriente, y los puertos de muestreo. Contiene entrada de agua residual sintética y este reactor no tiene planta, lodo anaerobio ni tezontle.

Sistema 2

Tres reactores operaron de manera continua permitiendo el ingreso de agua residual sintética pasando a través del reactor donde permanece por un periodo de tres días (tiempo de residencia hidráulica de 3 días) y es evacuada, manteniendo el flujo continuo de 1.3 mL/min en el sistema. Se presentan en la **Figura 3-2** y cada reactor fue construido de la siguiente forma:

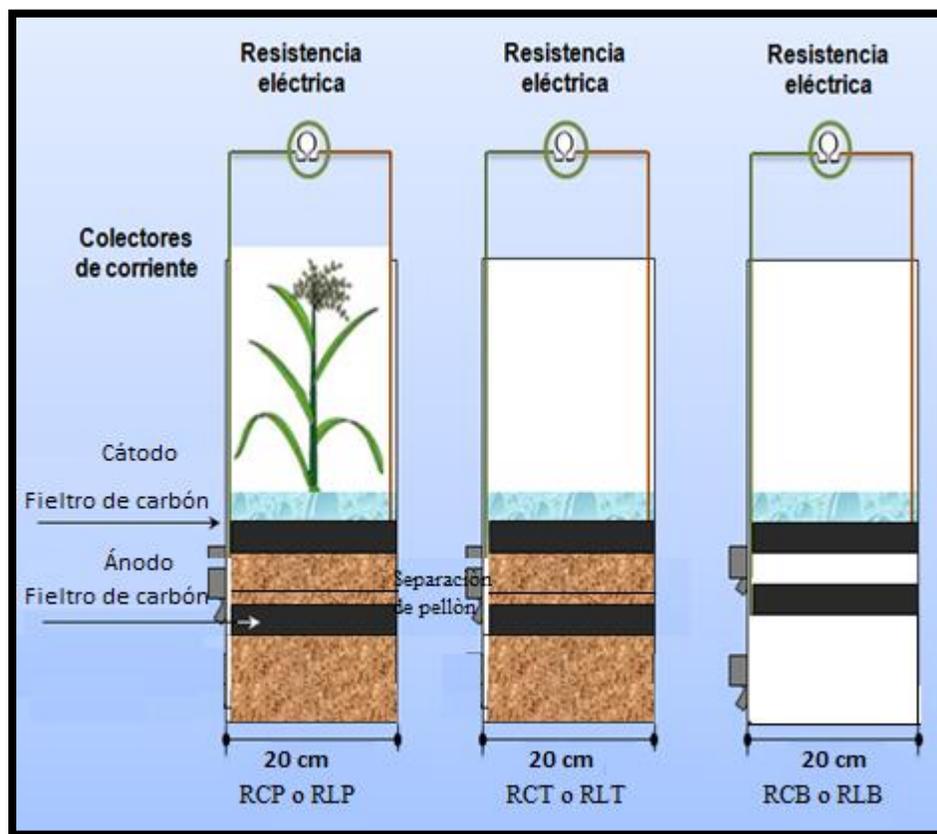


Figura 3-2. Sistema de reactores 1 y 2

Reactor RCP: Consiste en una celda electroquímica conformada por el ánodo, el cátodo, el tezontle entre el ánodo y el cátodo, la planta acuática de la especie vegetal *Typha latifolia*, la resistencia eléctrica, los colectores de corriente y los puertos de muestreo. Este reactor tenía entrada de agua residual sintética con las características mencionadas en el Anexo A.2.

Reactor RCT: La configuración tiene las mismas características que el reactor *RCP* con la diferencia de que no tiene la especie vegetal.

Reactor RCB (blanco): Consiste en una celda conformada por un ánodo, un cátodo, una resistencia eléctrica, los colectores de corriente, y los puntos de muestreo (este reactor no tiene planta acuática, lodo anaerobio ni tezontle).

3.2.1 Cálculos hidráulicos

Para obtener el caudal de ingreso a los reactores continuos con un tiempo de residencia hidráulico de 3 días se realizaron las siguientes operaciones:

$$V_T = \pi * \left(\frac{d}{2}\right)^2 * h \quad (\text{Ec. 1})$$

$$V_T = \pi * \left(\frac{0.2m}{2}\right)^2 * 0.34m = 0.0106814 m^3$$

$$V_L = 5.3 L$$

$$Q = \frac{V}{t} \quad (\text{Ec. 2})$$

$$Q = \frac{5.3 L}{3 \text{ días}} = 1.7666 L/d$$

$$(1.7666 L/d) * \left(\frac{1000mL}{1L}\right) * \left(\frac{1 \text{ día}}{1440 \text{ min}}\right) = 1.2268 \frac{mL}{min} \approx 1.3 \frac{mL}{min}$$

3.3. AGUA RESIDUAL SINTÉTICA

Se trabajó con agua residual sintética preparada en el laboratorio con el fin de simular un agua residual doméstica para mantener un control de las características del influente. El influente a los reactores suplió las necesidades de nutrientes para el crecimiento adecuado de la especie vegetal de acuerdo con Orduña-Bustamante (2012) y Salinas-Juárez (2016). Se agregaron 31.6 g de acetato de potasio que corresponden a 632.14 mg/L de carbono, 4.71 g de sulfato de amonio que corresponden a 20 mg/L de nitrógeno, 1.74 g de fosfato monobásico de potasio que corresponden a 10 mg/L de potasio y 7.95 mg/L de fósforo, y 0.5 g de sulfato heptahidratado de magnesio que corresponde a 1 mg/L de magnesio. Se describe la metodología respectiva en el Anexo A.2.

3.4. MÉTODOS ANALÍTICOS

Los parámetros para el seguimiento del sistema son los siguientes: concentración de materia orgánica medida como la demanda química de oxígeno (DQO_{total}), concentración de nitrógeno en sus formas amoniacal, nitratos y nitritos, concentración de sulfatos, pH, temperatura (T), oxígeno disuelto (OD), potencial redox (pOR), conductividad eléctrica, (CE). Para evaluar la producción de electricidad se midieron los siguientes parámetros: voltaje en circuito abierto, corriente y potencia eléctrica variando los valores de resistencia eléctrica externa a 5600, 1000, 560 y 10 ohm. El seguimiento de la vitalidad de la planta se realizó midiendo la altura del tallo, se contó el número de hojas de la planta y se dio un seguimiento fotográfico cada tercer día.

3.4.1 Concentración de materia orgánica medida como la demanda química de oxígeno (DQO_{total}), concentración de N-amoniacal, nitratos, nitritos y sulfatos

Para determinar la demanda química de oxígeno total (DQO_{total}) se aplicaron los métodos validados por la Asociación Estadounidense de Salud Pública, la Asociación Estadounidense de Tratamiento de Agua y la Federación de Control de la Contaminación del Agua (APHA-AWWA-WPCF, 1992) así como la normativa mexicana NMX-AA-030-SCFI-2001 (DOF, 2001), que especifican la técnica para la determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Se aplicó el método de refluo cerrado colorimétrico. Para determinar las concentraciones de nitrógeno amoniacal, nitratos, nitritos y sulfatos se aplicaron los métodos normalizados para el análisis de aguas residuales de la APHA-AWWA-WPCF (1992) y las normas oficiales mexicanas NMX-AA-026-SCFI-2010 (DOF, 2010), NMX-AA-074-SCFI-2014 (DOF, 2014), NMX-AA-082-1986 (DOF, 1986) y la NMX-AA-099-SCFI-2006 (DOF, 2006) respectivamente. En el Anexo A.1 se presentan las metodologías seguidas y las modificaciones que se hicieron a algunas de ellas.

3.4.2. Caracterización del electrolito

La medición de los parámetros de pH, temperatura, oxígeno disuelto, conductividad eléctrica y potencial redox fueron realizados mediante el uso del equipo digital multiparamétrico marca Hanna Instruments Modelo HI-9828. La calibración del equipo se

realizó semanalmente para una lectura más precisa de los parámetros mencionados y se registraron diariamente en todos los reactores.

3.4.3. Medición del voltaje, corriente, potencia

La intensidad de corriente y el voltaje se midieron directamente con el multímetro digital marca Multimeter Steren, modelo IEC61010-1.

Para la estimación de la potencia eléctrica se construyó una caja de resistencias eléctricas externas con diferentes valores. Por medio de esta caja se aplicaron valores de resistencia eléctrica de 1000 a 100 ohm en intervalos de 100 y adicionalmente se aplicaron 10 y 1.9 ohm. El cambio de valor de resistencia se hizo cada 2 minutos (Watson y Logan, 2011).

Se utilizaron dos multímetros, para medir la corriente producida y el voltaje generado, respectivamente, en cada cambio de resistencia eléctrica. Con estos datos y con la ecuación 3 se calculó la potencia eléctrica producida por el sistema:

$$P = V * I \quad (\text{Ec. 3})$$

donde: P : Potencia (mW)
 V : Voltaje medido (mV)
 I : Corriente eléctrica medida (mA)

Para determinar el valor de la densidad de potencia se utilizó la ecuación 4

$$P_d = \frac{P}{A_a} \quad (\text{Ec. 4})$$

donde: P_d : Densidad de potencia (mW/m²)
 P : Potencia obtenida en ecuación 3.1 (mW)
 A_a : Área geométrica del ánodo (m²)

Y el cálculo de la densidad de corriente se obtiene con:

$$j = \frac{I}{A_a} \quad (\text{Ec. 5})$$

donde: j : Densidad de corriente (mA/m²)
 I : Corriente eléctrica medida (mA)
 A_a : Área geométrica del ánodo (m²)

Para el cálculo del área geométrica del ánodo se utilizó la ecuación 6:

$$A_a = (\pi) \left(\frac{D}{2}\right)^2 \quad \text{(Ec. 6)}$$

donde: A_a : Área geométrica del ánodo (m^2)
 D : Diámetro del ánodo (0.2 m)
 π : Valor de pi

En una primera etapa, los reactores del sistema 2 (reactores con flujo continuo), fueron operados con recirculación durante 7 días en circuito abierto por lo que las lecturas de intensidad de corriente no fueron realizadas. En etapas posteriores se colocaron resistencias para cerrar el circuito externo del reactor, de 5600, 1000, 560 y 10 ohm en intervalo de 20 días entre cada cambio de resistencia, realizando las mediciones de corriente y voltaje diariamente.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se presentan los resultados obtenidos en la experimentación en un periodo de 159 días. Se muestran los valores obtenidos para el seguimiento de la planta, parámetros de calidad de agua y parámetros eléctricos.

En el día 123 de experimentación se presentó una falla en el reactor RCP, ya que se desconectó accidentalmente la manguera de alimentación provocando que algunos parámetros de seguimiento variaran. Además, una semana posterior a la operación en circuito abierto, no se realizaron mediciones debido a que no se preparó el agua residual con la que se alimentaban los reactores.

En la **Figura 4-1** se muestra la configuración de los reactores en modo continuo mientras que en la **Figura 4-2** se representan los reactores en modo por lotes.



Figura 4-1. Reactores continuos



Figura 4-2. Reactores por lotes

4.1 SEGUIMIENTO DE LA VITALIDAD DE LA PLANTA

Una vez esterilizadas las especies vegetales y plantadas en los reactores comenzó la experimentación. Se alimentaron los reactores con agua residual sintética y se realizó un seguimiento fotográfico en cada una de las etapas midiendo la altura y el número de hojas de las plantas.

La **Figura 4-3** muestra el seguimiento fotográfico de las especies vegetales al inicio de cada una de las etapas de la experimentación. Se observa que hubo un crecimiento adecuado de la planta, tanto en altura como en el número de hojas que contenía, ya que de una altura inicial de 17 cm en RCP y 12.5 cm en RLP, al final de la experimentación tuvieron una altura de 165.1 cm y 151.4 cm, respectivamente.

En la **Figura4-4** se muestra en una gráfica, la altura de las plantas de los reactores en cada una de las etapas experimentales y se notó que para RCP la planta alcanzó una altura máxima de 181.5 cm en la etapa de conexión de 10 ohm. La curva generada con las alturas para dicho reactor muestra una pendiente positiva y en algunos puntos de la curva se observa en la gráfica de crecimiento de la planta una disminución en la altura. Esto se debió a que los reactores fueron colocados bajo un techo para protegerlos de la lluvia y, al alcanzar su altura máxima, hubo un contacto entre la especie vegetal y el techo, lo que provocó que las hojas comenzaran a doblarse y a secarse. Por consiguiente, al momento de hacer las mediciones de altura, se obtenían valores inferiores al dato de fecha anterior. El fenómeno descrito anteriormente también se presentó en RLP en la etapa de 10 ohm, al llegar a una altura máxima de 150.5 cm las hojas. A la curva graficada resultante de los datos obtenidos de altura *versus* tiempo se aplicó una regresión lineal (Anexo B.2), con esto se obtuvo la rapidez de crecimiento de la especie vegetal de cada reactor, siendo para RCP un crecimiento de 1.71 cm/día y para RLP 1.02 cm/día. Además, se realizó una prueba de hipótesis (Anexo C.1) para la diferencia de medias entre los dos reactores con respecto a la rapidez de crecimiento, de este análisis se observa que no hay diferencia entre la rapidez de crecimiento de la especie vegetal en los reactores, sea en operación en modo continuo o en modo por lotes, así como por etapas de la experimentación.



Figura 4-3. Crecimiento de las plantas en las etapas de experimentación

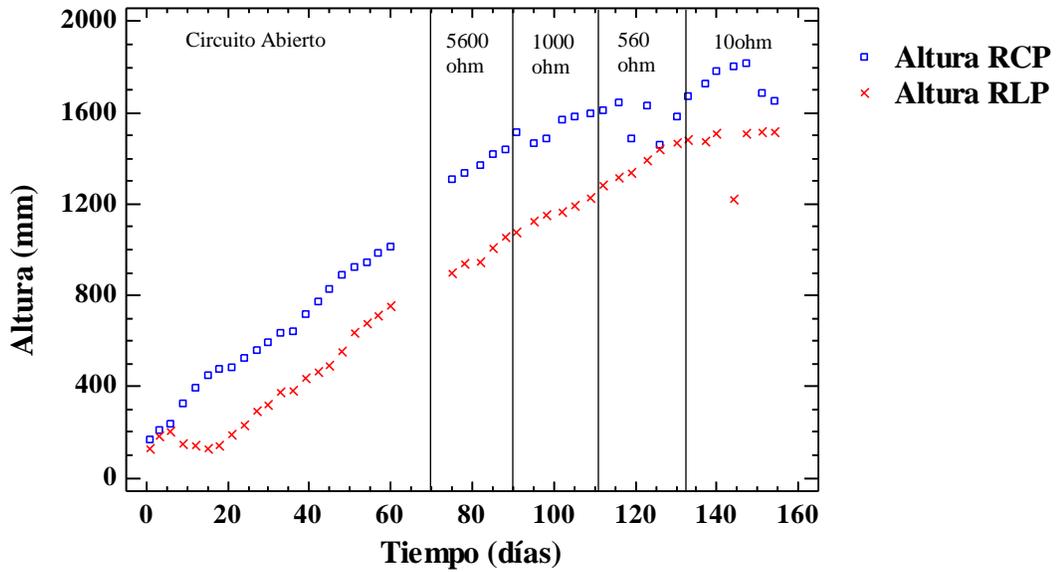


Figura 4-4. Altura en mm de plantas en las etapas de experimentación

En la **Figura 4-5** se presenta el incremento del número de hojas de las plantas. Se observa que para el reactor RLP en el periodo de circuito abierto hubo una disminución en el número de hojas entre los días 6 y 9, esto se debió a que la planta comenzó a secarse por lo que se cambió por otro brote de *Typha latifolia*. Este nuevo brote no tuvo complicaciones de adaptación en el reactor y tuvo un buen desarrollo. El ejemplar que mayor crecimiento presentó y mayor número de hojas fue el sembrado en el reactor RCP.

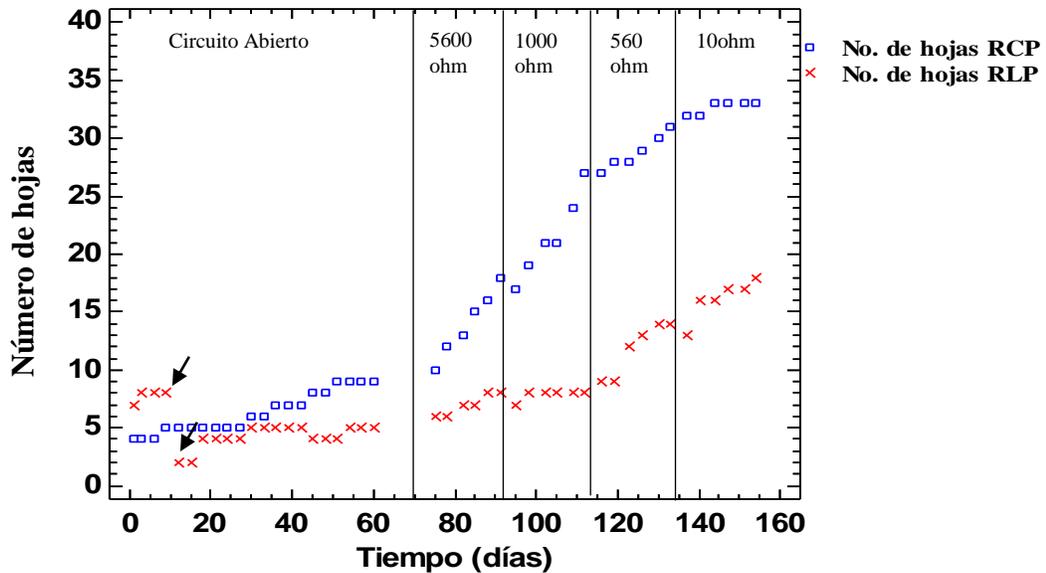


Figura 4-5. Crecimiento del número de hojas en las etapas de experimentación

4.2 CARACTERIZACIÓN DEL ELECTROLITO

Las mediciones de temperatura, pH, conductividad eléctrica, oxígeno disuelto y potencial de óxido-reducción se realizaron con un mismo equipo a tres profundidades en el puerto de muestreo. Éstas fueron a 8, 20 y 30 cm de altura desde el fondo del reactor. Se presentan los resultados promedio obtenidos de estas tres mediciones debido a que no hubo una variabilidad considerable entre los diferentes puntos.

4.2.1 Temperatura

Se midieron los valores de temperatura de los reactores y de temperatura ambiente en un mismo horario durante toda la experimentación (entre las 11:00 y las 13:00 horas).

Durante los 154 días de medición se observó una notable diferencia entre la temperatura ambiente y la temperatura del interior de los reactores (Anexo C.2), no siendo así para la temperatura entre los reactores, es decir, se mantuvo una temperatura similar en los dispositivos operados tanto en modo continuo como en modo por lotes, esto sugiere que la especie vegetal, los microorganismos y el empaque no influyen considerablemente en este parámetro de medición. La diferencia entre la temperatura ambiente y la registrada en el interior de los reactores fue de $2.06 \pm 0.14^\circ\text{C}$ en promedio.

Por otra parte, la temperatura fue descendiendo en cada una de las etapas experimentales. Se observó que la temperatura para la etapa en circuito abierto se mantuvo constante, mientras que, para las etapas de 5600, 1000 y 560 no hubo una diferencia significativa (Anexo C.3). Para la etapa de 10 ohm, hubo nuevamente un decremento de temperatura, tal y como se observa en la **Figura 4-6**.

Esto se debió a que la experimentación comprendió el cambio de estación de verano a otoño, influyendo así en las condiciones ambientales. A pesar de que los reactores se operaron en condiciones ambientales, las temperaturas se encuentran dentro del rango de operación de trabajos similares (Liu *et al.*, 2013; Villaseñor *et al.*, 2013). Sin embargo, de acuerdo con González-del-Campo *et al.* (2013), aún existe una falta de información disponible en cuanto al efecto de la temperatura sobre el rendimiento de los sistemas de tratamiento de aguas residuales en una celda de combustible microbiana. Cabe señalar que el reactor RLP presentó una fuga el día 20 por lo que se paró el proceso y se reparó la fuga.

El tiempo de reparación duró tres días por lo que no se registraron datos de temperatura en este lapso.

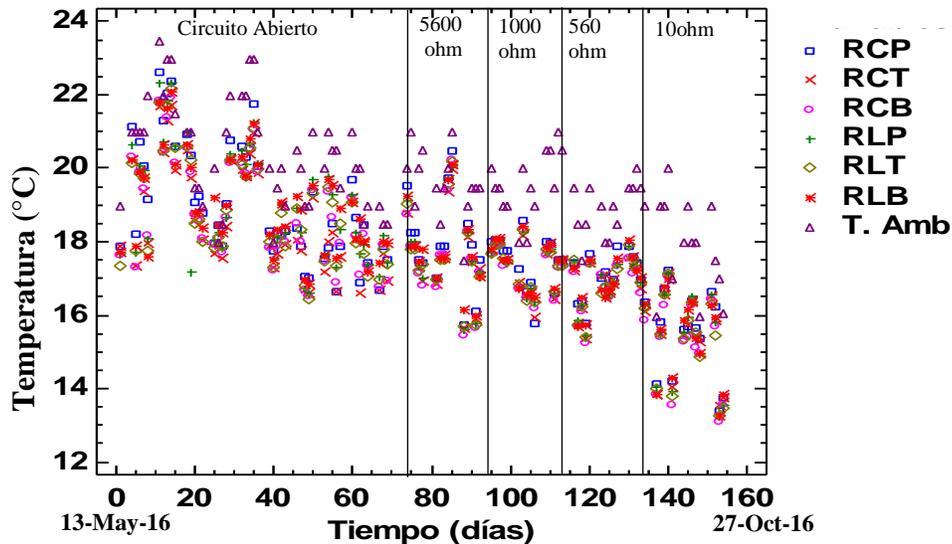


Figura 4-6. Valores de temperatura en los diferentes reactores

4.2.2 Valores de pH

En la **Figura 4-7** se presentan los valores de pH a lo largo de la experimentación. Los reactores que presentaron un valor más bajo de pH fueron RCP y RLP en cada una de las etapas experimentales comparados con los demás reactores. Esto pudiera haberse originado por la especie vegetal que aportó ácidos grasos, húmicos y fúlvicos al medio, lo que provocó una disminución en el pH, mientras que en los reactores RCT y RLT que no contenían especie vegetal pero sí el inóculo, se acidificó el medio, es decir, la actividad microbiana pudiera haber disminuido el pH (Salinas-Juárez, 2016; Zhao *et al.*, 2013).

A pesar de la falla que se presentó en el RCP en el día 123, el valor de pH no se vio afectado ya que en los días posteriores no hubo una diferencia significativa al momento de hacer las mediciones. Para el día 49, se presentó un valor de pH por debajo de los valores registrados con anterioridad.

Estos datos se excluyeron de los análisis estadísticos ya que se atribuye a una falla en el equipo, debido a que en días posteriores se volvieron a registrar valores cercanos al

promedio y no se vio una alteración, ni en la operación de los reactores, ni en la variación de otros parámetros.

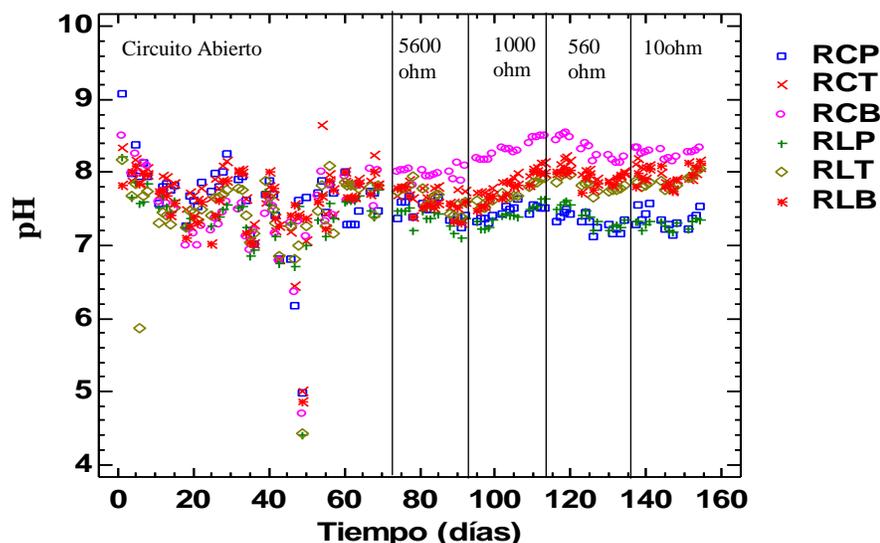


Figura 4-7. Valores de pH en los diferentes reactores

Con los datos obtenidos de pH se realizó una comparación entre los reactores por etapa y una comparación individual por cambio de resistencia. Por etapa entre los reactores (Anexo C.4) se tiene la información mostrada en la **Tabla 4.1**.

Tabla 4.1. Grupos homogéneos de pH en las etapas experimentales

Etapa	Grupos homogéneos
Circuito abierto	No hay diferencia significativa entre los reactores
5600 ohm	RCP-RLP RCT-RLT-RLB RCB presenta un valor superior de pH
1000 ohm	RCP-RLP RLT-RLB-RCT RCB presenta un valor superior de pH
560 ohm	RCP-RLP RLT-RLB-RCT RCB presenta un valor superior de pH
10 ohm	RLP-RCP RLT-RLB-RCT RCB presenta un valor superior de pH

De los resultados anteriores, los reactores RCP y RLP se mantuvieron con valores muy similares durante toda la experimentación. De forma similar sucedió con los reactores RLT, RLB y RCT que estadísticamente son similares. El reactor RCB siempre se mantuvo con un valor superior de pH en cada etapa experimental como se observa en la **Tabla 4.2**.

Tabla 4.2. Promedios de pH en los reactores en las etapas de experimentación

	PROMEDIOS de pH					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
Circuito abierto	7.62±0.59	7.67±0.55	7.46±0.57	6.94±1.86	7.44±0.58	7.57±0.049
5600 ohm	7.49±0.13	7.71±0.11	7.98±0.08	7.37±0.13	7.65±0.17	7.57±0.16
1000 ohm	7.46±0.09	7.88±0.14	8.30±0.13	7.40±0.12	7.69±0.13	7.74±0.18
560 ohm	7.33±0.13	8.00±0.13	8.34±0.16	7.42±0.15	7.85±0.10	7.93±0.10
10 ohm	7.36±0.13	7.98±0.12	8.26±0.06	7.29±0.06	7.87±0.09	7.96±0.13

Haciendo el análisis comparativo por reactor en las diferentes etapas (Anexo C.5), se observa que no hay diferencia significativa entre los valores de pH, es decir, el cambio de resistencias no influyó en el pH. Esto resulta similar con lo encontrado en el trabajo desarrollado por Villaseñor *et al.* (2013) e incluso el de Zhao *et al.* (2013) quienes obtuvieron valores de pH entre 7.76 y 7.29, comparables con los obtenidos en el presente trabajo. Se ha encontrado que el pH no influye en la remoción de materia orgánica (Yadav *et al.*, 2012) y esto se ve reflejado en la nula correlación que existe entre el pH y el porcentaje de remoción en esta investigación.

4.2.3 Conductividad eléctrica

La **Figura 4-8** presenta los valores promedio de conductividad eléctrica de las tres mediciones en el puerto de muestreo de cada uno de los reactores. En la etapa de operación en circuito abierto, los reactores operados por lotes presentaron una lectura superior a los operados en modo continuo, al momento de conectar la resistencia de 5600 ohm en el circuito externo, el reactor RCP comenzó a incrementar el valor de conductividad eléctrica y lo mismo para las etapas posteriores de 1000, 560 y 10 ohm. Dicho reactor fue el que mayor valor presentó.

En el día 20, donde se presentó la fuga en el reactor RLP, no se registraron valores de conductividad eléctrica por lo que estos datos no se tomaron en cuenta para hacer los análisis estadísticos correspondientes. Por otra parte, cuando se presentó la falla en el día

123 para RCP los valores de conductividad eléctrica se vieron incrementados hasta llegar a un valor de 1437.33 $\mu\text{S}/\text{cm}$ en el día 126. Para los días posteriores este valor disminuyó y así se mantuvo hasta la etapa final.

Haciendo un análisis estadístico comparativo entre reactores para todas las etapas experimentales (Anexo C.8) se observa que los grupos son homogéneos, es decir, los que presentaron valores similares de conductividad eléctrica fueron RCP-RLP-RLT. Cabe señalar que en las diferentes etapas experimentales se mantuvo esta tendencia.

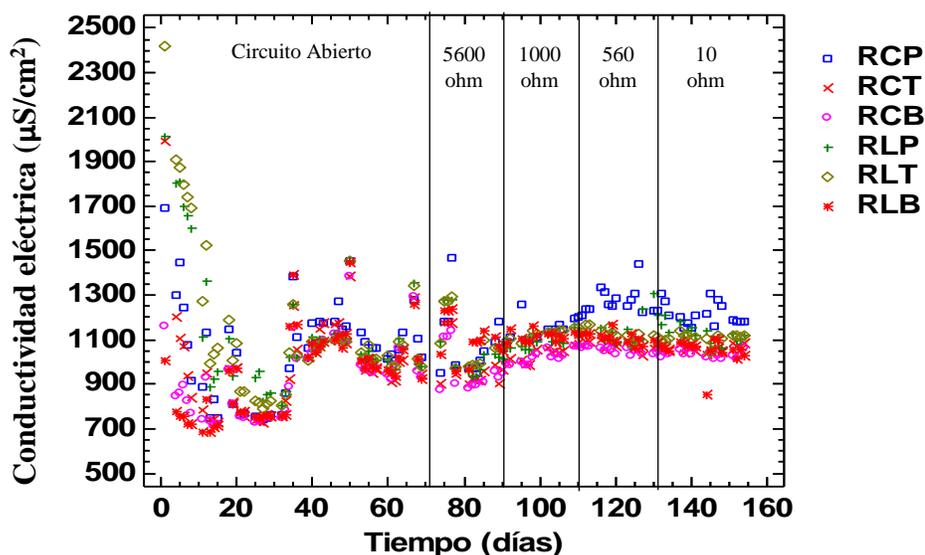


Figura 4-8. Valores de conductividad eléctrica en las etapas de experimentación

Se realizó un análisis estadístico comparativo de los reactores RCP y RLP de los valores de conductividad eléctrica en cada una de las etapas experimentales (Anexo C.9) y se observó que, para el reactor con planta operado en modo continuo, el cambio de resistencia eléctrica externa afecta la conductividad eléctrica. Por otro lado, para el reactor con planta operado en modo por lotes no hay una influencia considerable sobre este parámetro.

4.3 CONDICIONES DEL REACTOR

4.3.1 Potencial de óxido-reducción (pOR)

Al inicio de la experimentación se obtuvieron valores positivos del potencial de óxido-reducción. Esto es, en los primeros 12 días que comprendieron la etapa de recirculación que

corresponden a la primera parte de la fase de operación en circuito abierto donde se tenían condiciones oxidantes (Los datos obtenidos fueron el resultado de promediar los registros de la parte superior, media e inferior del reactor debido a que no se encontraron diferencias significativas entre estas). Posteriormente, los reactores comenzaron a registrar valores de pOR con tendencia negativa, pero no mostraron una estabilidad sino hasta el día 90, que fue la etapa de conexión de la resistencia de 1000 ohm. Este comportamiento es similar a trabajos análogos y aunque los valores no fueron similares, el descenso de los valores en la primera etapa sí es equiparable (Villaseñor *et al.*, 2013).

En el día 74, un día después de conectar la resistencia de 5600 ohm, se observó una alteración en los valores de pOR. Los reactores que operaban en modo continuo registraron valores positivos mientras que los reactores operados en modo por lotes registraron valores más negativos comparados al promedio de fechas anteriores. En la **Figura 4-9** se observa esta tendencia que se prolongó cuatro días, y para el día 78 se registraron valores negativos entre -184.53mV y -139.7mV. Los potenciales redox superiores a 100 mV se consideran generalmente como condición aerobia, mientras que el potencial redox inferior a 100 mV debe demostrar un ambiente anaerobio (Suthersan, 2002).

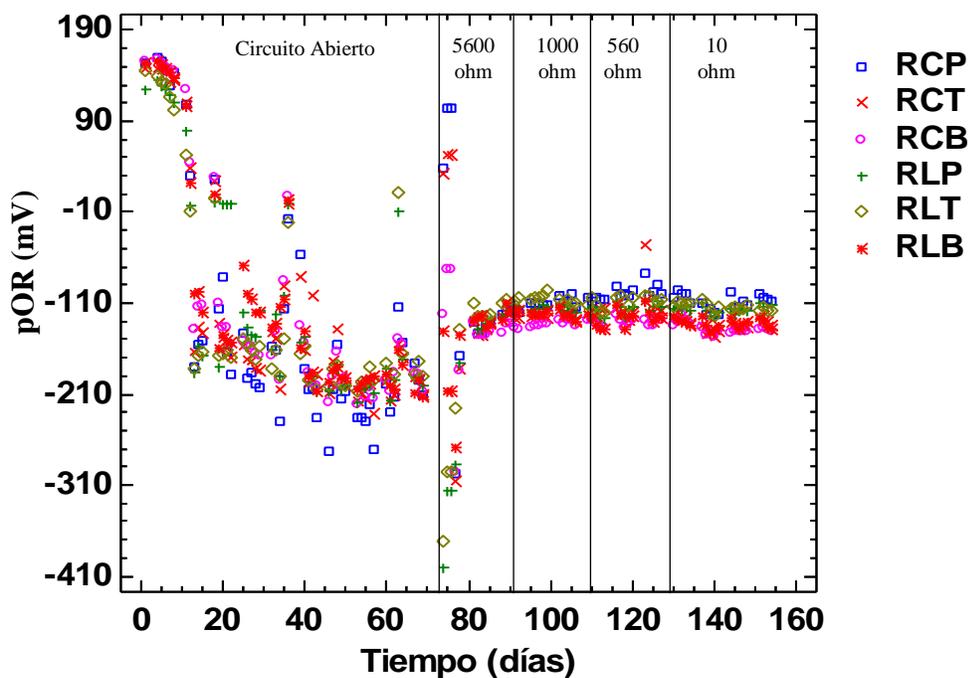


Figura 4-9. Valores de pOR en las etapas de experimentación

Para el reactor RLP en el día 22, se presentó una falla debido a una fuga. Ésta se reparó y posteriormente se registraron valores de pOR igual a cero. Estos valores no se tomaron en cuenta para hacer el análisis estadístico correspondiente. En el día 123, donde se desconectó la manguera de alimentación en el reactor RCP, se observó una lectura de pOR cercana a cero, sin embargo, al siguiente día se registraron valores negativos cercanos al promedio.

Al hacer el análisis estadístico comparativo entre reactores por etapa (Anexo C.6), se determinó que existe una diferencia significativa entre la configuración, ya sea en modo de operación continuo o por lotes, de tal forma que el reactor con planta mantuvo un potencial redox superior mientras que el reactor blanco fue el que registró un valor menor.

Haciendo un análisis de cada reactor por etapa (Anexo C.7), se observó que no hubo una diferencia significativa de los valores de pOR después de la conexión de la resistencia de 5600 ohm, lo que sugiere que la colocación de la resistencia en el circuito externo sí influyó en este parámetro.

4.3.2 Oxígeno disuelto

Los valores de oxígeno disuelto medidos con el equipo multiparámetro Hanna Instruments arrojaron lecturas de concentración de 0 mg/L durante toda la experimentación. Se realizó una prueba posterior en los reactores para corroborar los datos obtenidos en los 154 días de experimentación y se obtuvieron valores nulos de oxígeno disuelto.

Villaseñor *et al.* (2013) reportaron valores de oxígeno disuelto de 2 mg/L, considerándolos muy altos comparados con García *et al.* (2010) y Liu *et al.* (2013) que mencionan valores cercanos a cero e incluso valores nulos de oxígeno disuelto. Estos resultados indican que en la zona del ánodo se presentaban condiciones anaerobias por lo que el inóculo comenzó a degradar eficientemente la materia orgánica contenida en el agua residual.

Cabe señalar que las raíces de las especies vegetales además de transferir oxígeno principalmente de la fotosíntesis y del ambiente al medio de soporte (Fenoglio-Limón, 2003; Soto-Esquivel, 2003), también producen materia orgánica como rizodepósitos o exudados (Tanner *et al.*, 1999; Zhai *et al.*, 2013) que consumirán parte del oxígeno disuelto.

Otra de las razones por las que no se pudieron encontrar lecturas de oxígeno disuelto fue posiblemente por la configuración de los reactores, en HA-CCM dispuestos con un flujo ascendente, el ánodo enterrado y el cátodo en la superficie ha registrado que minimiza el oxígeno disuelto en el ánodo al tiempo que asegura la máxima disponibilidad en la región del cátodo. El bajo nivel de DO muestra que el sistema estaba en ambiente reductor, lo que podría haber facilitado la degradación de la materia orgánica por microorganismos anaerobios para producir electrones (Oon *et al.*, 2015; Yadav *et al.*, 2012).

4.4 PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AGUA

Se realizaron análisis de los parámetros de la calidad del agua, tanto para el influente como para el efluente de cada uno de los reactores. Cada uno de estos fue abastecido con un mismo tanque de alimentación por lo que se consideró un solo análisis para el influente. Las muestras para los efluentes se tomaron a la salida de cada uno de los reactores (**Fig. 3.1**). Los primeros 29 días de experimentación se trabajó con una composición de agua residual sintética por debajo de lo señalado en el Anexo A.2, debido a un error de cálculo en la composición del agua que tenía una composición prácticamente de la mitad de lo deseado. Sin embargo, aproximadamente el 80% de la experimentación se trabajó con la composición corregida y esto fue a partir del día 30 hasta el fin del experimento.

4.4.1 Materia orgánica medida como DQO_{Total}

En la **Tabla 4.3** se presentan los resultados de remoción de materia orgánica medida como DQO de los reactores en las diferentes etapas experimentales.

Tabla 4.3. Remoción de materia orgánica en los reactores

	REMOCIÓN DE MATERIA ORGÁNICA MEDIDA COMO DQO					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
Circuito abierto	80.98±14.81	80.43±11.58	50.05±11.82	69.39±29.88	75.90±30.46	43.18±24.59
5600 ohm	84.69±9.70	92.57±3.04	83.81±8.91	86.78±4.87	88.85±7.43	73.99±13.19
1000 ohm	83.84±8.09	86.10±9.09	76.76±8.73	91.70±3.84	88.82±8.02	74.72±5.51
560 ohm	64.29±32.91	83.05±10.79	70.88±6.82	90.39±4.75	93.85±5.58	78.48±12.40
10 ohm	72.07±13.29	79.57±28.62	72.87±12.65	94.13±6.43	94.24±4.67	74.45±11.72

Durante los primeros siete días de experimentación, los reactores continuos se operaron con recirculación mientras que los reactores por lotes no se alimentaron en ese periodo y

solamente se mantuvo el nivel de la columna de agua. Al hacer el análisis de remoción de materia orgánica en estos siete días, todos los reactores presentaron remociones por debajo del 50%, incluso los reactores blanco no removieron la materia orgánica. Al continuar la experimentación comenzó a incrementarse el porcentaje de remoción, tanto así que los reactores que tenían *Typha latifolia* alcanzaron remociones superiores al 95%.

En la etapa de circuito abierto, los reactores operados en modo continuo presentaron remociones elevadas comparadas con los operados en modo por lotes. Sin embargo, al momento de cerrar el circuito externo con la resistencia eléctrica, los reactores que presentaron mayor remoción fueron los reactores operados por lotes.

En la etapa de conexión de 560 ohm, el reactor RCP presentó una falla en la alimentación en el día 123. Esto afectó considerablemente la remoción de materia orgánica y provocó que disminuyera la remoción promedio, obteniendo resultados del 64%. Después de una semana se volvieron a obtener remociones superiores al 80% por lo que se considera que el reactor se estabilizó.

Se realizó el análisis estadístico comparativo de la remoción de materia orgánica de los reactores por etapa (Anexo C.10) y se concluye con un 95% de confianza que no hay diferencia significativa entre los reactores RCP-RCT-RLP y RLT. Esto querría decir que la especie vegetal no favoreció significativamente la remoción ya que no se vio una diferencia en cada una de las etapas. Sin embargo, se observa que la remoción está mayormente favorecida por el inóculo que se colocó en los reactores favorecidos por el soporte que proporcionó el tezontle. Esto se puede confirmar porque los reactores RCB y RLB son los que estadísticamente presentan diferencias con los demás. En los reactores operados por Oon *et al.* (2015) se observó que la mayor parte de la remoción se da en la parte superior, es decir, el oxígeno del ambiente circundante permite el desarrollo de la comunidad microbiana aerobia y mejora la biodegradación de las aguas residuales que contienen contaminantes orgánicos.

Por otra parte, se determinó que las resistencias colocadas en el circuito externo no influyen en la remoción debido a que, estadísticamente (Anexo C.11), no hay diferencia significativa entre las diferentes etapas experimentales en cada uno de los reactores. Sin embargo, en la **Tabla 4.3** se observa que, al comparar los reactores similares en su configuración, es decir,

RCP con RLP y RCT con RLT, los que presentan mayor remoción son los operados en modo por lotes como se observa en la **Figura 4-10** y **4-11**. Estos resultados presentan perfiles similares a trabajos obtenidos por Tanner *et al.* (1999) y Caselles-Osorio y García (2007).

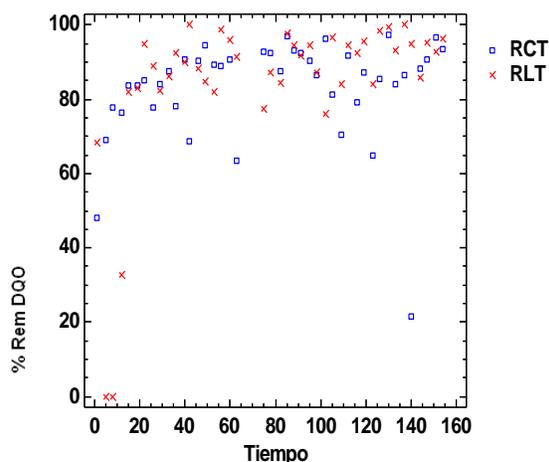


Figura 4-10. Remoción de materia orgánica en los reactores sin planta

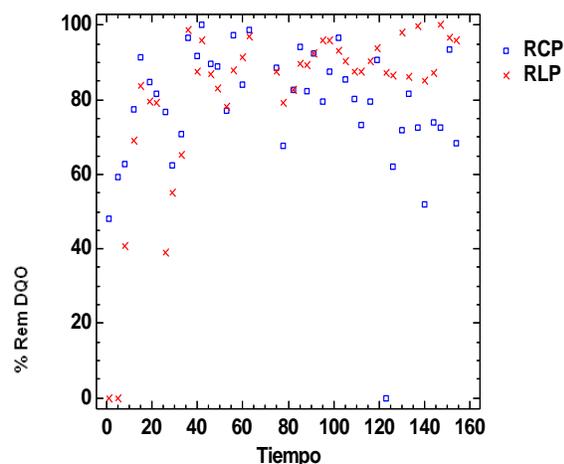


Figura 4-11. Remoción de materia orgánica en los reactores con planta

4.4.2 Concentración de nitrógeno amoniacal, nitratos, nitritos y sulfatos

Dentro de los múltiples factores que intervienen en la producción de electricidad en una CCM-HA se encuentra la presencia de nitratos y sulfatos. Estos pueden presentarse como aceptores alternos de electrones dentro de la celda electroquímica, en donde los electrones pueden ser consumidos antes de transferirse al ánodo (Helder *et al.* 2012), lo que podría incrementar o disminuir la potencia eléctrica generada (Salinas-Juárez, 2016). Debido a esto, se midieron las concentraciones de nitrógeno en su forma amoniacal, nitratos, nitritos y concentración de sulfatos de los efluentes de cada uno de los reactores, así como del agua que alimentó a los dos sistemas.

En la **Figura 4-12** se presentan los valores de concentración de nitrógeno en forma de NH_4^+ en cada uno de los reactores en modo continuo. En la etapa en circuito abierto, los reactores mostraron una variabilidad en los datos obtenidos. Esto pudo deberse a la estabilización del sistema mientras los microorganismos y las especies vegetales se adaptaban en los reactores, además del error cometido en la composición del agua residual sintética en los primeros 29 días. Para el día 31 se observa un incremento en la concentración de nitrógeno

como NH_4^+ del agua residual de alimentación de los reactores. Esta composición se mantuvo en una concentración de 9.13 ± 0.43 mg/L de nitrógeno amoniacal.

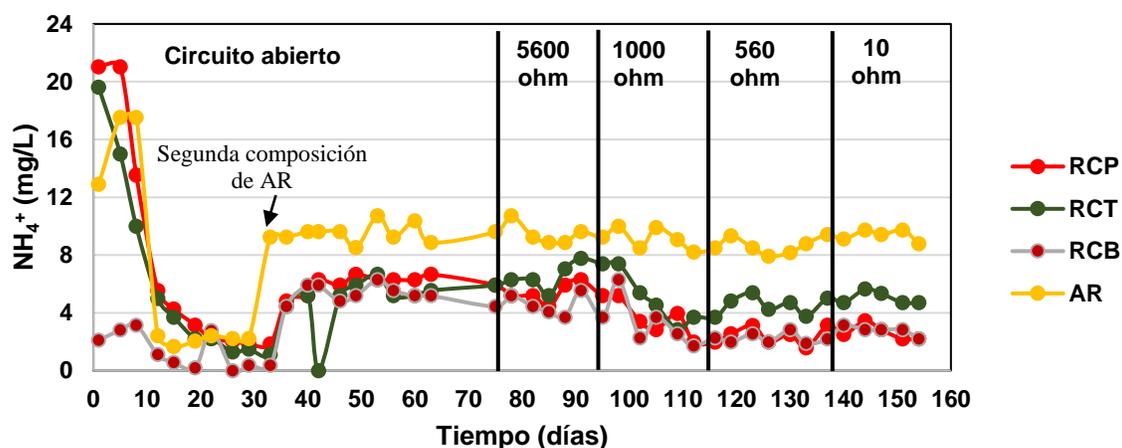


Figura 4-12. Concentración de NH_4^+ en reactores continuos en las etapas experimentales

El reactor que presentó una concentración menor de nitrógeno amoniacal fue el RCB seguido de RCP mientras que RCT se mantuvo con valores de concentración superior a partir de la etapa de conexión de resistencia eléctrica externa de 5600 ohm.

En la **Figura 4-13** se presentan los datos obtenidos para los reactores en modo por lotes. Se puede observar que los valores de concentración del influente de nitrógeno como NH_4^+ no presentan una diferencia significativa a partir del día 31. El reactor que presentó menor concentración de nitrógeno amoniacal fue el RLP seguido de RLB, mientras que RLT se mantuvo con valores por encima de los 6 mg/L.

A pesar de tener en el efluente concentraciones de nitrógeno amoniacal siendo este un catión aceptor alterno de electrones, no afectó en la producción de electricidad, tanto en modo continuo como en el modo por lotes debido a que no se encontró una correlación estadística entre la remoción de nitrógeno amoniacal y la producción de densidad de potencia.

En las **Figuras 4-14y 4-15** se presentan, en una gráfica, los datos obtenidos para la concentración de NO_3^- para los reactores continuos y por lotes, respectivamente.

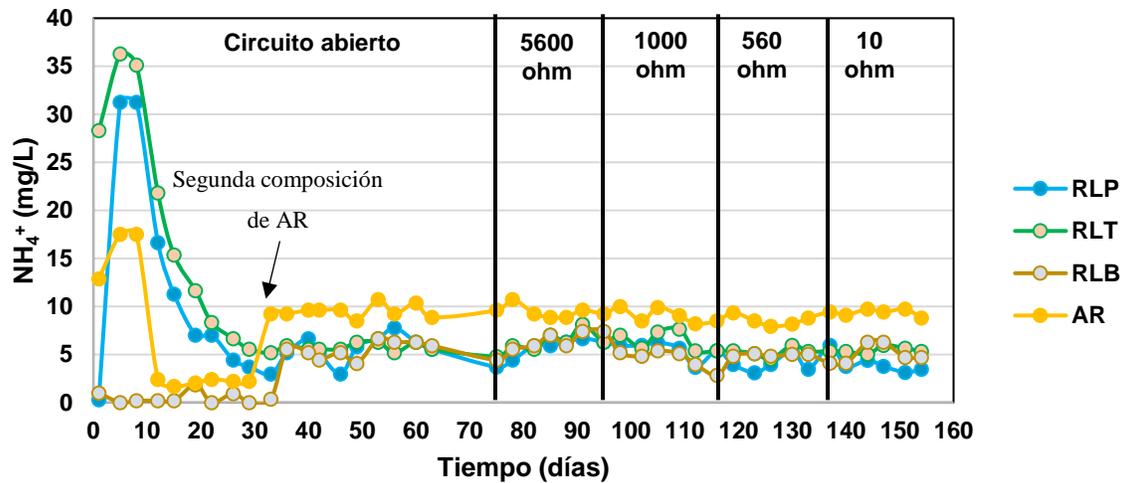


Figura 4-13. Concentración de NH_4^+ en reactores por lotes en las etapas experimentales

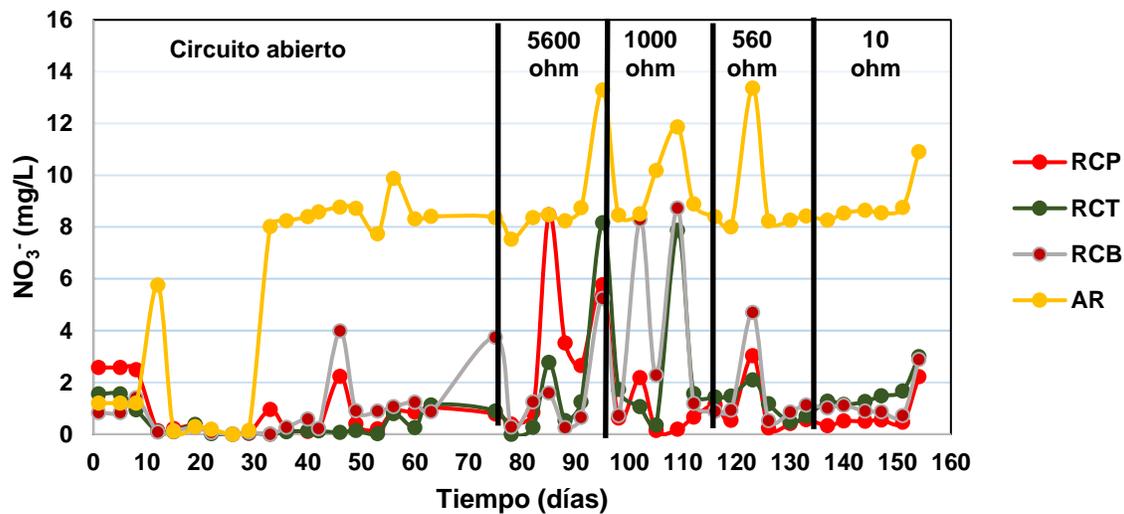


Figura 4-14. Concentración de NO_3^- en reactores continuos en las etapas experimentales

Se observa que en los dos sistemas de reactores para la etapa de conexión de resistencia externa de 5600 y de 1000 ohm hubo una variabilidad mayor comparada a las demás etapas en todos los reactores. Esto podría atribuirse al incremento de micro-zonas anóxicas donde la presencia del oxígeno provista por la raíz de la planta permitiera el proceso de nitrificación en los dos sistemas de reactores (Timmers *et al.*, 2010). Al hacer un análisis estadístico por reactor entre las diferentes etapas experimentales, se concluye que existe una diferencia significativa entre las etapas, por lo que se puede atribuir una influencia de las resistencias eléctricas externas en la concentración de nitrógeno en su forma de nitratos.

Para la etapa experimental final se observa una disminución de NO_3^- que presenta un comportamiento similar al de la densidad de potencia descrito en el apartado 4.5.

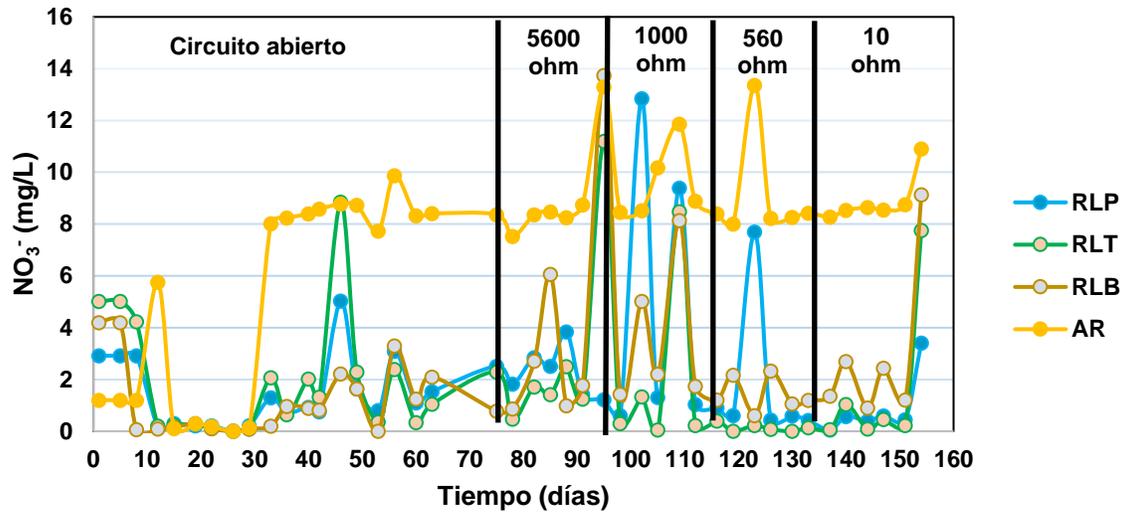


Figura 4-15. Concentración de NO_3^- en reactores por lotes en las etapas experimentales

Las concentraciones de nitritos en todos los reactores se encontraron por debajo de 0.1 mg/L como se muestra en la **Tabla 4.4**. Esto sugiere que no se dieron procesos de nitrificación para extracción de nitrógeno en forma de NH_4^+ , sino que la especie vegetal fue la que consumió el nitrógeno para su desarrollo (Orduña-Bustamante *et al.*, 2011).

Por otra parte, no se encontraron diferencias significativas en los reactores por lotes por etapa excepto para el reactor RLT que presentó al inicio de la experimentación concentraciones superiores a los 2 mg/L , esto podría sugerir que fue el único reactor que permitió condiciones para que se dieran los procesos de nitrificación.

Tabla 4.4. Concentración promedio de NO_2^- en las etapas experimentales (mg/L)

	Concentración de NO_2^- en los reactores (mg/L)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	AR
Circuito abierto	0.22 ± 0.27	0.18 ± 0.24	0.04 ± 0.04	0.31 ± 0.36	2.12 ± 2.23	0.10 ± 0.14	0.018 ± 0.03
5600 ohm	0.79 ± 0.17	0.44 ± 0.17	0.07 ± 0.08	0.71 ± 0.35	0.65 ± 0.27	0.09 ± 0.19	0.002 ± 0.00
1000 ohm	0.04 ± 0.05	0.02 ± 0.05	0.01 ± 0.00	0.01 ± 0.00	0.01 ± 0.00	0.05 ± 0.08	0.003 ± 0.00
560 ohm	0.26 ± 0.49	0.13 ± 0.49	0.01 ± 0.00	0.02 ± 0.01	0.05 ± 0.05	0.04 ± 0.04	0.002 ± 0.00
10 ohm	0.01 ± 0.01	0.01 ± 0.01	0.01 ± 0.00	0.02 ± 0.01	0.01 ± 0.00	0.03 ± 0.01	0.003 ± 0.00

Timmers *et al.* (2010) plantearon la hipótesis de que, en una CCMV plantada con *Spartina anglica*, se originaron fluctuaciones de concentración de NO_2^- debido probablemente al flujo de oxígeno de las raíces de la planta, causando que micro-zonas óxicas se desarrollaran en el ánodo y lo mismo podría ser considerado en esta investigación, ya que la especie vegetal completamente desarrollada estuvo en contacto en él. La liberación de oxígeno en la rizosfera del HA-CCM con nitrato en el medio puede promover el desarrollo de microorganismos facultativos anaerobios que produzcan ácidos grasos de cadena corta (acetato, propionato y butirato) que son utilizados por los microorganismos desnitrificantes como *Rhodocyclaceae* y *Comamonadaceae*. Estos microorganismos no contribuyen a la generación de corriente y limitan la cantidad de electrones transferidos al ánodo. Además, el cátodo es capaz de utilizar el nitrato como un aceptor final de electrones (Virdis *et al.*, 2008; Xie *et al.*, 2011).

Se realizó el análisis estadístico de la comparación de los reactores para las etapas experimentales (Anexo C.12) y se observa que los reactores operados en modo por lotes tienen una menor remoción de nitrógeno amoniacal comparados con los operados en modo continuo. Se observa también que los reactores que contenían la planta contribuyeron a mejorar la eficiencia de la remoción del nitrógeno en forma de NH_4^+ ya que estas especies vegetales consumen el nitrógeno para su desarrollo. Al comparar los porcentajes de remoción de nitrógeno en su forma amoniacal por etapa en los reactores RCP y RLP, se ve una diferencia significativa. Esto significa que el tiempo permitió que las especies vegetales se adaptaran al medio y comenzaran a consumir el nitrógeno disponible en los reactores y, aunque hubo un incremento en cada una de las etapas experimentales, no se correlaciona con la producción de electricidad debido a que en la etapa de 10 ohm disminuyó la densidad de potencia mientras que la remoción de nitrógeno total permaneció constante.

El aumento de remoción de nitrógeno amoniacal puede sugerir que la desnitrificación también estaba teniendo lugar, pero en menor proporción por la presencia de O_2 en el rizoma. La remoción de nitrógeno total en HA-CCM se ha reportado en los últimos años (Liu *et al.* 2014), correlacionando el oxígeno disuelto con la desnitrificación, donde la presencia de oxígeno disuelto en el reactor permite que el nitrógeno en forma amoniacal

pase a su forma de nitratos (Durán-de-Bazúa *et al.*, 2008; Huanosta-Gutiérrez, 2006; Orduña-Bustamante *et al.*, 2011). Esto podría explicar la presencia mayoritaria de NH_4^+ comparando con NO_3^- y NO_2^- en este experimento al haber ausencia de oxígeno disuelto.

En la **Tabla 4.5** se presentan los datos promedio por etapa de la concentración de sulfatos en los diferentes reactores. Se observa que los que presentaron mayor concentración de sulfatos fueron el reactor RCP seguido del RLT. Los valores muestran que operar en modo por lotes permite una mayor remoción de sulfatos. Al hacer un análisis estadístico por reactor en las etapas experimentales se puede concluir que no existe una diferencia significativa entre las etapas, lo que indica que las resistencias eléctricas en el circuito externo no influyeron en este parámetro.

Tabla 4.5. Concentración promedio de SO_4^{2-} en las etapas experimentales (mg/L)

	PROMEDIOS SO_4^{2-} (mg/L)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	AR
Circuito abierto	47.79±28.03	49.61±25.03	54.04±33.66	42.16±22.31	45.49±30.67	52.89±30.18	74.29±35.78
5600 ohm	96.25±7.62	83.30±5.37	61.50±18.57	73.99±9.95	85.28±7.02	43.51±28.12	110.10±23.00
1000 ohm	71.77±11.86	34.22±11.03	14.71±3.24	55.43±23.86	75.36±13.12	21.95±25.01	77.41±4.54
560 ohm	87.78±18.31	29.47±18.36	9.08±2.61	58.77±7.37	63.26±7.21	8.05±5.68	76.93±2.20
10 ohm	62.64±11.10	34.79±14.77	10.86±4.48	60.38±5.40	56.05±1.63	9.00±2.91	76.97±5.38

4.5 PARÁMETROS ELÉCTRICOS

Durante la experimentación se midieron los valores de diferencia de potencial e intensidad de corriente en el circuito externo de los reactores. Con estos dos parámetros y el área geométrica del ánodo se calculó la densidad de potencia. La intensidad de corriente fue medida diariamente a partir del día 74 (etapa donde se colocó la resistencia a 5600 ohm) en el circuito externo. Se realizaron las curvas de polarización de todos los reactores a partir del día 54 cuando la experimentación estaba en la etapa de circuito abierto mediante una caja de resistencias eléctricas variables.

Las **Tablas 4.6y 4.7** muestran los valores promedio de voltaje e intensidad de corriente respectivamente en las etapas de experimentación. Estos resultados se obtuvieron de la medición directa en el circuito externo de los reactores.

Desde el inicio de la experimentación, los reactores comenzaron a dar lecturas de voltaje, lo que sugiere que la zona anódica tenía condiciones anaerobias mientras la zona catódica presentaba condiciones aerobias, por lo que se propició la diferencia de potencial (Villaseñor *et al.* 2013).

Tabla 4.6. Promedios de voltaje medidos en las etapas de experimentación

	PROMEDIOS VOLTAJE (mV)					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
Circuito abierto	230.34±116.52	212.61±114.64	86.87±87.90	308.70±229.26	307.23±189.04	243.98±131.29
5600 ohm	502.29±119.09	199.50±78.45	59.64±81.35	362.43±262.53	224.36±182.26	75.93±109.24
1000 ohm	462.20±101.15	106.07±59.57	24.47±56.64	270.13±228.06	271.07±267.38	60.53±82.14
560 ohm	383.07±151.92	118.13±42.24	17.73±10.45	187.87±225.91	302.60±309.16	26.60±25.96
10 ohm	100.37±214.04	56.07±27.09	10.77±27.09	5.55±4.66	91.99±196.23	9.79±27.26

Tabla 4.7. Promedios de intensidad de corriente medidos a partir del día 74

	PROMEDIOS INTENSIDAD DE CORRIENTE (µA)					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
5600 ohm	1133.00±92.14	872.50±159.11	44.57±43.00	909.96±473.12	913.81±752.85	68.28±22.53
1000 ohm	1011.60±82.83	638.33±154.38	34.38±34.10	639.70±497.41	967.88±787.01	126.59±146.74
560 ohm	959.80±344.60	633.37±203.84	74.24±44.29	374.19±433.75	967.94±851.35	64.41±65.37
10 ohm	306.62±365.05	214.89±224.99	24.09±20.64	101.64±215.37	348.71±530.06	8.20±7.16

En la etapa de circuito abierto, el reactor que mayor voltaje produjo fue el RLP. Sin embargo, para las etapas posteriores, el RCP fue el que dio lecturas de voltaje superiores siendo en la etapa de conexión de 5600 ohm cuando hubo una mayor producción. Este comportamiento se presentó también con los valores de intensidad de corriente y, por consiguiente, con la densidad de potencia. Los reactores blancos, tanto para operación en modo continuo como por lotes, tuvieron valores menores al promedio. Comparativamente, los reactores que contenían a la especie vegetal fueron los que presentaron en cada una de las etapas la mayor producción de electricidad. El papel de las plantas en los HA-CCM para la mejora de la producción de electricidad ha sido destacado por Strik *et al.* (2008), afirmando que las raíces de las plantas pueden utilizarse como alimento por las bacterias para producir electricidad en estos dispositivos.

En la **Figura 4-16** se presentan en una gráfica los valores promedio obtenidos del cálculo de densidad de potencia eléctrica de todos los reactores. Durante la experimentación se

observó que en los reactores por lotes la densidad de potencia se aproximaba a cero un día después de realizar el cambio de agua. Esta variabilidad se observa mejor en la **Figura 4-17** al comparar la densidad de potencia en el reactor RCP y el RLP.

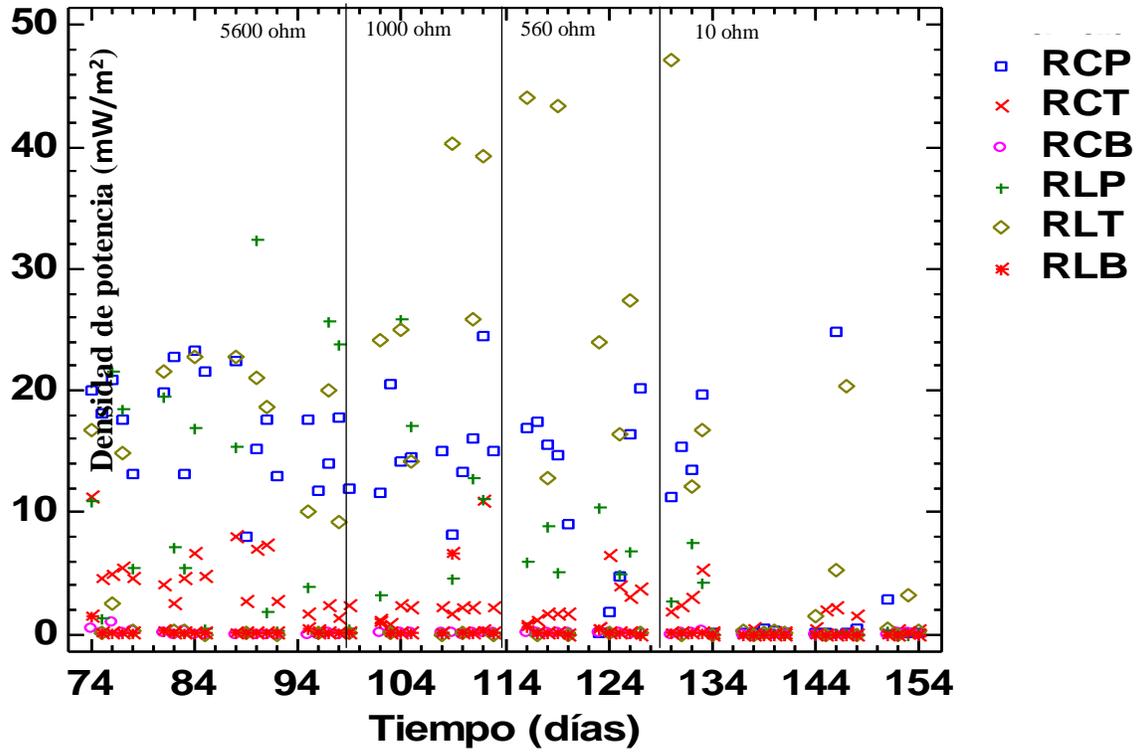


Figura 4-16. Valores de densidad de potencia en los reactores

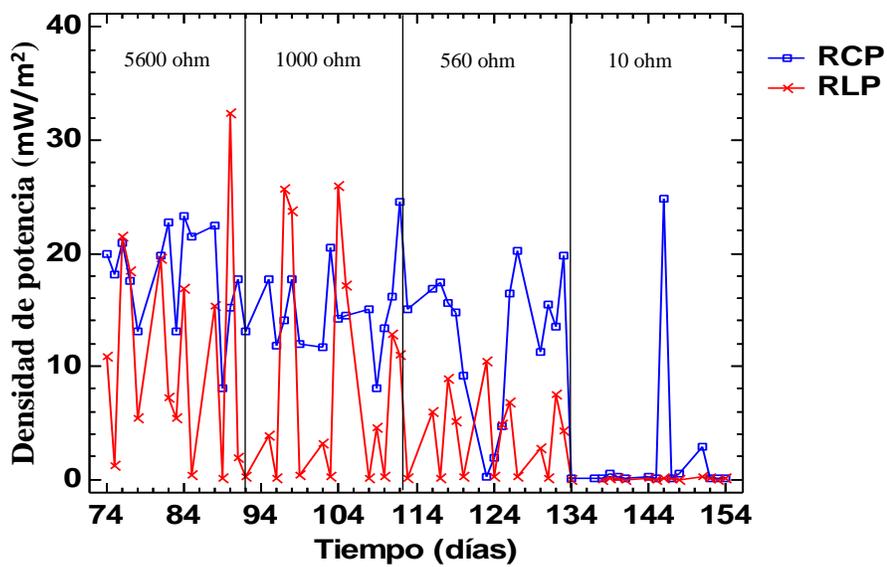


Figura 4-17 Densidad de potencia de reactores con planta

El valor máximo obtenido para los reactores por lotes fue en la etapa de conexión de 560 ohm en el reactor RLT con 47.10 mW/m^2 mientras que para los reactores continuos fue de 24.48 mW/m^2 en la etapa de 1000 ohm en el reactor RCP. Cuando se conectó la resistencia de 10 ohm en todos los reactores se observó una disminución considerable en la densidad de potencia como se observa en la **Tabla 4.8**.

Tabla 4.8 Valores promedio de densidad de potencia eléctrica

PROMEDIOS DE DENSIDAD DE POTENCIA (mW/m^2)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
5600 ohm	18.12±4.42	5.59±2.31	0.16±0.27	11.19±9.74	10.15±10.23	0.20±0.37
1000 ohm	14.95±3.98	2.40±2.42	0.03±0.04	8.59±10.03	13.86±14.48	0.59±1.67
560 ohm	12.81±6.20	2.60±1.66	0.04±0.05	3.82±3.59	16.26±17.42	0.10±0.19
10 ohm	1.97±6.36	0.50±0.76	0.01±0.02	0.03±0.05	2.11±5.26	0.00±0.01

Esto podría haberse originado debido a que los microorganismos no se adaptaron al cambio drástico de 560 a 10 ohm y sólo en esta última etapa, el día 146 se registraron valores altos para RCP como un punto aislado. En el día 123 (cuando se presentó la falla en el sistema RCP), se observó una caída drástica en los parámetros eléctricos de dicho reactor. El análisis estadístico demuestra que existe una diferencia significativa entre todos los reactores en las diferentes etapas experimentales (Anexo C.13) resultando que los reactores con planta son los que tienen una producción mayor de densidad de potencia comparados con los de tezontle y los reactores blanco.

Comparando los reactores por su modo de operación se obtuvo que el reactor operado en modo continuo tuvo una densidad de potencia mayor que el operado en modo por lotes y aunque RCP tuvo la falla en el día 123, a excepción de ese día se mantuvo por encima de RLP. En la etapa de 560 ohm RLT fue el que registró mayor densidad de potencia y consecutivamente RCP, lo que sugiere que operar en modo continuo permite una producción más estable de electricidad. Al momento de conectar la resistencia de 10 ohm, no se obtuvo una diferencia significativa entre los reactores, es decir, el cambio drástico de resistencia afectó a todos los reactores de la misma forma. Al comparar individualmente la densidad de potencia en las etapas experimentales de cada reactor (Anexo C.14) se observa que hubo una diferencia significativa, es decir, el cambio de resistencia en el circuito externo influyó en la producción de electricidad. Esto es, un valor de resistencia eléctrica

mayor para RCP permitió una producción de densidad de potencia superior. Este mismo comportamiento ocurrió en los reactores RCT, RCB, RLP y RLB y no así para RLT.

4.6 CURVAS DE POLARIZACIÓN

Las curvas de polarización se utilizan para caracterizar el comportamiento electroquímico y el rendimiento de un HA-CCM (Villaseñor *et al.*, 2013). Estas curvas se elaboraron utilizando una caja de resistencias eléctricas externas y los resultados se promediaron por etapa experimental, es decir, diariamente se realizaron las curvas de polarización y, al final de cada etapa, se promediaron los resultados obtenidos con las variaciones de resistencia.

En las **Figuras 4-18 y 4-19** se presentan los valores promedio de tensión y de densidad de corriente, respectivamente, para cada una de las etapas experimentales para el reactor RCP que fue el que mejor desempeño presentó en la producción de electricidad.

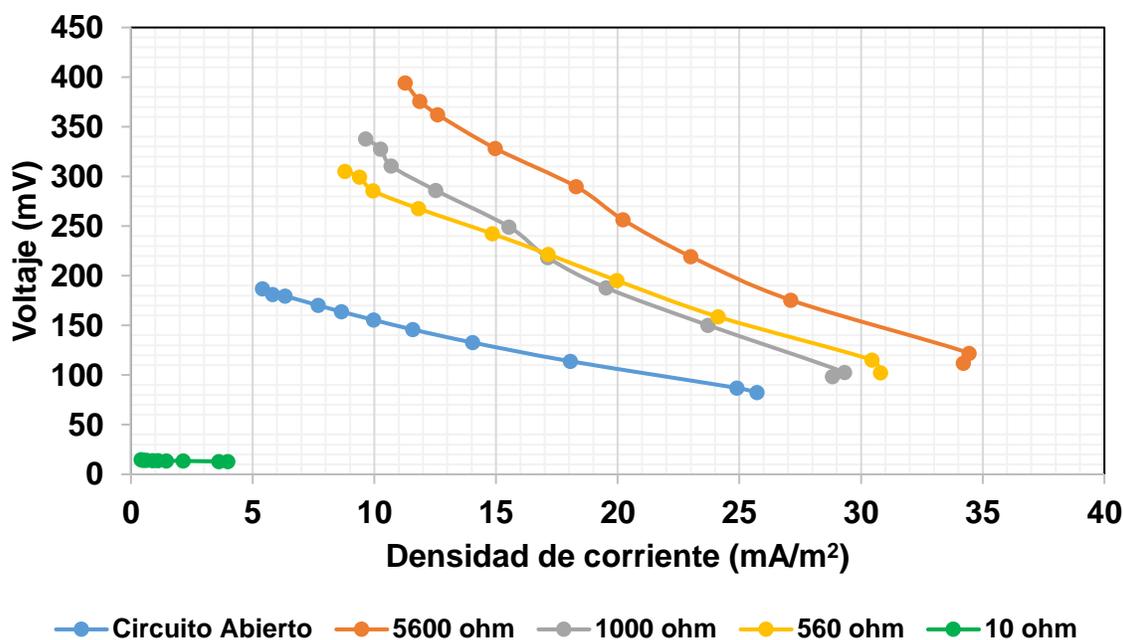


Figura 4-18. Curvas de polarización en las diferentes etapas experimentales de RCP

En estas curvas se observa que, al hacer la conexión de la resistencia de 5600 ohm, los valores del voltaje se incrementaron. Cuando se conectó la resistencia de 1000 ohm los valores disminuyeron. Se mantuvo de forma similar con la de 560 ohm. Cuando se conectó la resistencia de 10 ohm hubo una disminución considerable en el voltaje y la intensidad de

corriente. Esta tendencia se observó también en la curva de densidad de potencia, donde al conectar la resistencia de 5600 ohm la potencia aumentó y fue disminuyendo en las etapas experimentales posteriores.

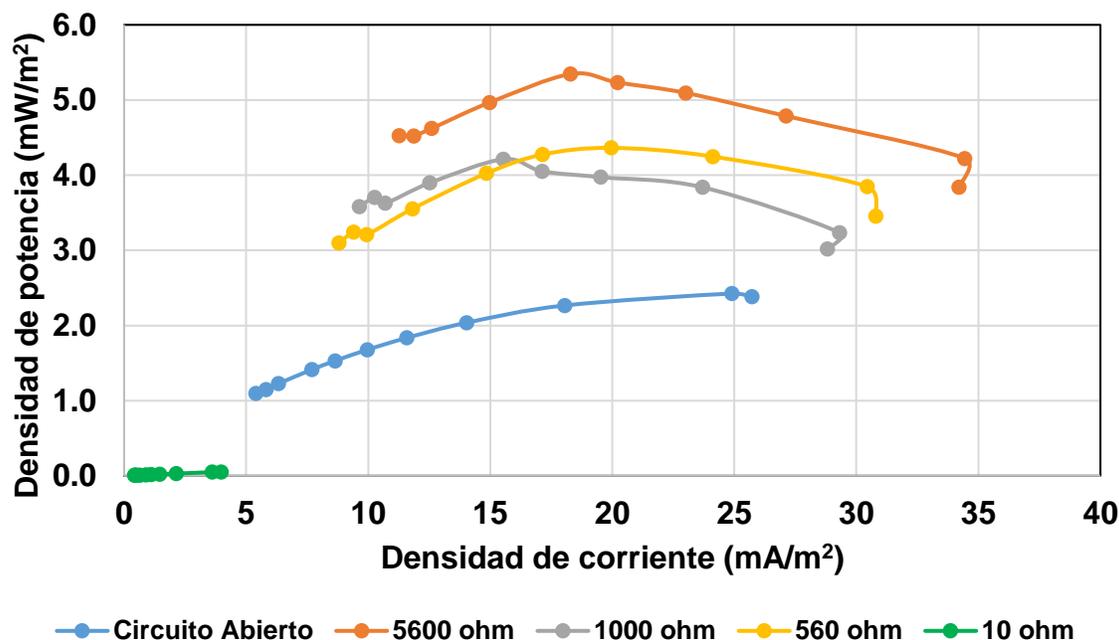


Figura 4-19. Curvas de potencia en las diferentes etapas experimentales de RCP

El comportamiento descrito anteriormente se presentó también en los otros reactores y el modo de operación no afectó este comportamiento. Sin embargo, comparando el modo de operación, los reactores en modo continuo permitieron valores superiores de densidad de potencia y de voltaje. Además, las curvas de polarización de los reactores operados por lotes presentan perfiles más inestables debido a la variación observada en los días posteriores al cambio de agua, tal como se observa en las **Figuras 4-20 y 4-21** y que se ven reflejados en los valores de desviación estándar de la **Tabla 4.9**.

La etapa que condujo a una mayor producción de electricidad fue de la conexión de 5600 ohm. La resistencia eléctrica externa podría haber favorecido que los microorganismos electrógenos proliferaran y se adaptaran mejor para consumir la materia orgánica disponible y así pudieran transferirse los electrones al ánodo y fluir hacia el cátodo para generar una corriente eléctrica. Al cambiar las resistencias eléctricas externas pudo haberse

provocado que los microorganismos no tuvieran una adaptación adecuada lo que conllevó a una inhibición del proceso metabólico de los microorganismos.

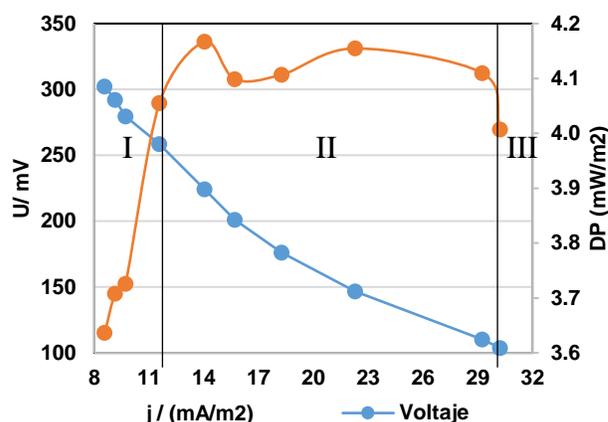
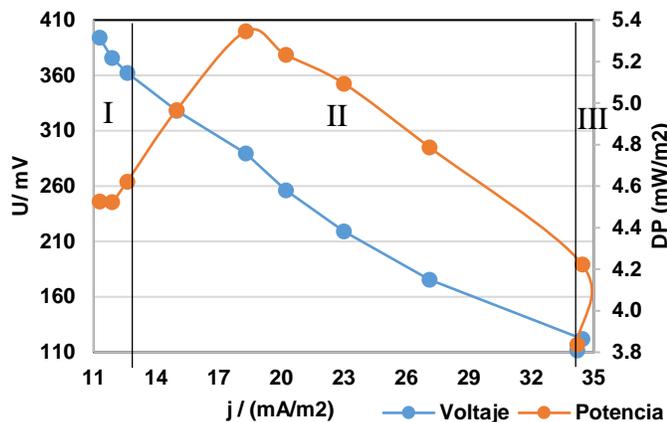


Figura 4-20. Curva de densidad de potencia, RCP **Figura 4-21.** Curva densidad de potencia RLP

Tabla 4.9. Valores promedio para curva de polarización en 5600 ohm

Ω	RCP			RLP		
	mV	mW/m ²	mA/m ²	mV	mW/m ²	mA/m ²
1000	394.14±53.57	4.53±1.26	11.27±1.57	302.29±190.67	3.64±3.24	8.58±5.49
900	375.79±44.07	4.52±1.09	11.87±1.42	292.07±181.75	3.71±3.25	9.14±5.72
800	362.29±41.61	4.62±1.05	12.60±1.39	279.43±170.38	3.73±3.21	9.71±5.96
600	328.14±35.51	4.97±1.06	14.98±1.58	258.57±153.93	4.06±3.42	11.57±6.91
400	289.71±27.08	5.35±1.01	18.29±1.72	224.29±127.35	4.17±3.34	14.04±8.01
300	256.36±24.22	5.23±1.02	20.22±2.00	200.93±109.99	4.10±3.12	15.69±8.62
200	219.29±21.23	5.09±1.01	23.01±2.31	176.21±92.64	4.11±2.92	18.26±9.65
100	175.43±18.73	4.79±0.83	27.12±2.30	146.64±75.79	4.15±2.94	22.29±11.88
10	122.00±8.86	4.22±0.59	34.44±2.38	110.29±57.94	4.11±2.98	29.25±16.11
1.9	111.79±7.46	3.84±0.51	34.20±2.53	103.79±55.12	4.01±2.88	30.23±16.49

En las curvas de polarización de las **Figuras 4-20** y **4-21** se encuentran tres zonas importantes. La zona I que corresponde a las pérdidas de activación debido a la cinética de reacción, la zona II que corresponde a las pérdidas por tensión debidas a las pérdidas óhmicas y la zona III correspondiente a las pérdidas de concentración debido al agotamiento de los sustratos oxidados en la zona anódica. En este caso, la materia orgánica contenida en el agua residual y los exudados de la raíz son el sustrato.

Se observa que para RLP, existe una zona de pérdidas óhmicas mayor comparadas con la zona I y III. Esto puede atribuirse también a la configuración del sistema, al ser un reactor alimentado con un flujo ascendente. En los reactores operados por Liu *et al.* (2014) se utilizaron los gradientes rédox naturales proporcionados por este tipo de flujo dando como resultado una separación de electrodos muy grande que contribuyó a la resistencia óhmica del sistema.

Comparando los reactores con planta, sin planta y blanco para la etapa de 5600 ohm (donde se obtuvo mayor producción de electricidad), los reactores que contenían a la especie vegetal son las que muestran una generación mayor de electricidad, dicho comportamiento se observa claramente en la **Figura 4-22**. Esto implica que plantar *Typha latifolia* en HA-CCM mejora de manera efectiva la generación de electricidad.

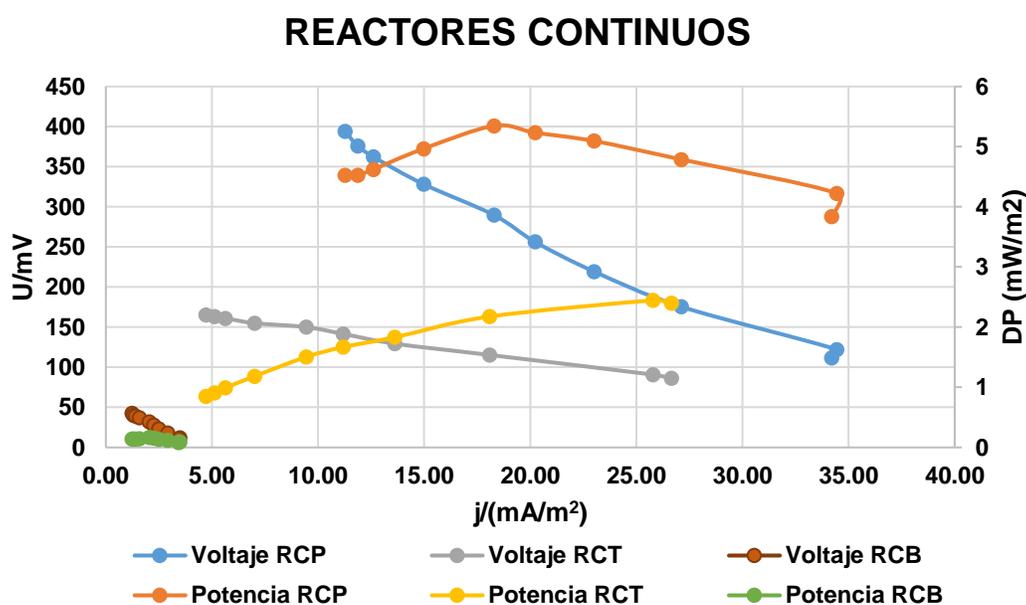


Figura 4-22. Comparación de curvas de polarización de reactores RCP, RCT y RCB en 5600 ohm

Los voltajes del reactor con planta, sin planta y blanco en modo continuo fueron 394, 163 y 40 mV, respectivamente para la etapa de 5600 ohm. La densidad de potencia máxima del RCP fue 5.35 mWm^{-2} , dos veces más que la del reactor sin planta (2.44 mWm^{-2}). Estos resultados se han obtenido en trabajos similares (Liu *et al.*, 2013) lo que permite demostrar que la especie vegetal sí tiene una influencia en la generación de electricidad. En los

reactores operados por lotes mostrados en la **Figura 4-23** se observa un comportamiento similar con la diferencia de que la variación de potencia es mayor para RLT que para RLP.

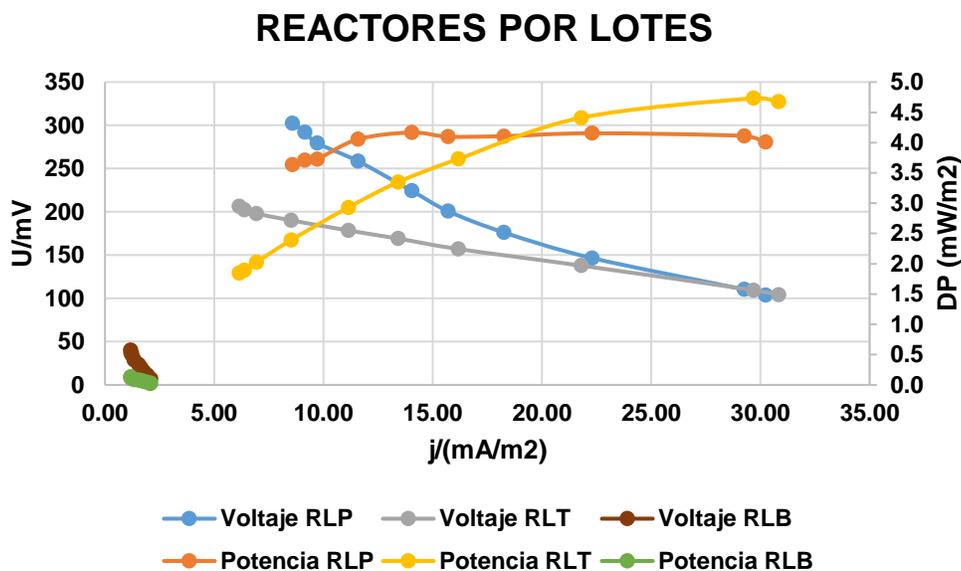


Figura 4-23. Comparación de curvas de polarización de reactores RLP, RLT y RLB en 5600 ohm

4.7 RELACIÓN REMOCIÓN-PRODUCCIÓN DE ELECTRICIDAD

En las **Figuras 4-24 y 4-25** se presentan los valores promedio de la densidad de potencia (líneas azules) de los reactores continuos y por lotes, respectivamente, al cerrar el circuito con las resistencias externas. Las líneas naranjas en la gráfica muestran la remoción de materia orgánica medida como DQO_{total} .

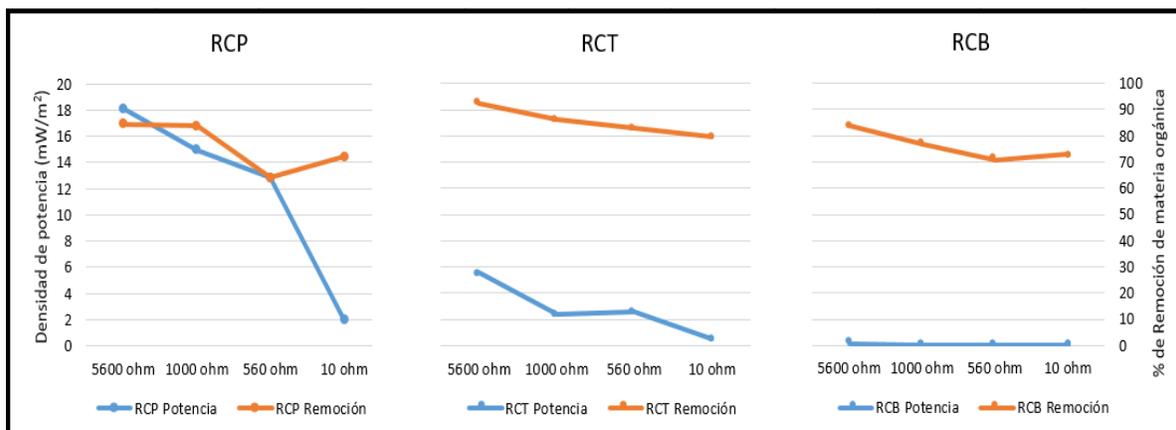


Figura 4-24. Relación producción de electricidad-remoción de materia orgánica en reactores continuos

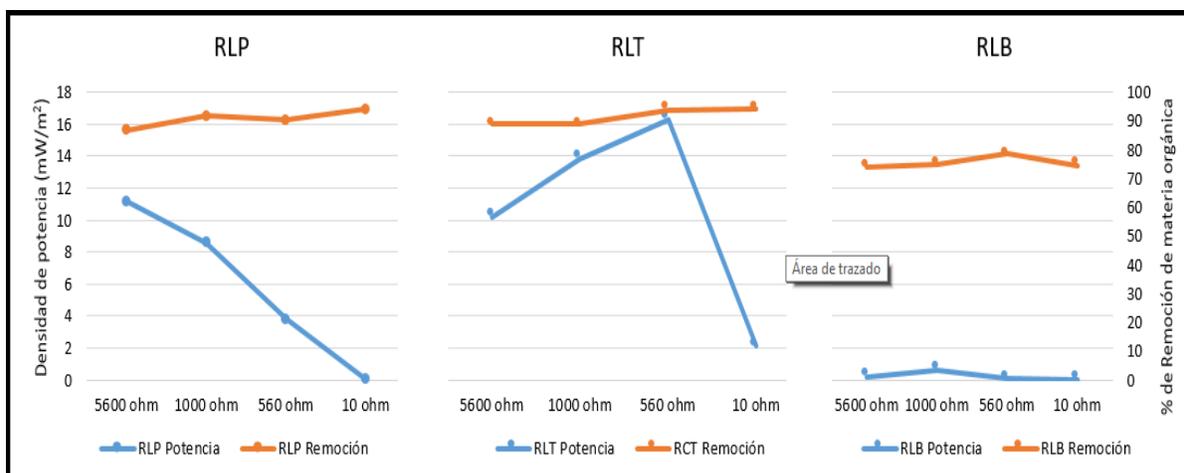


Figura 4-25. Relación producción de electricidad-remoción de materia orgánica

Se observa que, a medida que disminuye el valor de la resistencia en el circuito externo, el valor de la densidad y la remoción de materia orgánica disminuyen en los reactores RCP, RCT y RLP. Esto no ocurre así para el reactor RLT donde, a medida que disminuye la resistencia, los microorganismos electrógenos producen más potencia eléctrica a la vez que el porcentaje de remoción se incrementa. Los reactores blancos tuvieron producciones de potencia por debajo de 1 mW/m².

Si bien la inclusión de la celda de combustible microbiana en el humedal ha demostrado la capacidad de mejorar la eficiencia de remoción de materia orgánica medida como DQO, en trabajos recientes se ha indicado que entre 0.05 y 3.9% de la materia que ingresa al HA-CCM es utilizada para producir una corriente eléctrica (Doherty *et al.*, 2015; Liu *et al.*, 2014). Esto significa que, aunque haya más carga de materia orgánica, no necesariamente se producirá más corriente. Esto explica el comportamiento mostrado en los reactores por lotes en la **Figura 4-25** en los que, a pesar de que estadísticamente no hay una diferencia significativa en las remociones, sí hubo una diferencia en la producción de electricidad promovida principalmente por el cambio de resistencias en el circuito externo.

Para los reactores por lote no se observó una correlación entre la remoción de materia orgánica y la densidad de potencia eléctrica. En los reactores por lotes operados por Zhao *et al.* (2013) se presentó una condición similar y se determinó que las salidas de potencia se mantuvieron constantes aun cuando las remociones de materia orgánica habían alcanzado su mayor valor, lo que sugiere que un pequeño porcentaje de los microorganismos estaban

contribuyendo a la producción de electricidad como resultado de la configuración física del reactor o de una cantidad insuficiente de bacterias electrógenas.

Aunque no se realizaron estudios microbiológicos de los reactores, es probable que el inóculo contuviera una gran cantidad de bacterias anaerobias que pudieron encargarse de oxidar la materia orgánica del agua residual pero que no necesariamente eran electrógenas; mientras que los microorganismos encargados de los procesos de transferencia de electrones pudieron estar presentes en menor cantidad. Este sería una hipótesis a confirmar en estudios posteriores.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. CONCLUSIONES

Con base en los objetivos planteados en este trabajo y a partir de los resultados obtenidos se concluye lo siguiente:

- La configuración de los reactores y los materiales empleados en este trabajo promovieron la remoción de materia orgánica y la producción de electricidad simultáneamente.
- Los reactores con el modo de operación con flujo continuo fueron los que mayor producción de electricidad presentaron, mientras que el modo por lotes origina una disminución considerable en la producción de la electricidad un día después de hacer cada cambio de agua, provocando una inestabilidad en el sistema.
- La operación de los reactores con planta, sin planta y el reactor blanco en los dos sistemas de operación permitieron evaluar los diferentes parámetros de seguimiento para obtener los análisis estadísticos correspondientes y así determinar la mejor configuración.
- La etapa experimental que produjo un mayor valor de electricidad fue la correspondiente a la conexión de resistencia eléctrica externa de 5600 Ω . A pesar de que los valores puntuales máximos obtenidos de densidad de potencia se dieron en la etapa de 1000 ohm y 560 ohm para RCP y RLT, respectivamente, el análisis estadístico demuestra que fueron puntos aislados y no influyeron significativamente en el promedio. Se determinó que en este tipo de reactores la especie vegetal contribuye en la generación de electricidad a pesar de que los microorganismos electrógenos son uno de los factores principales para la producción de electricidad.
- Los reactores operados en modo por lotes presentaron una remoción de la materia orgánica mayor que los operados en modo continuo. Se determinó que la especie vegetal, siendo única, no contribuye significativamente a la remoción y que los reactores que operaron sin planta actuaron como celdas de combustible microbiana de sedimentos teniendo como fuente de carbono el agua residual sintética, llevando a cabo la remoción de la materia orgánica. Los reactores que no contenían especie vegetal ni sustrato removieron en menor cantidad la materia orgánica en los

reactores y esto pudo deberse a que los microorganismos que se encontraron en el aire contribuyeron a este proceso, alojándose en los electrodos del sistema.

- La remoción del nitrógeno en forma de NH_4^+ , NO_3^- y NO_2^- en los reactores no se vio influenciada por el cambio de resistencia en el circuito externo de los reactores. Sin embargo, la operación en modo continuo permitió una remoción mayor de nitrógeno amoniacal. Los datos sugieren que no se dieron procesos de desnitrificación debido a que los análisis muestran que el nitrógeno en su forma amoniacal se presenta en mayor proporción. Probablemente el nitrógeno fue utilizado por la especie vegetal para su crecimiento y no se observó una influencia en la producción de electricidad.
- La especie vegetal *Typha latifolia* sembrada en los reactores RCP y RLP tuvo una rapidez de crecimiento similar. Esto significa que el modo de operación no influyó en el desarrollo de la planta ya que la planta tomó los nutrientes necesarios para madurar. El tratamiento inicial que se le aplicó a las especies vegetales permitió una adaptación adecuada en los reactores.

5.2. RECOMENDACIONES

Con el objetivo de mejorar la generación eléctrica y en un estudio más avanzado con los humedales artificiales asistidos electroquímicamente se recomiendan lo siguiente:

1. Caracterizar la microbiota de los reactores debido a que los microorganismos electrogénos son uno de los principales componentes generadores de corriente.
2. En celdas de combustible microbianas, en algunos casos se utiliza una membrana de separación selectiva con los protones y los cationes que pasan al cátodo mejorando la confinación de las reacciones, con el fin de incrementar la diferencia de potencial entre los electrodos. En este trabajo de tesis, se utilizó un material pétreo de separación entre el ánodo y el cátodo; sin embargo, no se evaluó la influencia de este material en la producción de electricidad. Este sería un nicho de oportunidad para buscar materiales de bajo costo disponibles en las comunidades donde se instalarían estos sistemas.
3. El cambio brusco de la resistencia eléctrica en el circuito externo de los reactores podría haber ocasionado una baja adaptabilidad de los microorganismos

electrógenos. Esto provocó una disminución considerable en la densidad de potencia entre las resistencias, por lo que en trabajos posteriores se recomienda evaluar cambios de resistencia en intervalos menores.

4. Se recomienda que en investigaciones futuras se estudie el efecto de la temperatura sobre el desempeño de los reactores. Esta variable ha sido poco estudiada en trabajos similares y es necesario controlarla debido a que los microorganismos que se encuentran en los reactores son sensibles a la temperatura. Podrían ser operados en un invernadero e incluso aprovechar especies vegetales ornamentales para obtener un ingreso extra (Hernández-Alarcón, 2016).
5. Los potenciales de los electrodos (ánodo y cátodo) pueden afectar las curvas de polarización de los reactores. Es necesario realizar una medición de éstos para considerarlos en las pérdidas que se presentan en las curvas de polarización.
6. La influencia del crecimiento de la especie vegetal puede ser una variable que afecte la producción de la electricidad por lo que se recomienda que en trabajos posteriores se trabaje con plantas maduras y no en etapa de crecimiento y en unidades donde puedan haber más especímenes en cada reactor.

BIBLIOGRAFÍA

- Aelterman, P.K., Rabaey, P., Caluwaert, P., Verstraete, W. 2006. Microbial fuel cell for wastewater treatment. *Water Sci.Technol.* **54**:9-15.

- Amábilis-Sosa, L.E. 2015. Remoción de metales pesados en humedales artificiales inoculados con cepas tolerantes. *Tesis de Doctorado en Ingeniería*. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Ingeniería Ambiental, Agua). UNAM. Defensa: Agosto 7. México D.F. México.

- André, F.J., Castro, L.M., Cerdá, E. 2012. Las energías renovables en el ámbito internacional. *Universidad Complutense de Madrid*. P. 26. Madrid, España.

- APHA-AWWA-WPCF. 1992. *Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales*. Ediciones Díaz de Santos. Madrid. España.

- Cabrera, L. 2002. *Diccionario de aztequismos*. Revisión y puesta en orden: J. Ignacio Dávila-Garibi. Términos nahuas: Luis Reyes-García. Términos latinos (clasificaciones botánicas y zoológicas): Esteban Inciarte. 5ª edición. ISBN 968-867-038-3. Ed. Colofón S.A. México D.F. México.

- Caselles-Osorio, A., García, J. 2007. Impact o different feeding strategies and plant presence on the performance of shallow horizontal subsurface-flow constructed wetlands. *Science of The Total Enviroment.* **378**:253-262.

- Cheng, S., Liu, H., Logan, B.E. 2006. Power densities using different cathode catalysts (Pt and CoTMPP) and polymer bindersnafion and PTFE in single chamber microbial fuel cells. *Environ.Sci.Technol.* **40**:364-369.

- Coviello, M., Altomonte, H. 2003. Sostenibilidad energética en América Latina y el Caribe: El aporte de las fuentes renovables. *CEPAL, Comisión Económica para América Latina y el Caribe*. P. 80. Sao Paulo, Brasil.

- CONAGUA. 2013. *Manual de sistemas de tratamiento de aguas residuales utilizados en Japón*. Comisión Nacional del Agua. P. 3. México, D.F. México.

- Daud, S.M., Kim, B.H., Ghasemi, M., Daud, W.R.W. 2015. Separators used in microbial electrochemical technologies: Current status and future prospects. *Bioresour. Technol.* **195**:170-179.

- DOF. 2014. Norma Mexicana NMX-AA-074-SCFI-2014. *Análisis de agua- Medición del ión sulfato en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México, D.F. México.

- DOF. 2010. Norma Mexicana NMX-AA-026-SCFI-2010. *Análisis de agua- Medición de nitrógeno total Kjeldahl en aguas naturales, residuales y residuales tratadas Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México, D.F. México.

- DOF. 2009. Modificación del inciso 0, el encabezado de la Tabla 13, el último párrafo del Anexo B y el apartado Signo decimal de la Tabla 21 de la Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCFI-2002. El signo decimal debe ser una coma sobre la línea (,) o un punto sobre la línea (·). Si la magnitud de un número es menor que la unidad, el signo decimal debe ser precedido por un cero. *Sistema general de unidades de medida*. Secretaría de Economía. Jueves 24 de septiembre de 2009 DIARIO OFICIAL (Primera Sección). Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- DOF. 2006. Norma Mexicana NMX-AA-099-SCFI-2006. *Análisis de agua- Determinación de nitrógeno de nitritos en aguas naturales y residuales- Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- DOF. 2001. Norma Mexicana NMX-AA-030-SCFI-2001. *Análisis de agua- Determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- DOF. 1986. Norma Mexicana NMX-AA-082-1986. *Contaminación del agua- Determinación de nitrógeno de nitrato- Método espectrofotométrico ultravioleta*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- Doherty, L., Zhao, Y., Zhao, X., Hu, Y., Hao, X., Xu, L., Liu, R. 2015. A review of a recently emerged technology: Constructed wetland – Microbial fuel cells. *Water Res.* **85**:38-45.

- Durán-de-Bazúa, C., Guido-Zárate, A., Huanosta, T., Padrón-López, R.M., Rodríguez-Monroy, J. 2008. Artificial wetlands performance: nitrogen removal. *Water Sci. Tech.* **58**(7):1357-1360.

- EPA. 2000. *Constructed wetlands treatment of municipal wastewaters*. US Environmental Protection Agency. P.13. Cincinnati, Ohio, EE.UU.

- Erazo-Cortés, G.I. 2015. Evaluación de medios de empaque para un reactor que simula un humedal artificial asistido electroquímicamente. *Tesis profesional de Ingeniería Química*. Facultad de Química, UNAM. Defensa: Junio 23. México D.F. México.

- Falcón, A., Lozano, E., Juárez, K. 2009. Bioelectricidad. *Biotechnology*. **13**(3):62-78.

- Fenoglio-Limón, F.E. 2003. Fenómenos de transferencia de oxígeno por convección en sistemas que simulan humedales artificiales utilizando columnas empacadas. *Tesis de Maestría en Ciencias*. Programa de Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas (Orientación: Química Ambiental). UNAM. Defensa: Junio 5. México D.F. México.
- Freguia, S., Rabaey, K., Yuan, Z. G., Keller, J. 2008. Sequential anode-cathode configuration improves cathodic oxygen reduction and effluent quality of microbial fuel cells. *Water Res.* **42**:1387-1396.
- García, J., Rousseau, D. P. L., Morató, J., Lesage, E., Matamoros, V., Bayona, J. M. 2010. Contaminant removal processes in subsurface-flow constructed wetlands: A review. *Environ. Sci. Technol.* **40**:561-661.
- García, J., Aguirre, P., Barragán, J., Mujeriego, R., Matamoros, V., Bayona, J.M. 2005. Effect of key design parameters on the efficiency of horizontal subsurface flow constructed wetlands. *Ecol. Eng.* **25**:405-418.
- González del Campo, A., Lobato, J., Cañizares, P., Rodrigo, M.A., Fernández-Morales, F.J., 2013. Short-term effects of temperature and COD in a microbial fuel cell. *Appl. Energy.* **101**:213-217.
- Guido-Zarate, A. 2006. Estudio de los potenciales de óxido-reducción en reactores biológicos que simulan un humedal artificial. *Tesis de Maestría en Ingeniería*. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Ingeniería Ambiental, Agua). UNAM. Defensa: Julio 4. México D.F., México.
- He, Z., Minteer, S.D., Angenent, L.T. 2005. Electricity generation from artificial wastewater using an upflow microbial fuel cell. *Environ. Sci. Technol.* **39**:5262-5267.
- Helder, M., Chen, W-S., Van der Harst, E.J.M., Strik, D.P.B.T.B., Hamelers, H.V.M., Buisman, C.J.N., Pottih, J. 2013. Electricity production with living plants on a green roof: Environmental performance of the plant-microbial fuel cell. *Biofuels, Bioproducts and Biorefining.* **7**(1):52-64.
- Helder, M., Strik, D.P.B.T.B., Hamelers, H.V.M., Kuijken, R.C.P., Buisman, C.J.N. 2012. New plant-growth medium for increased power output of the Plant-Microbial Fuel Cell. *Bioresour. Technol.* **104**:417-23.
- Hernández, M. 2010. Suelos de humedales como sumideros de carbono y fuentes de metano. *Terra Latinoamericana.* **28**(2):139-147.
- Hernández-Alarcón, M.E. 2016. Humedales ornamentales con participación comunitaria para el saneamiento de aguas municipales en México. *Revista Internacional de Desarrollo Regional Sustentable.* **1**(2):1-12.

- Huanosta-Gutiérrez, T. 2006. Estudio de la dinámica y remoción de especies de nitrógeno en humedales artificiales de flujo vertical a escala de laboratorio. **Tesis profesional de Química**. Facultad de Química, UNAM. Defensa: Diciembre 07. México D.F. México
- INEGI. 2011. **Principales resultados del Censo de Población y Vivienda 2010**. Instituto Nacional de Estadística y Geografía. Poder Ejecutivo Federal. P. 105. México, D.F. México.
- Kadlec, R., Wallace S. D. 2009. **Treatment Wetlands. 2^a edición**. Ed. CRC Press. P. 5. Boca Raton, Florida, EE.UU.
- Kadlec, R., Knight, R., Vymazal, J., Brix, H., Cooper, P., Haberl, R. 2000. **Constructed wetlands for pollution control: Processes, performance, design and operation**. IWA Scientific and Technical Report No. 8. IWA Publishing. Pp 155. Londres, Reino Unido.
- Kim, G.T., Webster, G., Wimpenny, W.T., Kim, B.H., Kim, H.J., Weighman, A.J. 2006. Bacterial community structure, compartmentalization and activity in a microbial fuel cell. **Appl. Microbiol.** **101**:698-710.
- Lara, J. 1999. Depuración de aguas residuales municipales con humedales artificiales. **Tesis profesional**. Universidad Politécnica de Cataluña. P. 49. Barcelona, España.
- Lee, J.N., Phung, T., Chang, I.S., Kim, B.H., Sung, H.C. 2003. Use of acetate for enrichment of electrochemically active microorganism and their 16s rDNA analyses. **FEMS Microbiol. Lett.** **223**:185-191.
- LIQ-FQ-UNAM. 2015. **Procedimiento para medir la granulometría de materiales sólidos**. Laboratorio de Ingeniería Química del Departamento de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM. Comunicación personal. México D.F., México.
- Liu, H., Logan, B.E. 2004. Electricity generation using an air-cathode single chamber microbial fuel cell in the presence and absence of a proton exchange membrane. **Environ. Sci. Technol.** **38**:4040-4046.
- Liu, S., Song, H., Li, X., Yang, F. 2013. Power generation enhancement by utilizing plant photosynthate in microbial fuel cell coupled constructed wetland system. **International Journal of Photoenergy**. Article ID 172010, 10 pp. <http://dx.doi.org/10.1155/2013/172010>.
- Liu, S., Song, H., Wei, S., Yang, F., Li, X. 2014. Bio-cathode materials evaluation and configuration optimization for power output of vertical subsurface flow constructed wetlands microbial fuel cell systems. **Bioresour.Technol.** **166**:575-583.
- Logan, B., Hamelers, B., Rozendal, R., Schröder, U., Keller, J., Freguia, S., Aelterman, P., Verstraete, W., Rabaey, K. 2006. **Microbial fuel cells: Methodology and technology**. American Chemical Society. Nueva York, NY, EE.UU.

- Luna-Pabello, V.M., Durán-Domínguez-de-Bazúa, C. 1998. Humedales artificiales de flujo horizontal o vertical, procedimiento para tratar aguas residuales. Solicitud de Registro: Diciembre 15, 1998. Cesión irrestricta de derechos a la UNAM. Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial. Dirección Divisional de Patentes. *Patente Núm. 210924*. Otorgada el 21 de octubre de 2002. México D.F. México.
- Mitsch, W.J., Gosselink, J. 2000. *Wetlands*. 3ª edición. Wiley John and Sons, Inc. Nueva York, NY, EE.UU.
- Navarro-F., A.E., Morales-M., L., Sánchez-M., J., Montoya-R., J.I. 2015. Humedales híbridos para la remoción de microcontaminantes orgánicos de aguas residuales municipales. *Revista Latinoamericana El Ambiente y las Ciencias*. 6(12 Número Especial):86-90.
- Numeragua. 2015. Comisión Nacional del Agua. Uso energía eléctrica. P. 45. México.
- Oon, Y.-L., Ong, S.-A., Ho, L.-N., Wong, Y.-S., Oon, Y.-S., Lehl, H., Thung, W.-E. 2015. Hybrid system up-flow constructed wetland integrated with microbial fuel cell for simultaneous wastewater treatment and electricity generation. *Bioresour. Technol.* **186**:270-275.
- Orduña-Bustamante, M.A. 2012. Evaluación del suministro de nutrientes sobre la eficiencia de remoción de contaminantes de un humedal artificial a escala de laboratorio. *Tesis de Doctorado en Ingeniería*. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Ingeniería Ambiental, Suelo). UNAM. Defensa: Marzo 5. México D.F., México.
- Orduña-Bustamante, M.A., Vaca-Mier, M., Escalante-Estrada, J.A., Durán-Domínguez-de-Bazúa, C. 2011. Nitrogen and potassium variation on contaminant removal for a vertical subsurface flow lab scale constructed wetland. *Bioresour. Technol.* **102**:7745-7754.
- Ramsar Convention. 1971. *Convención Relativa a los Humedales de Importancia Internacional Especialmente como Hábitat de Aves Acuáticas*. Ramsar Convention Bureau. Ramsar, Irán.
- Ramírez-Gama, R.M., Luna-Millán, B., Mejía-Chávez, A., Velázquez-Madrado, O., Tsuzuki-Reyes, G., Vierna-García, L., Muggenburg, I. 1995. *Manual de prácticas de microbiología general*. Facultad de Química. UNAM. México D.F. México.
- Rozendal, R.A., Hamelers, V.M.H., Rabaey, K., Keller, J. Buisman, J.N.C. 2008. Towards practical implementation of bioelectrochemical wastewater treatment. *Trend. Biotechnol.* **26**:450-459.
- Salinas-Juárez, M.G. 2016. Estudio de la generación de electricidad en un humedal artificial asistido electroquímicamente. *Tesis de Doctorado en Ingeniería*. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Ingeniería Ambiental, Suelo). UNAM. Defensa: Diciembre 02. México D.F., México.

- Salinas-Juárez, M.G., Roquero, P., Durán-Domínguez-de-Bazúa, M.C. 2016. Plant and microorganisms support media for electricity generation in biological fuel cells with living hydrophytes. *Bioelectrochemistry*. **112**:145-152.
- SENER. 2015a. *Balance Nacional de Energía 2015*. Secretaría de Energía – Subsecretaría de Planeación Energética y Desarrollo Tecnológico – Dirección General de Planeación Energética. P. 24. México.
- SENER. 2015b. *Prospectiva del sector eléctrico 2015-2009*. Secretaría de Energía. P. 38. México.
- SEMARNAT. 2015. *Política Nacional de Humedales*. Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales. Poder Ejecutivo Federal. P. 38. México, D.F. México.
- Soto-Esquivel, M. G. 2003. Efecto de la generación de oxígeno fotosintético en un sistema sólido-líquido-gas. *Tesis de Maestría en Ingeniería*. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Campo del conocimiento: Ingeniería Ambiental, Campo disciplinario: Agua). UNAM. Defensa: Diciembre 5. México D.F. México.
- Strik, D.P.B.T.B., Hamelers, H.V.M., Snel, J.F.H., Buisman, C.J.N. 2008. Green electricity production with living plants and bacteria in a fuel cell. *International Journal of Energy Research*. **32**:870-876.
- Sundaravadivel, M., Vigneswaran, S. 2013. Constructed wetlands for wastewater treatment. *Environ. Sci. Technol.* **31**(4):351-409.
- Suthersan, S.S. 2002. *Natural and enhanced remediation systems*. Acradis, Lewis Publisher, Washington, DC. EE.UU.
- Tanner, C., D'Eugenio, J., McBride, G., Sukias, J., Thompson, K. 1999. Effect of water level fluctuation on nitrogen removal from constructed wetland mesocosms. *Ecol. Eng.* **12**:67-92.
- Timmers, R.A., Strik, D.P.B.T.B., Hamelers, H.V.M., Buisman, C.J.N. 2010. Long-term performance of a plant microbial fuel cell with *Spartina anglica*. Appl. *Microbiol. Biotechnol.* **86**:973-981.
- Torres, A.R., Ramírez, V., Fernández, F.J., Barriga, S. 2005. Methanogenesis and methane oxidation in wetlands. Implications in the global carbon cycle. *Hidrobiología*. **15**:327-329.
- Villaseñor, J., Capilla, P., Rodrigo, M.A., Canizares, P., Fernandez, F.J. 2013. Operation of a horizontal subsurface flow constructed wetland - microbial fuel cell treating wastewater under different organic loading rates. *Water Res.* **47**:6731-6738.
- Viridis, B., Rabaey, K., Yuan, Z., Keller, J. 2008. Microbial fuel cells for simultaneous carbon and nitrogen removal. *Water Res.* **42**(12):3013-3024.

- Vymazal, J., Masa, M. 2003. Horizontal sub-surface flow constructed wetland with pulsing water level. *Water Sci. Technol.* **48**(5):143-148.
- Watson, V.J., Logan, B. E. 2011. Analysis of polarization methods for elimination of power overshoot in microbial fuel cells. *Electrochem. Commun.* **13**:54-56.
- Xie, S., Liang, P., Chen, Y., Xia, X., Huang, X. 2011. Simultaneous carbon and nitrogen removal using an oxic/anoxic-biocathode microbial fuel cells coupled system. *Bioresour. Technol.* **102**:48-354.
- Yadav, A.K., Dash, P., Mohanty, A., Abbassi, R., Mishra, B. 2012. Performance assessment of innovative constructed wetland-microbial fuel cell for electricity production and dye removal. *Ecological Eng.* **47**:126-131.
- Zhai, X., Piwpuan, N., Arias, C.A., Headley, T., Brix, H. 2013. Can root exudates from emergent wetland plants fuel denitrification in subsurface flow constructed wetland systems? *Ecological. Eng.* <http://dx.doi.org/10.1016/j.ecoleng.2013.02.014>.
- Zhao, Y., Collum, S., Phelan, M. Goodbody, T., Doherty, L., Hu, Y. 2013. Preliminary investigation of constructed wetland incorporating microbial fuel cell: Batch and continuous flow trials. *Chemical Engineering Journal.***229**:364-370.

ANEXOS

ANEXO A

Métodos analíticos empleados

ANEXO A.1

Determinación de la demanda química de oxígeno (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 2001)

Método colorimétrico (reflujo cerrado)

I. OBJETIVO

II. Describir el procedimiento de la determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) en aguas residuales y tratadas.

III. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable para cualquier parte de la fase experimental del proyecto.

IV. INTRODUCCIÓN

Se entiende por demanda química de oxígeno (DQO), la cantidad de materia orgánica e inorgánica en un cuerpo de agua susceptible de ser oxidada por un oxidante fuerte. La DQO es una determinación química de la cantidad de sustancias fuertemente oxidantes requeridas para oxidar la fracción orgánica de una muestra susceptible al dicromato o permanganato en medio ácido y, considerando que es una reacción equimolar, se espera que esta cantidad sea equivalente a la materia orgánica oxidada.

V. MATERIALES Y EQUIPO

1. Espectrofotómetro UV-Vis RAYLEIGH UV-1800
2. Horno de calentamiento para usar a 160°C
3. Equipo “vórtex”
4. Tubos de reacción
5. Celdas de vidrio de 10 mm para espectrofotómetro

VI. REACTIVOS

1. Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4)
2. Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$)
3. Sulfato de mercurio ($HgSO_4$)
4. Sulfato de plata (Ag_2SO_4)
5. Ftalato de hidrógeno de potasio ($C_8H_5KO_4$)

VII. PROCEDIMIENTO

Preparación de soluciones de digestión

- a) Disolución de digestión A: Pesar 10.216 g de dicromato de potasio, previamente secado a 103°C por 2 h, y añadirlos a 500 mL de agua, adicionar 167 mL de ácido

- sulfúrico concentrado y aproximadamente 33.3 g de sulfato mercuríco. Disolver y enfriar a temperatura ambiente. Aforar a 1L con agua.
- b) Disolución de digestión B: Pesar 15 g de sulfato de plata en un litro de ácido sulfúrico concentrado. Disolver cuidadosamente y dejar reposar de 1 a 2 días para disolver completamente.
 - c) Disolución estándar de ftalato de hidrógeno de potasio (FHP). Triturar ligeramente FHP y secar a 120°C durante 1 h, pesar 425mg y disolver en 1 litro de agua destilada. El FHP tiene una DQO teórica de 1.176 mg O₂/mg de biftalato, por lo que la DQO teórica de esta disolución es de 500 mg/mL. Esta disolución es estable hasta por 3 meses si se mantiene en refrigeración y en ausencia de crecimiento biológico visible.

Preparación de la curva de calibración

Se prepara una serie de patrones con una solución de FHP con una DQO equivalentes que oscilen entre los 50 y 600 mgO₂/L completando el volumen con agua destilada (ver Tabla A.1.1); utilizando los mismos volúmenes de reactivos, los mismos tubos y el mismo procedimiento de digestión que para las muestras del proyecto.

Método reflujado/ método colorimétrico

1. Precalentar el horno a 160°C para la digestión de las muestras
2. Colocar en los tubos de reacción 1.5 mL de la disolución de digestión A.
3. Agregar cuidadosamente 2.5 mL de la muestra en el tubo de reacción.
4. Añadir cuidadosamente 3.5 mL de la disolución de digestión B ya que el tubo de reacción comenzará a elevar su temperatura considerablemente.
5. Colocar 2.5 mL de agua en un tubo para la determinación del blanco de reactivos.
6. Colocar todos los tubos en el digestor previamente calentado a 160°C y reflujar por 30 min.
7. Retirar los tubos del digestor y dejar que los tubos se enfríen a temperatura ambiente, permitiendo que cualquier precipitado sedimente.
8. Medir la absorbancia en el espectrofotómetro a 600 nm.

Tabla A.1.1. Preparación de la curva de calibración

Tubo	mL de agua destilada	mL de FHP	Concentración mg O ₂ /L
1	10.0	0.0	0
2	9.5	0.5	50
3	9.0	1.0	100
4	8.5	1.5	150
5	8.0	2.0	200
6	7.5	2.5	250
7	7.0	3.0	300
8	6.5	3.5	350
9	6.0	4.0	400
10	5.0	5.0	500
11	4.0	6.0	600

VIII. CÁLCULOS

Calcular la DQO en la muestra en miligramos por litro (mg/L) directamente de la curva de calibración o con la ecuación A-1:

$$y = mx + b \dots \quad \text{Ec. A-1}$$

donde:

y= DQO, mg O₂/L

x= absorbancia

m= pendiente de la recta obtenida

b= ordenada al origen de la recta obtenida

IX. RESULTADOS

La Tabla A.1.2 muestra un ejemplo de los datos experimentales obtenidos para construir una curva de calibración (Figura A.1.1).

Tabla A.1.2 Puntos de curva de calibración

Tubo	Conc. mg/L	Abs	Tubo	Conc. mg/L	Abs
1	0	0.000	7	300	0.109
2	50	0.031	8	350	0.123
3	100	0.048	9	400	0.133
4	150	0.072	0	500	0.173
5	200	0.073	11	600	0.195
6	250	0.087			

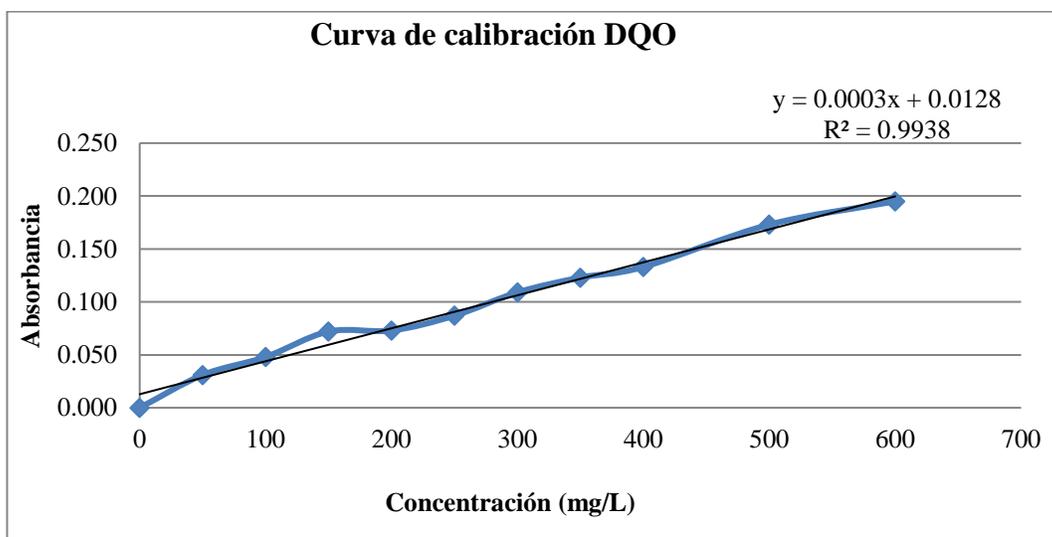


Figura A.1.1. Gráfica de calibración para lectura de DQO

Determinación de nitrógeno de nitratos (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 1986)

Método espectrofotométrico ultravioleta

I. OBJETIVO

Describir el método para la determinación de nitrógeno de nitratos en agua, y es aplicable para agua potable que no presente turbiedad, color y con bajo contenido de materia orgánica.

II. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable para cualquier parte de la fase experimental del proyecto.

III. INTRODUCCIÓN

La concentración de nitratos en una muestra de agua se determina midiendo la absorbancia en el ámbito de ultravioleta a 220 nm y comparándola con una curva de calibración. La relación entre absorbancia y concentración es lineal hasta una concentración de 11 µg/L. El mínimo detectable es de 0.01 µg/L.

IV. MATERIAL Y EQUIPO

1. Espectrofotómetro UV-Vis RAYLEIGH UV-1800
2. Tubos de reacción
3. Celda de cuarzo de 10 mm para espectofotómetro

V. REACTIVOS

1. Nitrato de potasio (KNO_3)
2. Ácido clorhídrico (HCl)

VI. PROCEDIMIENTO

Preparación de soluciones

- a) Solución madre de nitratos: Secar nitrato de potasio en un horno a 105°C por 24 horas y enfriar en un desecador. Pesar 0.07218g de nitrato de potasio anhidro y diluir en 100 mL con agua destilada. Preservar con 2 mL de cloroformo.
- b) Solución patrón de nitrato: Diluir 5 mL de solución madre de nitratos en 50 mL con agua destilada; 1mL = 10µL N-NO₃
- c) Solución de ácido clorhídrico 1N: Diluir 2 mL de ácido clorhídrico concentrado a 25 mL con agua destilada.

Preparación de curva de calibración

Se prepara una serie de patrones con una solución de nitrato de potasio con valores de concentración que oscilen entre 0.5 y 7 mg N-NO₃/L completando el volumen con agua destilada (ver Tabla A.1.3); utilizando los mismos volúmenes de reactivos, los mismos tubos y el mismo procedimiento de digestión que para las muestras.

Método espectofotométrico ultravioleta

- 1) Tomar 5 mL de muestra clara, filtrar si es necesario, primero por el papel de poro fino y posteriormente a través del filtro de membrana.
- 2) Añadir 0.1 mL de solución de HCl 1N y agitar vigorosamente.
- 3) Leer las absorbancias de las muestras a 275 nm, para determinar interferencias debidas a materia orgánica.

VII. CÁLCULOS

1. Corrección por materia orgánica disuelta. Restar dos veces la lectura de absorbancia a 275 nm de la lectura de absorbancia a 220 nm. Si el valor de la lectura a 275 nm es mayor del 10% del valor de la lectura a 220 nm, este método no es aplicable. $AC = A_{220} - 2 A_{275}$
2. Leer en la curva de calibración la concentración correspondiente a las absorbancias corregidas de la muestra (μ):

$$\mu \text{ N-NO}_3 = \mu \text{ leídos de la curva} / \text{volumen de muestra en mL}$$

Tabla A.1.3 Preparación de la curva de calibración

Tubo	mL de agua destilada	mL de disolución patrón	Concentración mg N-NO ₃ /L
1	10.0	0.0	0
2	9.5	0.5	0.5
3	9.0	1.0	1.0
4	8.0	2.0	2.0
5	7.0	3.0	3.0
6	6.0	4.0	4.0
7	5.0	5.0	5.0
8	4.5	5.5	5.5
9	4.0	6.0	6.0
10	3.5	6.5	6.5

VIII. RESULTADOS

Tabla A.1.4 Puntos de curva de calibración

Tubo	Conc. mg/L	Abs
1	0.0	0.000
2	0.5	0.165
3	1.0	0.274
4	2.0	0.575
5	3.0	0.875
6	4.0	1.094
7	5.0	1.417
8	6.0	1.618
9	6.5	1.765
10	7.0	1.838

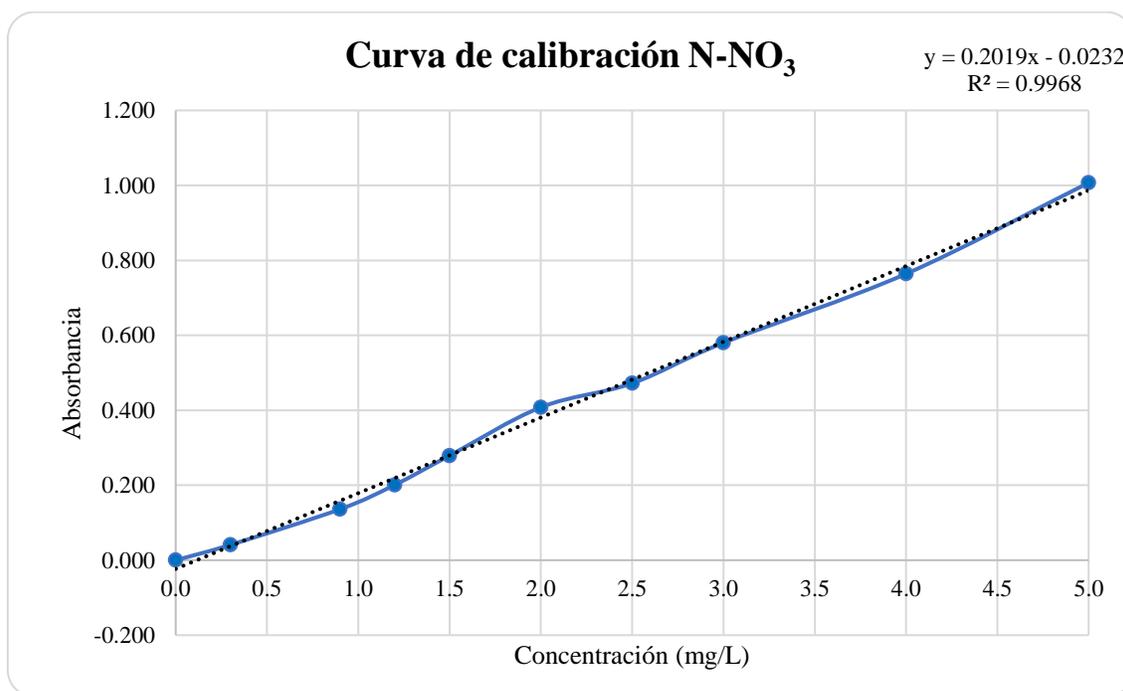


Figura A.1.2. Gráfica de calibración para lectura de N-NO₃

Determinación de nitrógeno de nitritos (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 2006)

Método colorimétrico

I. OBJETIVO

Describir el método de prueba espectrofotométrico para la determinación de nitrógeno de nitritos, en agua residual en un intervalo de 0.01 mg/L a 1mg/L de N-NO₂.

II. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable para cualquier parte de la fase experimental del proyecto

III. INTRODUCCIÓN

El nitrito considerado como una etapa intermedia en el ciclo del nitrógeno puede estar presente en el agua como resultado de la descomposición biológica de materiales proteínicos. El nitrito puede entrar en un sistema de abastecimiento a través de su uso como inhibidor de corrosión en agua de proceso industrial. El nitrógeno de nitritos rara vez aparece en concentraciones mayores a 1 mg/L aún en efluentes de plantas de tratamiento municipales. Su concentración en aguas superficiales y subterráneas es normalmente más baja de 0.1 mg/L. Debido a que el nitrógeno es un nutriente esencial para organismos fotosintéticos, es importante el monitoreo y control de descargas del mismo ambiente.

IV. MATERIAL Y EQUIPO

1. Espectrofotómetro UV-Vis RAYLEIGH UV-1800
2. Horno de calentamiento para usar a 165°C
3. Equipo “vórtex”
4. Tubos de reacción
5. Celda de cuarzo de 10 mm para espectrofotómetro

V. REACTIVOS

1. Ácido clorhídrico concentrado (HCl)
2. Sulfanilamida (NH₂C₆H₄SO₂NH₂)
3. Etilendiamina (C₁₀H₇NH-CH₂NH₂2HCl)
4. Nitrito de sodio (NaNO₂)

VI. PROCEDIMIENTO

Preparación de soluciones

- a) Disolución de sulfanilamida: Disolver 0.5 g de sulfanilamida en una mezcla de 5 mL de HCl y 30 mL de agua, y llevar a volumen de 50 mL con agua. La disolución es estable por varios meses y debe almacenarse en frasco ámbar y en refrigeración a $4\pm 2^{\circ}\text{C}$.
- b) Disolución de diclorhidrato de N-(1-naftil) etilendiamina ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH-CH}_2\text{NH}_2\text{2HCl}$), NEDA: Disolver 50 mg de NEDA y llevar a volumen de 50 mL con agua, almacenar en frasco ámbar y poner en refrigeración a $4^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$. Renovar la disolución mensualmente o si aparece un color café intenso.

Nota: Este reactivo es tóxico. Debe evitarse su ingestión o contacto con la piel.

Preparación de curva de calibración

1. Solución madre: Secar aproximadamente 1 g de nitrito de sodio (NaNO_2) por lo menos 2 h a 105°C ; pesar 0.1232 g de este reactivo, disolverlo y llevar a volumen de 100 mL con agua. Preservar con 0.1 mL de cloroformo. $1.0\text{ mL} = 250\ \mu\text{g}$ de N- NO_2 .
2. Solución patrón: Diluir 5 mL de solución madre de nitritos y llevar a volumen de 25 mL con agua. $1\text{ mL} = 50\ \mu\text{g}$ de N- NO_2 .

Método colorimétrico

1. La muestra debe estar libre de turbiedad y color, para lograr esto, filtrarla a través de membranas de $0.45\ \mu\text{m}$ de poro, filtros de fibra de vidrio de $0.7\ \mu\text{m}$ de poro.
2. De la muestra obtenida tomar una porción dependiendo del contenido esperado de nitritos según la Tabla A.1.5.
3. Adicionar 1 mL de la disolución de sulfanilamida, y agitar varias veces. Permitir que la mezcla reacciones de 2 a 8 minutos.
4. Adicionar 1 mL de NEDA, y agitar varias veces, revisar que el pH esté entre 1.9 y 2.5.
5. Dejar reposar por lo menos 10 minutos, pero no más de 1 h, la presencia de nitritos desarrolla una coloración púrpura.

Tabla A.1.7 Puntos de curva de calibración

Tubo	Conc. mg/L	Abs
1	0.0	0.000
2	0.3	0.818
3	0.6	1.572
4	0.9	2.311
5	1.2	2.940
6	1.5	3.536
7	2.0	4.272

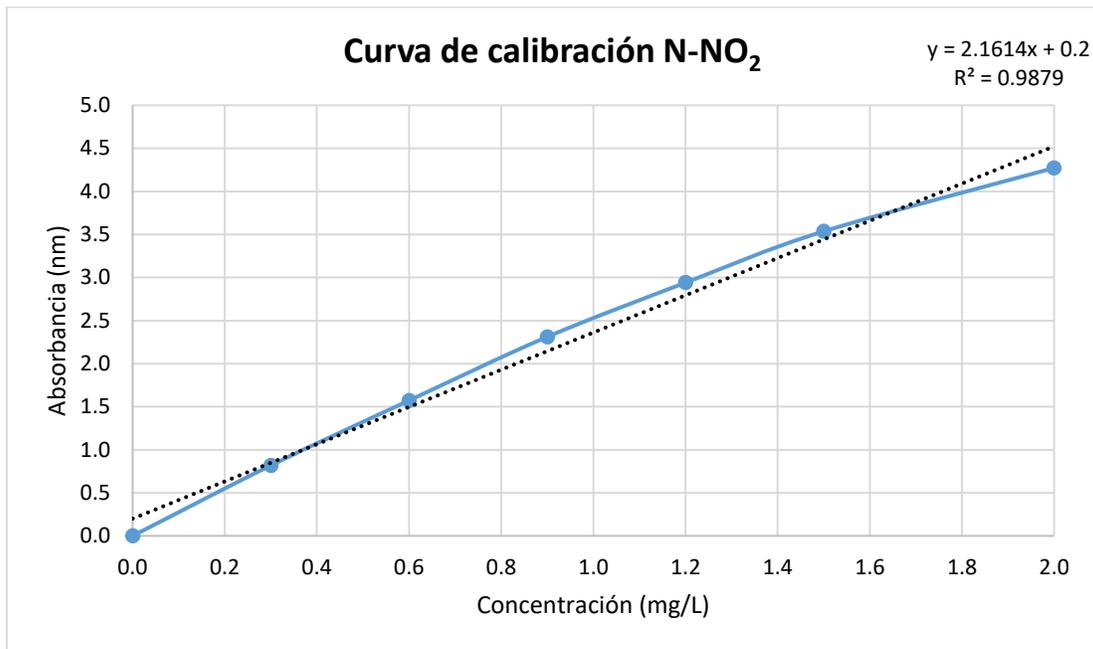


Figura A.1.3. Gráfica de calibración para lectura de N-NO₂

Determinación de sulfatos (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 2014)

Método turbidimétrico

I. OBJETIVO

Describir el método turbidimétrico para la medición del ión sulfato en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

II. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable para cualquier parte de la fase experimental del proyecto.

III. INTRODUCCIÓN

Los sulfatos (SO_4^{2-}) están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales, en concentraciones que varían desde pocos hasta miles de miligramos por litro, los desechos del drenaje de minas pueden contribuir con grandes cantidades de iones sulfatos a través de la oxidación de pirita.

IV. MATERIAL Y EQUIPO

1. Espectrofotómetro UV-Vis RAYLEIGH UV-1800
2. Cronómetro
3. Equipo “vórtex”
4. Tubos de reacción
5. Celda de cuarzo de 10 mm para espectrofotómetro
6. Balanza analítica con precisión de 0.1 mg

V. REACTIVOS

1. Cloruro de magnesio ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
2. Acetato de sodio ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
3. Nitrato de potasio (KNO_3)
4. Ácido acético (CH_3COOH)

VI. PROCEDIMIENTO

Preparación de soluciones

Disolución amortiguadora A: Disolver 30g de cloruro de magnesio, 5g de acetato de sodio, 1g de nitrato de potasio y 20 mL de ácido acético (99%), y aforar a 1 L con agua destilada.

Nota: Agregar 0.3g de Na_2SO_4 para conservar.

Preparación de curva de calibración: Solución patrón: Disolver en agua 14.79 mg de sulfato de sodio anhidro y llevar al aforo a 100 mL. 1mL= 100 μg de SO_4^{2-} .

Método turbidimétrico

1. Transferir a un tubo una muestra de 5 mL. Añadir 1 mL de solución amortiguadora y mezclar en el vórtex.
2. Mientras la disolución se está agitando, añadir 0.05 g de cloruro de bario y empezar a medir el tiempo inmediatamente. Agitar durante un minuto a una velocidad constante.

Nota: La velocidad exacta de agitación no es crítica, pero debe ser constante para cada corrida de muestras y de patrones, y debe ajustarse a casi el máximo al cual no ocurran salpicaduras.

3. Una vez concluida la agitación vaciar a la celda y medir la turbiedad en unidades de absorbancia después de 5 min \pm 0.5 min. Leer las absorbancias de las muestras y las disoluciones de referencia a 420 nm en una celda de 1 cm.

VII. CÁLCULOS

Calcular la concentración de masa de $\gamma(\text{SO}_4^{2-})$ expresada en mg/L de SO_4^{2-} , utilizando la siguiente ecuación:

$$\gamma(\text{SO}_4^{2-}) = [\alpha(\lambda) - a]/b \quad (\text{A-3})$$

donde:

b' = pendiente

a' = es la ordenada al origen

$\alpha(\lambda)$ = es la absorbancia del ion sulfato a la longitud de onda λ

$\gamma(\text{SO}_4^{2-})$ = es la concentración de masa del ion sulfato expresada en mg
/L de SO_4^{2-}

Debe multiplicarse por el factor de dilución cuando aplique.

La **Tabla A.1.7** presenta la forma de cómo calcular la curva de calibración.

VIII. RESULTADOS

En la **Tabla A.1.8** se presenta un ejemplo de los datos experimentales obtenidos para la curva de calibración (**Figura A.1.4**).

Tabla A.1.7. Preparación de la curva de calibración

Tubo	mL de agua destilada	mL de disolución patrón	Concentración mg SO ₄ ²⁻ /L
1	10.0	0.0	0
2	9.0	1.0	10.0
3	8.0	2.0	20.0
4	7.0	3.0	30.0
5	6.0	4.0	40.0
6	5.0	5.0	50.0
7	4.0	6.0	60.0
8	3.0	7.0	70.0
9	2.0	8.0	80.0
10	1.0	9.0	90.0
11	0.0	10.0	100.0

Tabla A.1.8. Puntos de curva de calibración

Tubo	Conc. mg/L	Abs
1	0.0	0.000
2	10.0	0.071
3	13.0	0.097
4	16.0	0.129
5	19.0	0.144
7	22.0	0.162
8	30.0	0.278
9	40.0	0.333

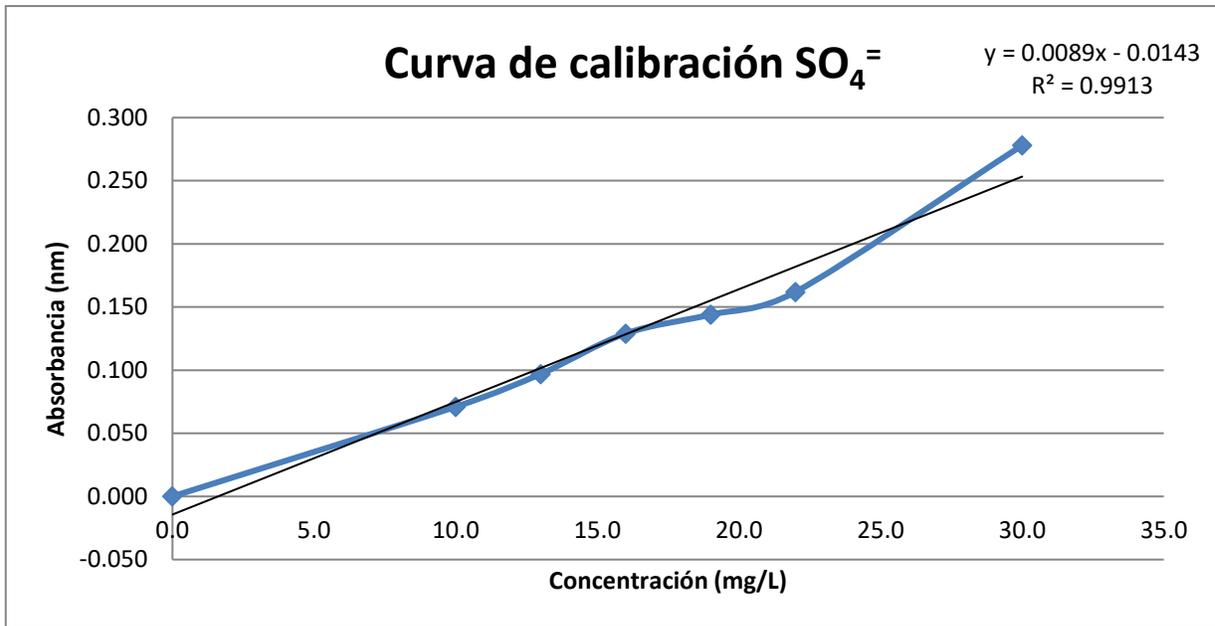


Figura A.1.4. Gráfica de calibración para lectura de $\text{SO}_4^{=}$

Determinación de nitrógeno amoniacal (APHA-AWWA-WPCF, 2002; DOF, 2001)

Método titulométrico

I. OBJETIVO

Describir el procedimiento de la determinación de nitrógeno amoniacal en aguas residuales.

II. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable para cualquier parte de la fase experimental del proyecto.

III. INTRODUCCIÓN

El amoniaco es uno de los parámetros clave para evaluar la calidad del agua y de aguas residuales. Este procedimiento describe la determinación de amoniaco por destilación y mediante valoración potenciométrica de acuerdo con las normas oficiales.

IV. MATERIALES Y EQUIPO

1. Tubos de 500 para equipo Kjeldahl
2. Equipo para destilación
3. Matraces Erlenmeyer de 250 mL
4. Bureta de 50 mL
5. Vasos de precipitados de 50 mL

V. REACTIVOS

1. Hidróxido de sodio (NaOH)
2. Ácido bórico (H_3BO_3)
3. Indicador rojo de metilo + verde bromocresol ($HgSO_4$)
4. Ácido sulfúrico (H_2SO_4)

VI. PROCEDIMIENTO

Preparación de soluciones

- a) Disolución de NaOH 1M: Disolver 40 gNaOH en 1 L de agua destilada.
- b) Disolución de ácido bórico al 4%: Pesar 200 g de ácido bórico y disolver en 4L de agua destilada, ajustar el pH 4.65 con NaOH al 10%.
- c) Disolución de ácido sulfúrico 0.02 N: Diluir 200 mL de ácido sulfúrico 0.1 N hasta 1L de agua destilada o desionizada.

Preparación de la muestra

La muestra debe analizarse tan rápido como sea posible, o bien si se almacena a 4°C se acidificará con 2 mL/L de H₂SO₄ concentrado. El pH de las muestras se tiene que ajustar a 6.73 mediante la adición de NaOH 1M. El pH puede ser verificado mediante un potenciómetro (“pHmetro”) o por el color de un indicador (Azul de bromotimol, el color de la muestra tiene que ser entre amarillo y azul, el ideal es un color gris).

Método titulométrico

1. En un tubo Kjeldahl de 500 mL agregar la cantidad de volumen de muestra para el método de destilación de acuerdo a la siguiente tabla:

Nitrógeno amoniacal en la muestra (mg/L)	Volumen de muestra (mL)
5-10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

2. Añadir 25 mL de NaOH 1M al tubo Büchi
3. En un matraz de 250 mL agregar 50 mL de ácido bórico al 4% y añadir 3 gotas de indicador de rojo de metilo + verde bromocresol.
4. Destilar en el equipo Büchi con un tiempo de 5 minutos y recibir el destilado en el matraz antes preparado.
5. Titular el destilado con ácido sulfúrico 0.02 N y medir el volumen utilizado.

VII. CÁLCULOS

Para determinar la cantidad de nitrógeno-amoniacal en muestras líquidas se utiliza la siguiente ecuación:

$$mg NH_3 - N/L = \frac{(A - B) \times 280}{mL \text{ muestra}}$$

donde:

A = volumen de H₂SO₄ titulado para la muestra en mL.

B = volumen de H₂SO₄ titulado para el blanco en mL.

VIII. RESULTADOS

Volumen de H₂SO₄ titulado para el blanco = 13.4 mL en promedio en la mayoría de los muestreos. Los valores de A y B dependerán de las muestras analizadas.

ANEXO A.2

Preparación del agua residual sintética (Modificado de Orduña-Bustamante, 2012; Salinas-Juárez, 2016)

OBJETIVO: Describir el procedimiento de preparación de agua residual sintética.

ALCANCE: Este procedimiento es aplicable para cualquier parte de la fase experimental del proyecto.

MATERIAL Y EQUIPO:

1. Balanza analítica
2. Espátula
3. Matraz aforado de 1L
4. Cápsula de vidrio

REACTIVOS:

1. Sulfato de amonio ((NH₄)₂SO₄)
2. Fosfato monobásico de potasio (KH₂PO₄)
3. Acetato de potasio (CH₃COOK)
4. Sulfato heptahidratado de magnesio (MgSO₄.7H₂O)

PROCEDIMIENTO:

Base de cálculo para preparar 50 L de agua residual sintética(Se preparó una solución concentrada para preparar 50 L, se aforó a 1L y se guardó en refrigeración a 4°C)

1. Pesar 4.71 g de sulfato de amonio.
2. Pesar 1.74 g de fosfato monobásico de potasio.
3. Pesar 31.6 g de acetato potasio.
4. Pesar 0.5 g de sulfato heptahidratado de magnesio.
5. Mezclar las cuatro sustancias en un recipiente de 50 L hasta disolver perfectamente.

La composición resultante de esta solución se muestra en la siguiente tabla.

Tabla A.2.1. Concentración del agua residual sintética

Elemento	Cantidad (mg/L)	Compuesto adicionado
Nitrógeno (N)	20	(NH ₄) ₂ SO ₄
Fósforo (P)	7.95	KH ₂ PO ₄
Potasio (K)	10	KH ₂ PO ₄
Magnesio (Mg)	1	MgSO ₄ .7H ₂ O
Carbono (C)	632.14	CH ₃ COOK
Relación C:N:P (MMOO)	39:1:0.40	
Relación C:N:K (planta)	39:1:0.43	

Caracterización del material de empaque (LIQ-FQ-UNAM, 2015)

OBJETIVO: Describir el procedimiento para la medición del tamaño de partícula del material de soporte de los reactores.

ALCANCE: Este procedimiento es aplicable para la parte inferior y superior del empaque de los reactores.

MATERIAL Y EQUIPO:

1. Máquina vibratoria de tamizado
2. 4 tamices del número ¾, 3/8, 3.5 y 6

PROCEDIMIENTO:

Se realiza un análisis de granulometría de acuerdo con la norma ASTM E-11/95 con un tamiz de diámetro de 8", se coloca el material de tezontle en el tamiz de mayor número de malla, se enciende el equipo de vibración de tamizado durante 10 minutos y se separa el material obtenido respecto a su diámetro.

Tabla A.2.2. Descripción de los tamices para granulometría

No. de tamiz	Diámetro de partícula retenida	% de tezontle obtenido
¾"	19.00 mm	71%
3/8"	9.50 mm	18.7%
3.5	5.6 mm	6.3%
6	3.35 mm	4%

Nota: Se realizó el análisis granulométrico al material de soporte utilizando un equipo facilitado por el personal del Laboratorio de Ingeniería Química del Departamento de Ingeniería Química de la Facultad de Química de la UNAM (**Fig. A.2.1**)



Figura A.2.1. Equipo granulómetrico del LIQ-FQ-UNAM

ANEXO B

DATOS EXPERIMENTALES

ANEXO B.1

Seguimiento de la planta

Con los valores de temperatura se graficó y se aplicó una regresión lineal

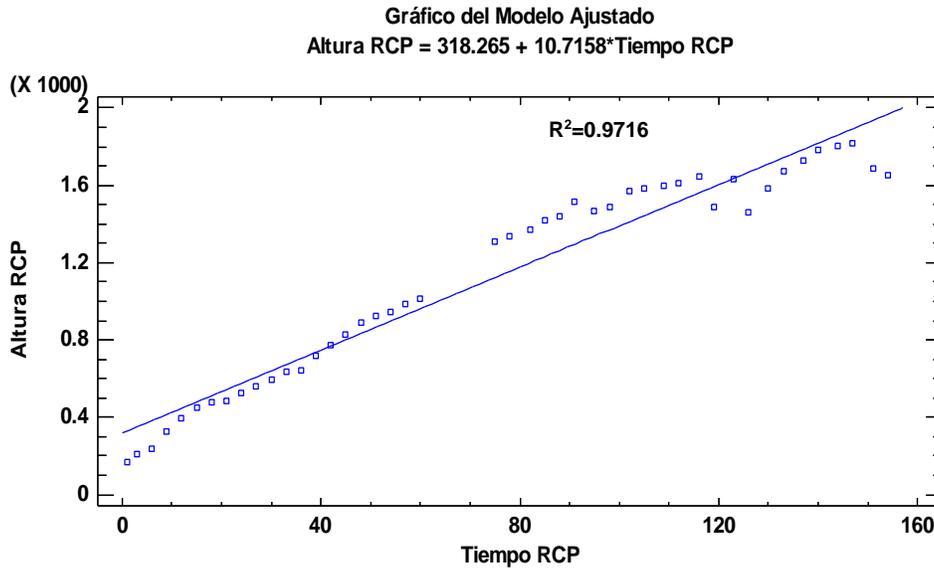


Figura B.1.1. Regresión lineal de altura versus tiempo de RCP

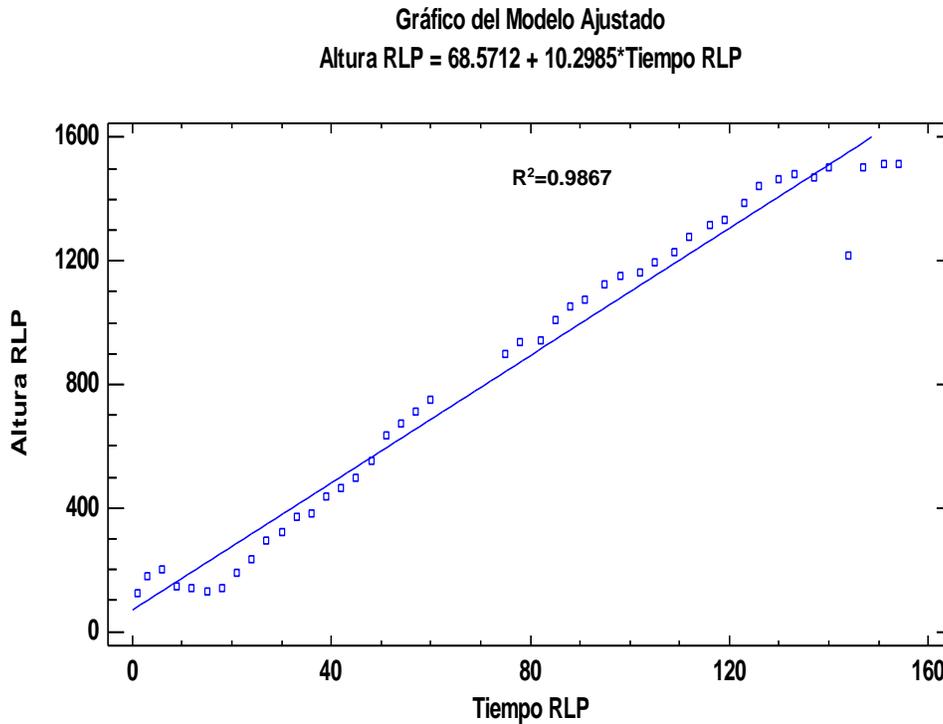


Figura B.1.2. Regresión lineal de altura versus tiempo de RLP

ANEXO B.2

Datos promedio de temperatura

Tabla B.1. Datos promedio de temperatura en las etapas experimentales

	PROMEDIOS TEMPERATURA (°C)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	T. Amb
Circuito abierto	19.06±1.57	18.60±1.42	18.74±1.42	17.81±4.83	18.84±1.42	19.06±1.3	20.42±1.43
5600 ohm	18.01±1.30	17.66±1.19	17.64±1.31	17.74±1.28	17.73±1.26	17.87±1.18	19.61±0.94
1000 ohm	17.48±0.73	17.31±0.66	17.25±0.66	17.34±0.62	17.31±0.61	17.39±0.65	19.50±0.85
560 ohm	17.12±0.61	16.90±0.66	16.79±0.67	16.96±0.68	16.88±0.70	16.95±0.68	19.00±0.82
10 ohm	15.54±1.17	15.41±1.13	15.18±1.19	15.40±1.20	15.31±1.19	15.45±1.15	17.90±1.28

ANEXO B.3

Datos promedio de pH

Tabla B.2. Datos promedio de pH en las etapas experimentales

	PROMEDIOS pH					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
Circuito Abierto	7.62±0.59	7.67±0.55	7.46±0.57	6.94±1.86	7.44±0.58	7.57±0.049
5600 ohm	7.49±0.13	7.71±0.11	7.98±0.08	7.37±0.13	7.65±0.17	7.57±0.16
1000 ohm	7.46±0.09	7.88±0.14	8.30±0.13	7.40±0.12	7.69±0.13	7.74±0.18
560 ohm	7.33±0.13	8.00±0.13	8.34±0.16	7.42±0.15	7.85±0.10	7.93±0.10
10 ohm	7.36±0.13	7.98±0.12	8.26±0.06	7.29±0.06	7.87±0.09	7.96±0.13

ANEXO B.4

Datos promedio de potencial óxido-reducción

Tabla B.3. Datos promedio de pOR en las etapas experimentales

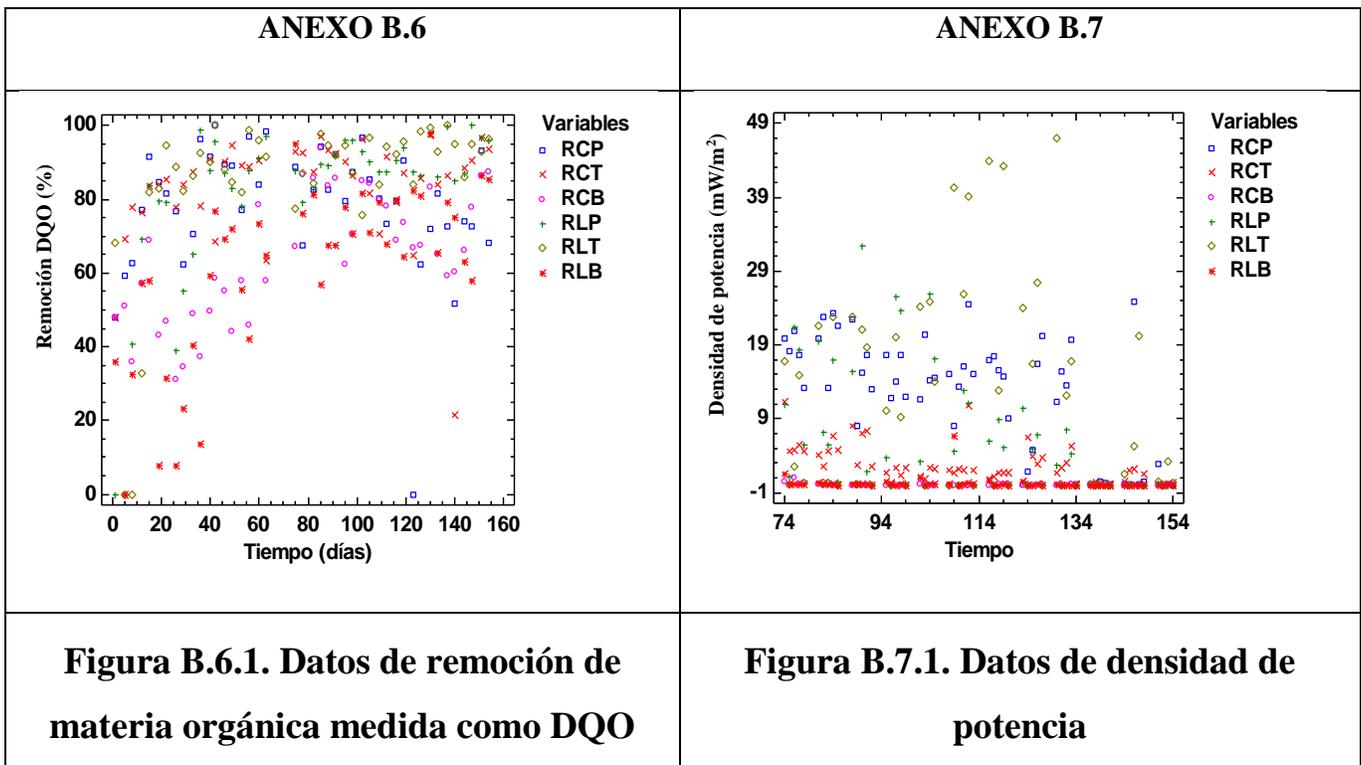
	PROMEDIOS pOR					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
Circuito Abierto	-127.085	-117.473	-113.319	-109.760	-121.986	-107.137
5600 ohm	-97.688	-109.593	-142.695	-188.269	-169.040	-149.440
1000 ohm	-108.718	-123.789	-132.778	-116.524	-106.967	-123.851
560 ohm	-97.209	-117.729	-130.307	-115.120	-108.927	-125.747
10 ohm	-111.196	-135.700	-140.540	-116.693	-115.258	-133.471

ANEXO B.5

Datos promedio de conductividad eléctrica

Figura B.4. Datos promedio de conductividad eléctrica en las etapas experimentales

	PROMEDIOS C.E., microSiemens por cm ($\mu\text{S}/\text{cm}$)					
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB
Circuito Abierto	1047.333	983.238	935.497	1065.197	1147.190	937.075
5600 ohm	1083.833	989.667	962.667	1062.048	1086.905	1098.929
1000 ohm	1159.511	1043.622	1029.467	1098.444	1129.133	1117.778
560 ohm	1281.067	1071.311	1046.378	1148.778	1118.222	1099.844
10 ohm	1203.911	1061.533	1035.422	1118.578	1107.356	1049.956



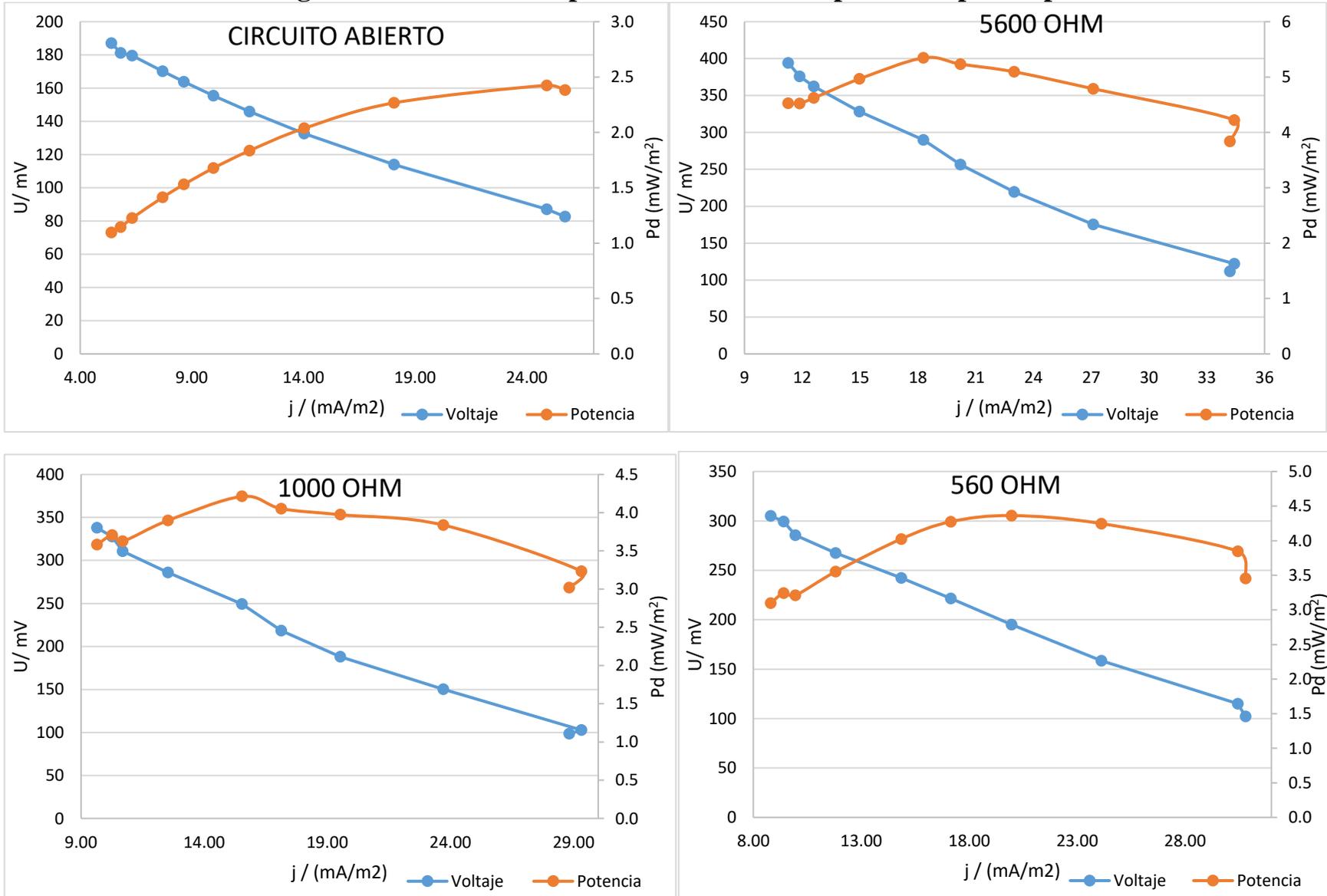
ANEXO B.7

Tabla B.7.1. Datos de remoción de especies de nitrógeno

	VALORES PROMEDIOS N-NH ₄ ⁺ (mg/L)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	AR
Circuito Abierto	6.886	5.520	3.256	8.837	11.916	2.855	8.206
5600 ohm	5.486	6.411	4.562	5.486	6.288	6.041	9.493
1000 ohm	3.754	5.201	3.362	5.619	6.559	5.303	9.149
560 ohm	2.284	4.431	2.247	4.200	5.279	4.598	8.532
10 ohm	2.720	5.021	2.668	4.080	5.440	5.021	9.362
	VALORES PROMEDIOS N-NO ₃ ⁻ (mg/L)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	AR
Circuito Abierto	0.816	0.390	0.721	1.408	1.921	1.186	5.008
5600 ohm	2.776	0.951	1.292	2.492	1.605	2.196	8.285
1000 ohm	1.596	3.460	4.409	4.401	3.597	5.377	10.199
560 ohm	0.986	1.225	1.502	1.773	0.140	1.428	9.111
10 ohm	0.760	1.636	1.250	0.913	1.607	2.954	8.942
	VALORES PROMEDIOS N-NO ₂ ⁻ (mg/L)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	AR
Circuito Abierto	0.219	0.182	0.036	0.308	2.122	0.100	0.018
5600 ohm	0.791	0.443	0.069	0.709	0.650	0.095	0.002
1000 ohm	0.040	0.016	0.007	0.013	0.008	0.050	0.003
560 ohm	0.256	0.126	0.011	0.021	0.049	0.042	0.002
10 ohm	0.012	0.012	0.012	0.016	0.013	0.038	0.003
	VALORES PROMEDIOS SO ₄ ⁻ (mg/L)						
	RCP	RCT	RCB	RLP	RLT	RLB	AR
Circuito Abierto	47.79	49.61	54.04	42.16	45.49	52.89	74.29
5600 ohm	96.25	83.30	61.50	73.99	85.28	43.51	110.10
1000 ohm	71.77	34.22	14.71	55.43	75.36	21.95	77.41
560 ohm	87.78	29.47	9.08	58.77	63.26	8.05	76.93
10 ohm	62.64	34.79	10.86	60.38	56.05	9.00	76.97

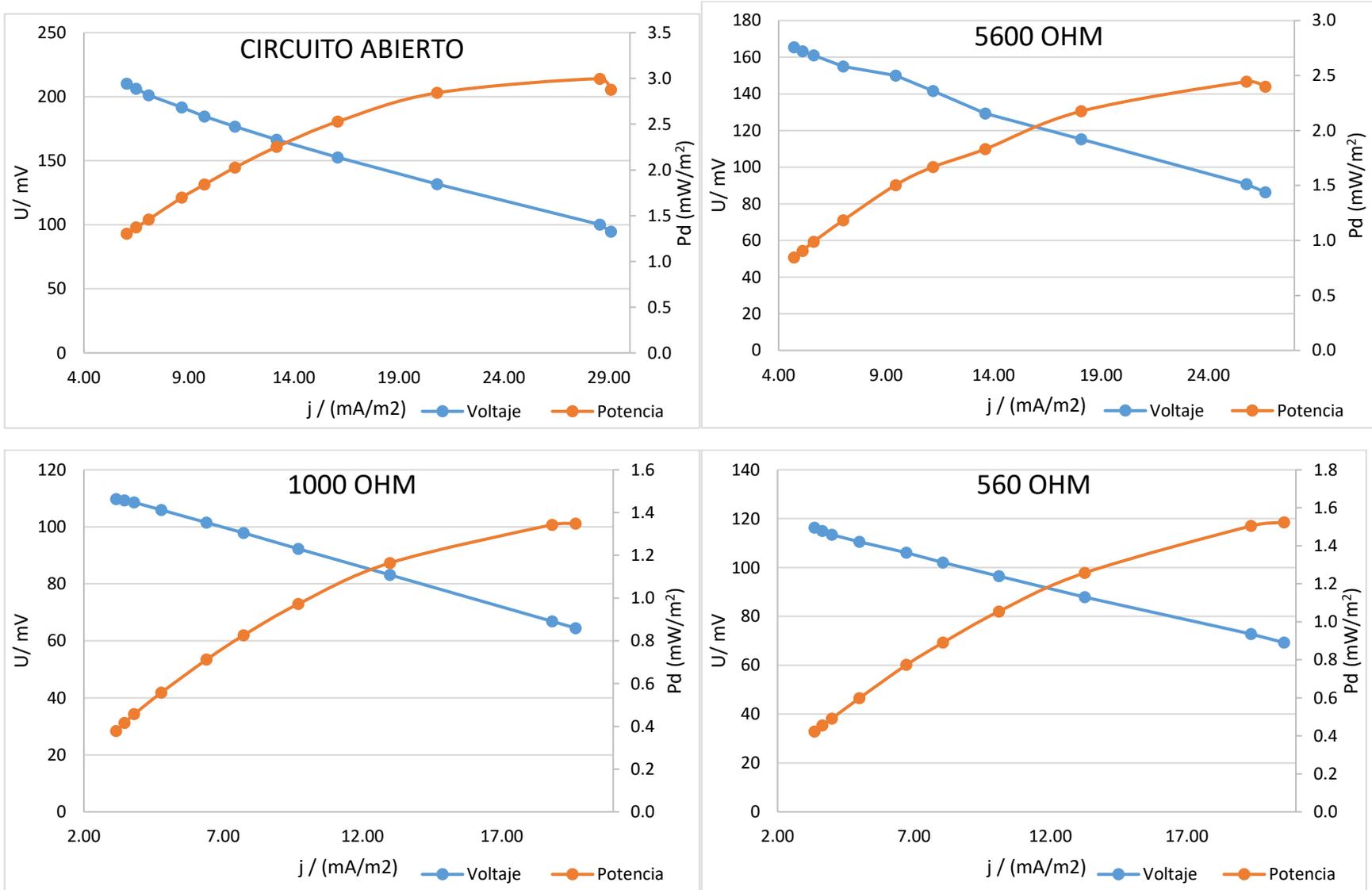
ANEXO B.8

Figura B.8.1. Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCP



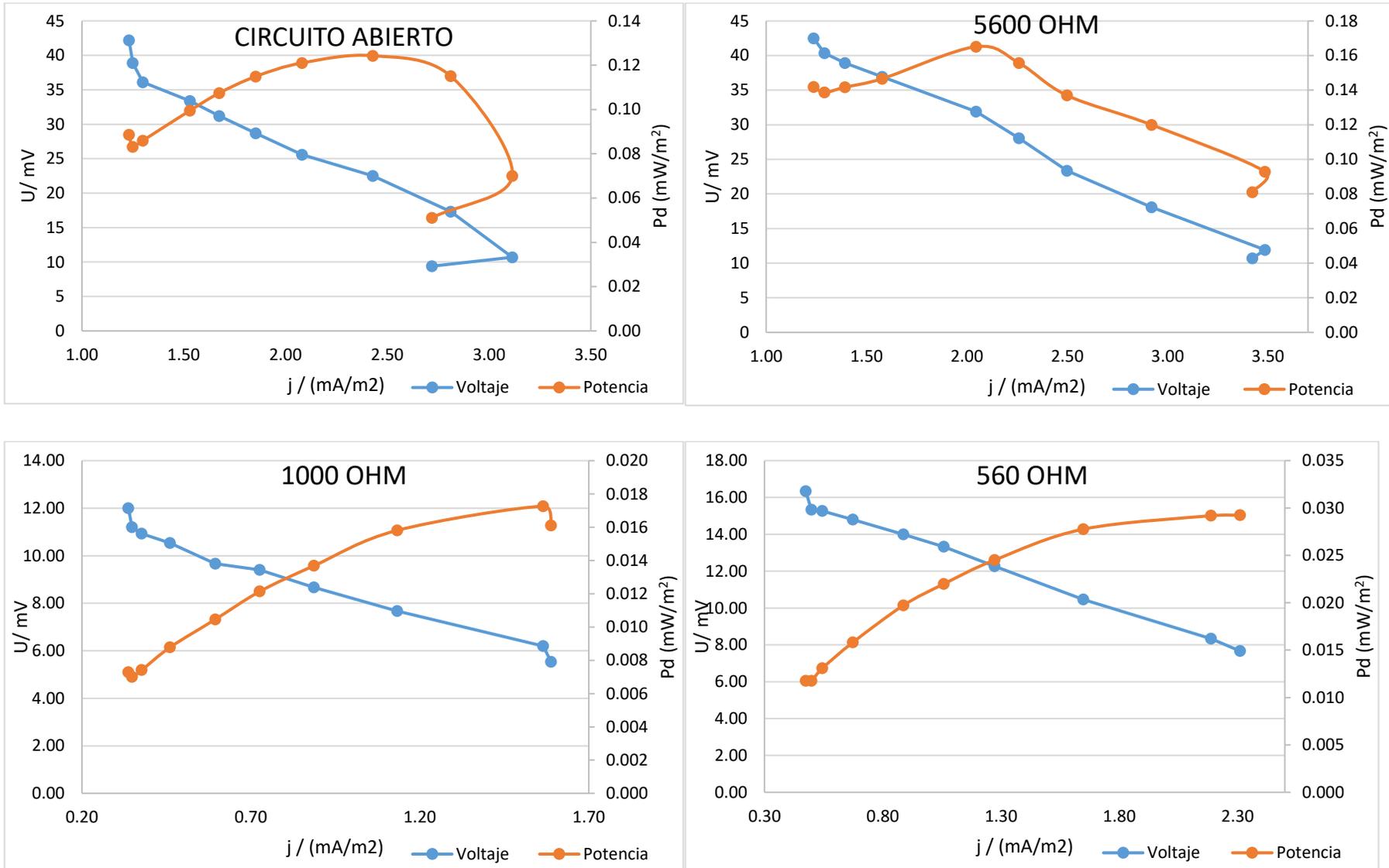
ANEXO B.9

Figura B.9.1. Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCT



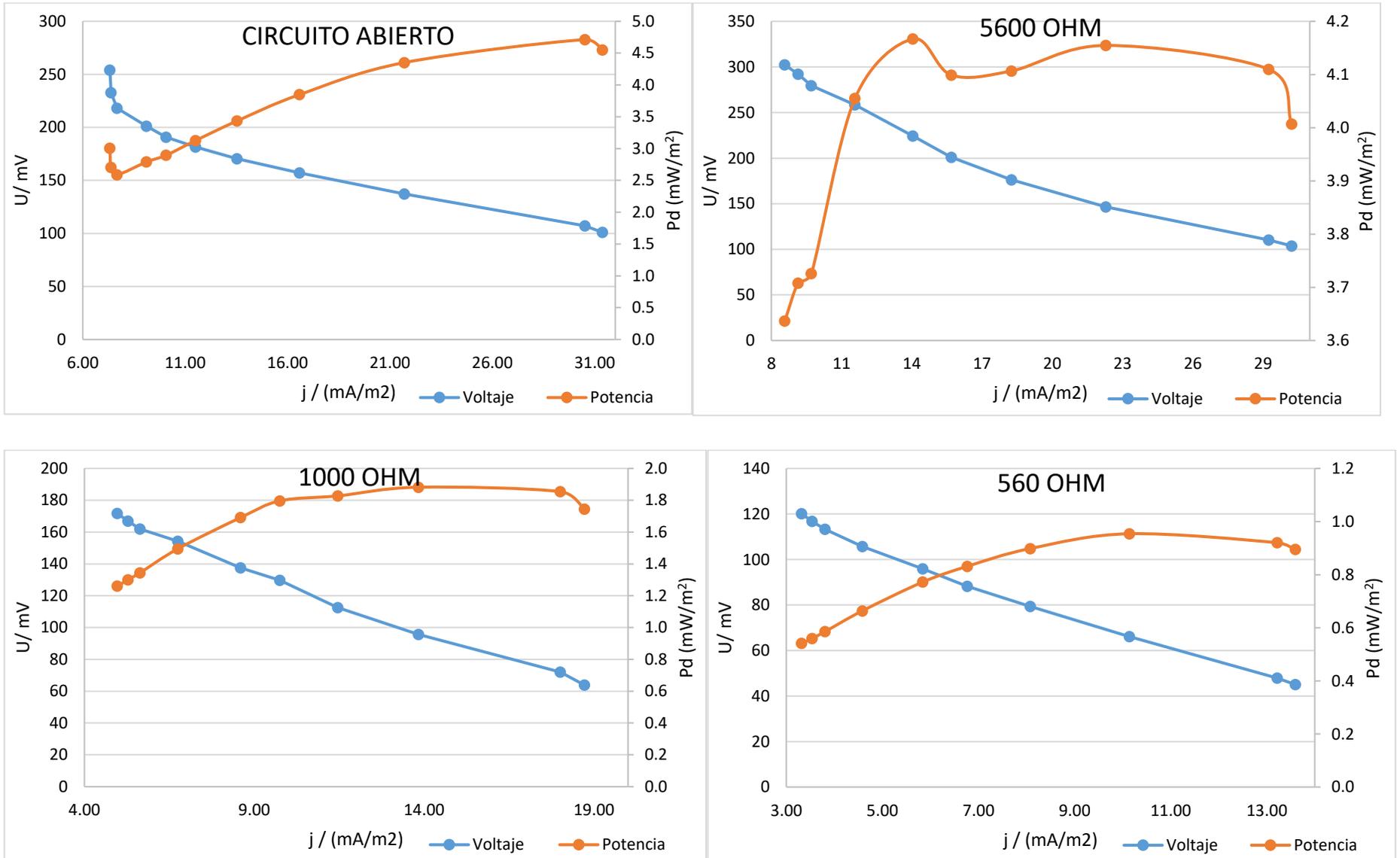
ANEXO B.10

Figura B.10.1. Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCB



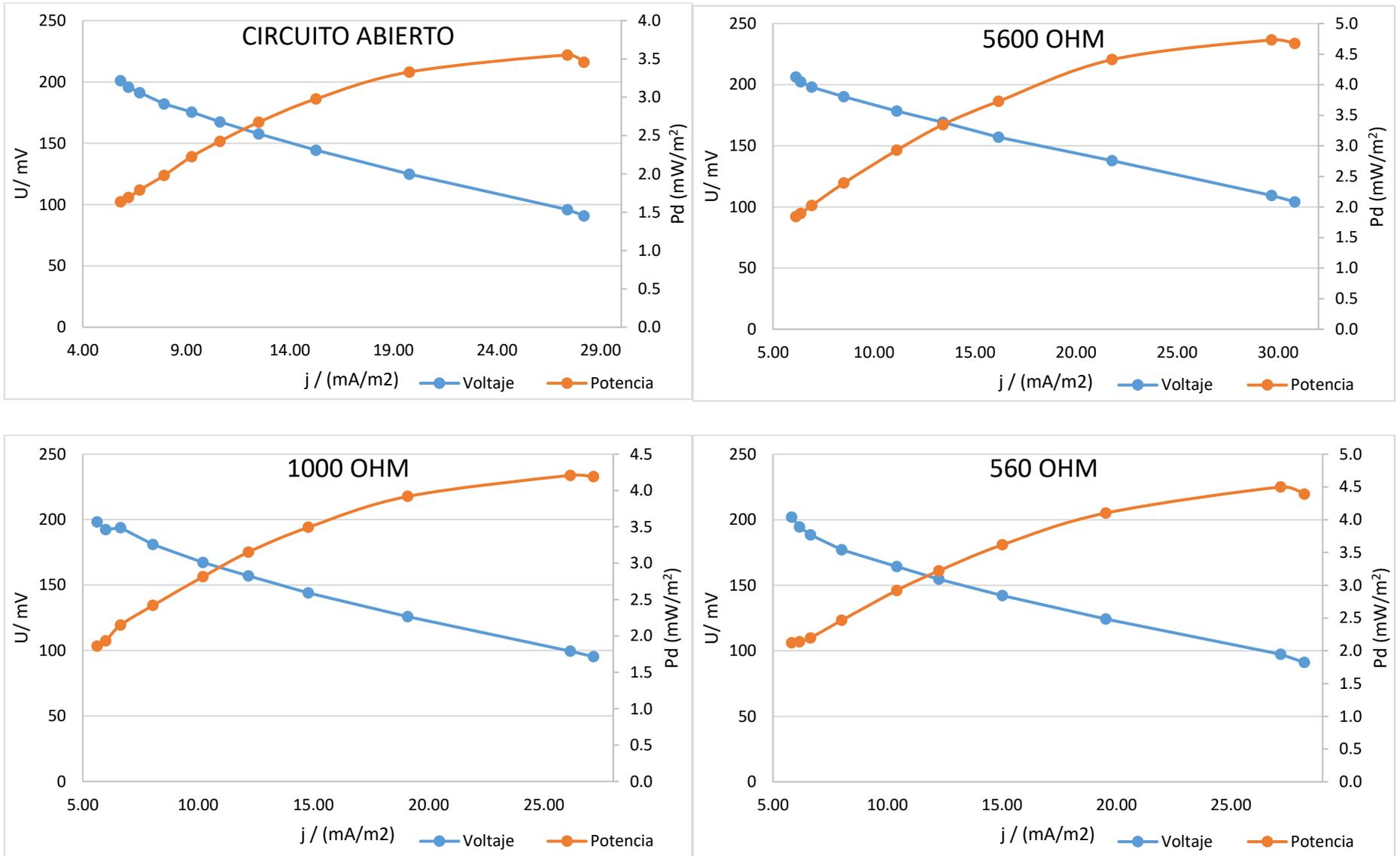
ANEXO B.11

Figura B.11.1. Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLP



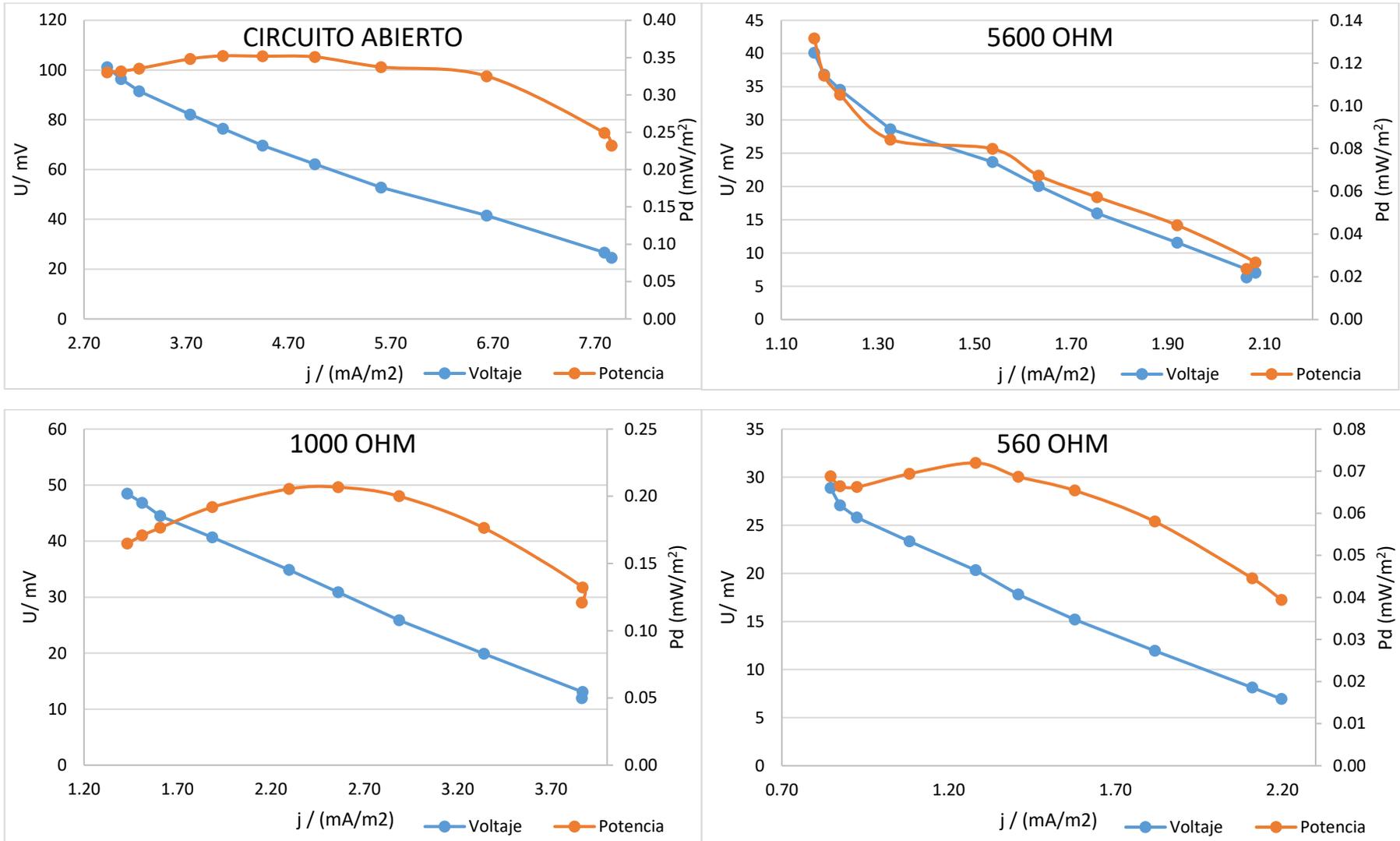
ANEXO B.12

Figura B.12.1. Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLT



ANEXO B.13

Figura B.13.1. Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLB



ANEXO C

ANÁLISIS ESTADÍSTICOS

ANEXO C.1

Seguimiento de la planta

Para realizar el análisis de los datos obtenidos de la experimentación, se utilizó el programa estadístico Statgraphics Centurion tomado de las redes internacionales. A continuación, se presenta el análisis de prueba de hipótesis para comparar la rapidez de crecimiento entre los reactores RCP y RLP.

Prueba de hipótesis (dos muestras)

Medias muestrales = 33.66 y 31.57

Desviaciones estándar muestrales = 71.26 y 68.23

Tamaños de muestra = 44 y 44

Intervalo de confianza del 95.0% para la diferencia entre medias: 2.09 +/- 29.151[-27.061,31.241]

Hipótesis nula: diferencia entre medias = 0.0

Alternativa: no igual

Estadístico Z calculado = 0.140521

Valor-P = 0.888243

No rechazar la hipótesis nula para alfa = 0.05.

Este análisis muestra los resultados de realizar una prueba de hipótesis relativa a la diferencia entre dos medias ($\mu_1 - \mu_2$) de muestras provenientes de distribuciones normales. Las dos hipótesis a ser evaluadas aquí son:

Hipótesis nula: $\mu_1 - \mu_2 = 0.0$

Hipótesis alterna: $\mu_1 - \mu_2 < 0.0$

Dada una muestra de 44 observaciones con una media de 33.66 y una desviación estándar de 71.26 y una segunda muestra de 44 observaciones con una media de 31.57 y una desviación estándar de 68.23, el estadístico Z calculado es igual a 0.140521. Puesto que el valor-P para la prueba es mayor o igual que 0.05, no puede rechazarse la hipótesis nula con un 95.0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de $\mu_1 - \mu_2$ soportados por los datos caen entre -27.061 y 31.241.

ANEXO C.2

Comparación de muestras de temperatura entre reactores

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	385.498	6	64.2497	15.97	0.0000
Intra grupos	3013.82	749	4.02379		
Total (Corr.)	3399.32	755			

La tabla de andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 15.9674, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 7 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

ANEXO C.3

Comparación de muestras de temperatura por etapas en RCP

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	160.488	4	40.122	23.86	0.0000
Intra grupos	173.195	103	1.68151		
Total (Corr.)	333.683	107			

La tabla de andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 23.8607, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 5 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Rangos Múltiple

Método: 95.0 porcentaje LSD (diferencia mínima significativa en inglés)

	Casos	Media	Grupos homogéneos
RCP 10	15	15.542	X
RCP 560	15	17.12	X
RCP 1000	15	17.4833	X
RCP 5600	14	18.01	X
RCP C.A	49	19.0553	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 3 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.4

Comparación de pH de reactores en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	17.5289	5	3.50579	4.19	0.0011
Intra grupos	241.081	288	0.837087		
Total (Corr.)	258.61	293			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 4.18808, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 6 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

ANEXO C.5

Comparación de pH de RCP en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	5.17963	4	1.29491	0.80	0.5302
Intra grupos	167.476	103	1.62598		
Total (Corr.)	172.656	107			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 0.796386, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el

estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 5 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

ANEXO C.6

Comparación de pOR de los reactores en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	8343.2	5	1668.64	0.22	0.9530
Intra grupos	4.82463E6	642	7515.0		
Total (Corr.)	4.83297E6	647			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 0.222041, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 6 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

ANEXO C.7

Comparación de pOR de RCP en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	16866.4	4	4216.61	0.46	0.7672
Intra grupos	950561.	103	9228.74		
Total (Corr.)	967427.	107			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 0.456899, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 5 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje LSD (diferencia mínima significativa en inglés)

	Casos	Media	Grupos homogéneos
RCP C.A	49	-127.086	X
RCP 10	15	-111.196	X
RCP 1000	15	-108.718	X
RCP 5600	14	-97.6886	X
RCP 560	15	-97.2093	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. No hay diferencias estadísticamente significativas entre cualquier par de medias, con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se ha identificado un grupo homogéneo, según la alineación de las X en columna. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.8

Comparación de la conductividad eléctrica en los reactores durante las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	2.03146E6	5	406292.	11.14	0.0000
Intra grupos	2.34096E7	642	36463.6		
Total (Corr.)	2.54411E7	647			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 11.1424, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 6 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje LSD (diferencia mínima significativa en inglés)

	Casos	Media	Grupos homogéneos
RCB	108	981.349	X
RCT	108	1015.56	X
RLB	108	1021.44	X
RLP	108	1088.43	X
RCP	108	1121.85	X
RLT	108	1127.31	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 2 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.9

Comparación de la conductividad eléctrica de RCP y RLP en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza para RCP, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	794854.	4	198714.	7.87	0.0000
Intra grupos	2.5991E6	103	25234.0		
Total (Corr.)	3.39395E6	107			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 7.87485, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 5 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples para RCP

Método: 95.0 porcentaje *LSD* (diferencia mínima significativa en inglés)

	Casos	Media	Grupos homogéneos
RCP C.A	49	1047.33	X
RCP 5600	14	1083.83	XX
RCP 1000	15	1159.51	XX
RCP 10	15	1203.91	XX
RCP 560	15	1281.07	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 4 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (*LSD*) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

Tabla de análisis de varianza para RLP, andeva (*ANOVA en inglés, análisis of variance*)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	105959.	4	26489.6	0.36	0.8352
Intra grupos	7.53929E6	103	73197.0		
Total (Corr.)	7.64525E6	107			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 0.361895, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 5 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples para RLP

Método: 95.0 porcentaje *LSD* (diferencia mínima significativa en inglés)

	Casos	Media	Grupos homogéneos
RLP 5600	14	1062.05	X
RLP C.E	49	1065.2	X
RLP 1000	15	1098.44	X
RLP 10	15	1118.58	X
RLP 560	15	1148.78	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. No hay diferencias estadísticamente significativas entre cualquier par de medias, con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se ha identificado un grupo homogéneo, según la alineación de las X en columna. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (*LSD*) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.10

Comparación de remoción de materia orgánica en reactores en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (*ANOVA en inglés, análisis of variance*)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	24986.3	5	4997.25	10.28	0.0000
Intra grupos	52476.8	108	485.897		
Total (Corr.)	77463.1	113			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 10.2846, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 6 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje *LSD* (diferencia mínima significativa en inglés)

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>
RLB C.A	19	43.1811	X
RCB C.A	19	50.0453	X
RLP C.A	19	69.3932	X
RLT C.A	19	75.9037	X
RCT C.A	19	80.4311	X
RCP C.A	19	80.9847	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 2 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (*LSD*) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.11

Comparación de remoción de materia orgánica de RCT en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

<i>Fuente</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
Entre grupos	802.294	4	200.574	1.01	0.4148
Intra grupos	7551.15	38	198.714		
Total (Corr.)	8353.44	42			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 1.00936, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 5 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje *LSD* (diferencia mínima significativa en inglés)

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>
RCT 10	6	79.57	X
RCT C.A	19	80.4311	X
RCT 560	6	83.05	X
RCT 1000	6	86.1017	X
RCT 5600	6	92.5717	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. No hay diferencias estadísticamente significativas entre cualquier par de medias, con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se ha identificado un grupo homogéneo, según la alineación de las X en columna. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (*LSD*) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.12

Comparación de remoción de nitrógeno total de RCT en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	20730.6	5	4146.12	7.15	0.0000
Intra grupos	146177.	252	580.067		
Total (Corr.)	166907.	257			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 7.14765, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 6 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje LSD (diferencia mínima significativa en inglés)

	Casos	Media	Grupos homogéneos
RLT	43	41.7284	X
RLP	43	48.637	XX
RCT	43	54.8923	XX
RCP	43	56.0314	XX
RLB	43	60.9358	XX
RCB	43	70.17	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 4 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.13

Comparación de densidad de potencia de los reactores en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés, análisis of variance)

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	3418.97	5	683.795	18.26	0.0000
Intra grupos	2921.61	78	37.4565		
Total (Corr.)	6340.58	83			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 18.2557, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 6 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje *LSD* (diferencia mínima significativa en inglés)

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>
RCB 5600	14	0.161429	X
RLB 5600	14	0.202857	X
RCT 5600	14	5.59	X
RLT 5600	14	10.1543	XX
RLP 5600	14	11.1879	X
RCP 5600	14	18.1229	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 4 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (*LSD*) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO C.14

Comparación de densidad de potencia de RCP en las etapas experimentales

Tabla de análisis de varianza, andeva (*ANOVA en inglés, análisis of variance*)

<i>Fuente</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
Entre grupos	2173.52	3	724.507	25.21	0.0000
Intra grupos	1580.82	55	28.7421		
Total (Corr.)	3754.34	58			

La tabla andeva descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 25.2071, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de rangos múltiples

Método: 95.0 porcentaje *LSD* (diferencia mínima significativa en inglés)

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>
RCP 10	15	1.9679	X
RCP 560	15	12.8127	X
RCP 1000	15	14.9473	XX
RCP 5600	14	18.1229	X

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se han identificado 3 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (*LSD*) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

ANEXO D

DISPOSICIÓN CONTROLADA DE LOS DESECHOS DE ESTA INVESTIGACIÓN

Para realizar las mediciones de concentración de diferentes especies químicas, se diseñó la metodología correspondiente llevando los volúmenes de análisis a su mínima generación. Los residuos obtenidos durante la experimentación fueron controlados de dos formas:

1. Los que por sus características no se categorizaban como peligrosos de acuerdo con las clasificaciones CRETIB (DOF, 2005), fueron neutralizados en el laboratorio con el fin de que no fueran inocuos y pudieran ser desechados de forma controlada en los laboratorios. Los residuos que se neutralizaron y desecharon en el laboratorio fueron:
 - a) Residuos de la determinación de concentración de NO_3^- .
 - b) Residuos de la determinación de concentración de SO_4^{2-} .
2. Los residuos que por sus características se consideran como peligrosos (DOF, 2005) fueron debidamente etiquetados en recipientes de plástico y fueron enviados a la Unidad de Gestión Ambiental de la Facultad de Química para un tratamiento adecuado. Dentro los residuos categorizados en esta sección fueron:
 - a) Residuos del análisis de materia orgánica medida como DQO.
 - b) Residuos del análisis de nitrógeno en forma de NO_2^- .
 - c) Residuos del análisis de nitrógeno en forma de NH_4^+ .

REFERENCIAS DE ANEXOS

- APHA-AWWA-WPCF. 2002. *Métodos normalizados para el análisis de aguas potables y residuales*. Ediciones Díaz de Santos. Madrid. España.

- DOF. 2014. Norma Mexicana NMX-AA-074-SCFI-2014. *Análisis de agua- Medición del ión sulfato en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México, D.F. México.

- DOF. 2010. Norma Mexicana NMX-AA-026-SCFI-2010. *Análisis de agua- Medición de nitrógeno total Kjeldahl en aguas naturales, residuales y residuales tratadas Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México, D.F. México.

- DOF. 2006. Norma Mexicana NMX-AA-099-SCFI-2006. *Análisis de agua- Determinación de nitrógeno de nitritos en aguas naturales y residuales- Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- DOF. 2005. Norma Oficial Mexicana NOM-052-SEMARNAT-2005, *que establece las características, el procedimiento de identificación, clasificación y los listados de residuos peligrosos*. Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- DOF. 2001. Norma Mexicana NMX-AA-030-SCFI-2001. *Análisis de agua- Determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas- Método de prueba*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- DOF. 1986. Norma Mexicana NMX-AA-082-1986. *Contaminación del agua- Determinación de nitrógeno de nitrato- Método espectrofotométrico ultravioleta*. NORMA MEXICANA. Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. Poder Ejecutivo Federal. Diario Oficial de la Federación. México D.F. México.

- Orduña-Bustamante, M.A., Vaca-Mier, M., Escalante-Estrada, J.A., Durán-Domínguez-de-Bazúa, C. 2011. Nitrogen and potassium variation on contaminant removal for a vertical subsurface flow lab scale constructed wetland. *Bioresour. Technol.* **102**:7745-7754.

- Salinas-Juárez, M.G. 2016. Estudio de la generación de electricidad en un humedal artificial asistido electroquímicamente. *Tesis de Doctorado en Ingeniería*. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Ingeniería Ambiental, Suelo). UNAM. Defensa: Diciembre 02. México D.F., México.

ÍNDICE DE TABLAS Y FIGURAS DE ANEXOS

Figura No.	Título	Página
Figura A.1.1.	Gráfica de calibración para lectura de DQO	80
Figura A.1.2.	Gráfica de calibración para lectura de N-NO ₃	83
Figura A.1.3.	Gráfica de calibración para lectura de N-NO ₂	87
Figura A.1.4.	Gráfica de calibración para lectura de SO ₄ ⁼	91
Figura A.2.1.	Equipo granulométrico del LIQ-FQ-UNAM	95
Figura B.1.1.	Regresión lineal de altura <i>versus</i> tiempo de RCP	97
Figura B.1.2.	Regresión lineal de altura <i>versus</i> tiempo de RLP	97
Figura B.6.1.	Datos de remoción de materia orgánica medida como DQO	100
Figura B.7.1.	Datos de densidad de potencia	100
Figura B.8.1.	Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCP	102
Figura B.9.1.	Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCT	103
Figura B.10.1.	Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RCB	104
Figura B.11.1.	Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLP	105
Figura B.12.1.	Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLT	106
Figura B.13.1.	Curvas de polarización de datos promedio por etapa de RLB	107

Tabla No.	Título	Página
TablaA.1.1.	Preparación de la curva de calibración	79
Tabla A.1.2.	Puntos de curva de calibración	80
Tabla A.1.3.	Preparación de la curva de calibración	82
Tabla A.1.4.	Puntos de curva de calibración	83
Tabla A.1.5.	Selección del volumen de muestra	86
Tabla A.1.6.	Preparación de la curva de calibración	86
Tabla A.1.7.	Preparación de la curva de calibración	90
Tabla A.1.8.	Puntos de curva de calibración	90
Tabla A.1.9.	Preparación de la curva de calibración	90

Tabla A.2.1.	Concentración del agua residual sintética	94
Tabla A.2.2.	Descripción de los tamices para granulometría	95
Tabla B.1.	Datos promedio de temperatura en las etapas experimentales	99
Tabla B.2.	Datos promedio de pH en las etapas experimentales	99
Tabla B.3.	Datos promedio de pOR en las etapas experimentales	99
Tabla B.4.	Datos promedio de conductividad eléctrica en las etapas experimentales	100
Tabla B.7.1.	Datos de remoción de especies de nitrógeno	101