

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO**  
**DIVISIÓN DE INGENIERÍA**  
**DEPARTAMENTO CIENCIAS DEL SUELO**



Tratamiento de Agua Residual Municipal en una Celda de Combustible  
Microbiana con Compósitos de Espuma de Poliuretano, Grafito y  
Polipirrol

Por:

**LIMBER NATANAEL DE LEÓN SAMAYOA**

TESIS

**Presentada como Requisito Parcial para  
Obtener el Título de:**

**INGENIERO AGRÍCOLA Y AMBIENTAL**

Saltillo, Coahuila, México Noviembre 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO

DIVISIÓN DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO CIENCIAS DEL SUELO

Tratamiento de Agua Residual Municipal en una Celda de Combustible  
Microbiana Utilizando Compósitos de Espuma de poliuretano, Grafito y  
Polipirrol

POR:

LIMBER NATANAEL DE LEÓN SAMAYOA

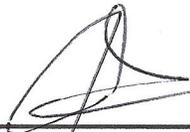
TESIS

INGENIERO AGRÍCOLA Y AMBIENTAL

Dirigido por el siguiente comité asesor:



Dra. Silvia Yudith Martínez Amador  
Asesor Principal



M.C. Pedro Pérez Rodríguez  
Coasesor



Universidad Agraria  
"ANTONIO NARRO"  
M.C. Juan Manuel Cepeda Dovala  
Coasesor



Dr. Luis Samaniego Moreno  
Coordinador de la División de Ingeniería

Coordinación de  
Ingeniería

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México, Noviembre del 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO  
DIVISIÓN DE INGENIERÍA  
DEPARTAMENTO CIENCIAS DEL SUELO

Tratamiento de Agua Residual Municipal en una Celda de Combustible  
Microbiana Utilizando Compósitos de Espuma de poliuretano, Grafito y  
Polipirrol

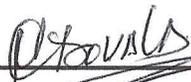
POR:

LIMBER NATANAEL DE LEÓN SAMAYOA

TESIS

INGENIERO AGRÍCOLA Y AMBIENTAL

Que somete a consideración del H. Jurado examinador:



M.C. Juan Manuel Cepeda Dovala  
Presidente del Jurado



M.C. Pedro Pérez Rodríguez de la Garza  
Sinodal

Universidad Agraria  
"ANTONIO NARRO"

M.C. Pedro Pérez Rodríguez  
Sinodal



Dr. Luis Samaniego Moreno  
Coordinador de la División de Ingeniería  
Ingeniería

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México. Noviembre del 2016

## **DEDICATORIA**

### **A Dios**

Dios, su Amor y su Bondad son infinitos, en cada momento estás conmigo, me haces sonreír todos los días y cuando caigo tú me das la fuerza para levantarme. Gracias por este logro que es resultado de tu ayuda.

### **A mis padres**

**Sr. Edmundo Ely De León Méndez – Sra. Maura Samayoa Mazariegos**

Con amor y respeto les dedico este sencillo trabajo porque gracias a ustedes he culminado mis estudios con éxito. Su apoyo incondicional, cariño, amor, dedicación y consejos han permitido convertirme en la persona que ahora soy, cada palabra que salía de su boca fue una motivación para seguir adelante. Los amo.

### **A mis hermanos (as)**

**Ogler De León Samayoa, Sady De León Samayoa, Maybeli De Leon Samayoa, Jesus De León Samayoa, Anita De León Samayoa.**

Con amor y cariño les dedico este pequeño esfuerzo que se ha convertido en una meta más cumplida, gracias por creer en mí, por sus motivaciones y apoyo infinito. Los quiero mucho hermanos (as).

### **A mis sobrinos (as)**

**Miriam, Michelle, Maurita, Erick, Mía, Tania, Nicole y Fernando....**

Para que vean en mí un ejemplo a seguir, Los quiero mucho.

# AGRADECIMIENTOS

## **A mi ALMA TERRA MATER**

### **UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA ANTONIO NARRO**

Mi universidad quien me recibió con las puertas abiertas para formarme y convertirme en un ingeniero, esta tesis la he hecho con todo mi esfuerzos para dejar en alto tu nombre. Por siempre Buitre de corazón.

### **A la Dr. Silvia Yudith Martínez Amador**

Por darme la oportunidad de realizar esta investigación en su equipo de trabajo y asesorarme en el proceso de titulación.

### **Al M.C. Pedro Pérez Rodríguez**

Por haberme brindado la oportunidad de recurrir a su capacidad y conocimiento. Su manera de trabajar, su persistencia y su motivación han sido fundamentales para llevar a cabo esta investigación, así como también por haberme tenido paciencia en todo momento.

### **Al M.C. Juan Manuel Cepeda Dovala**

Por sus consejos, apoyo y amistad durante toda la carrera y su orientación valiosa para poder realizar este trabajo.

**A mis Amigos y compañeros: Ivon, Chandomí, Lily, Flor** Por su sincera amistad y su valiosa compañía durante este tiempo que compartimos las mismas aulas en el trayecto de nuestra formación y por estar conmigo en todo momento.

**A mis primos: Gustavo Mérida, Pedro Mérida y Manuel De León** por su apoyo incondicional durante el tiempo que compartimos estando fuera de casa...

**A Areli González Roblero** Por su cariño y brindarme todo su apoyo en todo momento.. DTB Siempre.

**A la familia Abencerraje:** Por su amistad y hacerme sentir como en casa.

## ÍNDICE GENERAL

I. INTRODUCCIÓN.....	10
OBJETIVOS .....	12
Objetivo general .....	12
Objetivos específicos.....	12
HIPÓTESIS .....	13
II. REVISIÓN DE LITERATURA.....	14
2.1. El agua en México.....	14
2.1.1. Distribución del agua en México .....	14
2.2. Tipos de aguas.....	15
2.2.1. Agua Potable .....	15
2.2.2. Agua salada .....	16
2.2.3. Agua salobre.....	16
2.2.4. Agua dulce.....	16
2.2.5. Agua dura .....	17
2.2.6. Agua blanda.....	17
2.2.7. Agua residual .....	17
2.3. Clasificación de las aguas residuales.....	18
2.3.1. Aguas residuales domesticas .....	18
2.3.2. Aguas residuales industriales .....	18
2.3.3. Aguas residuales agrarias.....	18
2.4. Tipos de tratamientos de aguas residuales .....	19
2.4.1. Procesos físicos.....	19
2.4.2. Procesos químicos.....	22
2.4.3. Procesos biológicos .....	23
2.5. Celdas de combustible microbianas .....	26
2.6. Historia de las celdas de combustible microbianas .....	26
2.7. Función de las celdas de combustible microbianas .....	27
2.8. Configuraciones de las celdas de combustible microbianas .....	28
2.8.1. Celda de combustible microbiana de múltiples compartimentos...28	

2.8.2. Celda de combustible microbiana de doble compartimento .....	28
2.8.3. Celda de combustible microbiana de un solo compartimento .....	30
2.9. Metabolismo en las celdas de combustible microbianas .....	31
2.10. Ventajas del uso de las celdas de combustibles microbianas.....	32
2.11. Mecanismos de transferencia de electrones .....	32
2.11.1. Transferencia directa de electrones al electrodo .....	33
2.11.2. Electr6genos .....	33
2.11.3. Transferencia con ayuda de mediadores externos o producidos por el mismo organismo .....	33
2.11.4. Mediadores adicionados ex6genamente .....	33
2.12. Materiales para electrodos .....	34
2.13. Espuma de poliuretano.....	35
2.14. Grafito.....	35
2.15. Pol6meros conductores.....	36
2.16. Polipirrol (PPy) .....	37
2.17. Tipos de membrana de intercambio prot6nico .....	37
2.18. Biopel6culas .....	38
2.19. Fases de formaci6n de una biopel6cula .....	38
2.19.1. Adhesi6n reversible a la superficie .....	39
2.19.2. Adhesi6n irreversible a la superficie .....	39
2.19.3. Sustancia protectora viscosa .....	40
2.19.4. Dispersi6n .....	40
2.20. Usos y aplicaciones de las biopel6culas .....	40
2.20.1. Tratamiento de aguas residuales.....	41
2.20.2. Biorremediaci6n de suelos contaminados.....	41
2.20.3. Formaci6n de biobarreras para la protecci6n de mantos acuíferos .....	42
2.21. Desventajas en la formaci6n de biopel6culas .....	43
III. METODOLOGÍA.....	44
3.1. Ubicaci6n del experimento .....	44
3.2. Generalidades del experimento.....	44
3.3. Preparaci6n de material .....	45
3.4. Recubrimiento de espuma de poliuretano con grafito en aerosol.....	45

3.5. Polimerización química de los electrodos.....	46
3.6. Grafito-PPy adherido en electrodos .....	47
3.7. Acondicionamiento de electrodos para la formación de biopelícula .....	48
3.8. Cinética de remoción biológica.....	49
3.9. Extracción de muestras de reactores tipo Batch para la DQO. ....	49
3.10. Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) .....	50
3.11. Determinación de biomasa en electrodos .....	50
3.12. Acondicionamiento de Membranas de Intercambio Protónico (PEM) .....	51
3.13. Establecimiento de las celdas de combustible microbianas .....	52
3.14. Preparación de la solución catolítica .....	54
3.15. Cinética de remoción biológica y producción eléctrica en CCM .....	54
3.16. Extracción de muestras de las CCM para la DQO .....	55
3.17. Remoción de DQO en Celdas de Combustible Microbianas .....	55
3.18. Materiales y reactivos.....	55
3.19. Caracterización electroquímica de las CCM.....	57
3.20. Determinación de tensión eléctrica (V).....	57
3.21. Determinación de corriente eléctrica (A) .....	58
3.22. Determinación de densidad de potencia $W/m^2$ .....	58
3.23. Eficiencia coulombica ( $E_{cb}$ ) obtenida en CCM.....	59
IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	61
4.1. Porcentaje de grafito y polipirrol adheridos en electrodos.....	61
4.2. Cinética de remoción biológica de DQO.....	61
4.3. Producción de biomasa en electrodos .....	62
4.4. Determinación de densidad de potencia ( $mW/m^2$ ) a 4 ciclos en CCM .....	63
4.5. Determinación de densidad de potencia ( $mW/m^3$ ) a 4 ciclos en CCM .....	68
4.6. Porcentaje de remoción de materia orgánica a 4 ciclos en CCM .....	70
4.7. Eficiencia coulombica en CCM.....	71
4.8. Curva de polarización $T_3$ -PU/Grafito/PPy $FeCl_3$ .....	73
4.9. Caracterización por SEM de los microorganismos adheridos a los electrodos.....	74
CONCLUSIONES.....	76
BIBLIOGRAFÍA.....	77

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Distribución del agua en México CONAGUA (2013). .....	15
Figura 2.2. Partes principales de una CCM de doble compartimento.....	29
Figura 2.3. Partes principales de una CCM de un solo compartimento.....	31
Figura 2.4. Formación y estructura de biopelícula.....	39
Figura 3.1. PU recubierta con grafito en aerosol .....	46
Figura 3.2. Polimerización química de los electrodos.....	47
Figura 3.3. Proceso de acondicionamiento de los electrodos .....	48
Figura 3.4. Cinética de remoción biológica.....	49
Figura 3.5. Acondicionamiento de la PEM.....	52
Figura 3.6. Celda de combustible microbiana ensamblada .....	53
Figura 3.7. Cinética en CCM .....	55
Figura 4.1. Comportamiento de la demanda química de oxígeno (DQO) en CCM .....	62
Figura 4.2. Determinación de densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) a 4 ciclos en CCM .....	64
Figura 4.3. Densidad de potencia en ( $\text{mW}/\text{m}^3$ ) a 4 ciclos en CCM.....	69
Figura 4.4. Porcentaje de remoción de materia orgánica en CCM's.....	71
Figura 4.5. Porcentaje de eficiencia coulombica comparando los tres tratamientos.....	73
Figura 4.6. Curva de polarización para T3/PU/Grafito/PPy .....	74
Figura 4.7. Colonización microbiana en los ánodos de PU/Grafito/PPy $\text{FeCl}_3$ bajo condiciones de anaerobiosis.....	75

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1. Tratamientos a evaluar .....	44
Tabla 4.1. Porcentaje de grafito y PPy adherido en electrodos.....	61
Tabla 4.2. Biomasa producida en electrodos .....	63
Tabla 4.3. Densidad de potencia ( $mW/m^2$ ) obteniendo valores máximos y mínimos en CCM a 4 ciclos en los 3 tratamientos.....	65
Tabla 4.4. Densidad de potencia en diversas investigaciones .....	66
Tabla 4.5. Densidad de potencia ( $mW/m^3$ ) obteniendo valores máximos y mínimos en CCM a 4 ciclos en los 3 tratamientos.....	70

## ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 3.1. Porcentaje de adhesión de grafito en aerosol ( $\%Ad_{Graf}$ ).....	47
Ecuación 3.2. Porcentaje de adhesión de polipirrol ( $\%Ad_{PPy}$ ).....	47
Ecuación 3.3. Porcentaje de remoción biológica.....	50
Ecuación 3.4. Sólidos totales.....	51
Ecuación 3.5. Biomasa.....	51
Ecuación 3.6. Determinación de la solución catalítica.....	54
Ecuación 3.7. Corriente eléctrica (A).....	58
Ecuación 3.8. Densidad de potencia en ( $mW/m^2$ ).....	58
Ecuación 3.9. Densidad de potencia en ( $mW/m^3$ ).....	59
Ecuación 3.10. Eficiencia coulombica.....	59

## ABREVIATURAS

<b>ADN</b>	Acido desoxirribonucleico
<b>APS</b>	Persulfato de amonio por sus siglas en ingles (APS)
<b>CCM</b>	Celda de combustible microbiana
<b>CNTs</b>	Nanotubos de carbón por sus siglas en Ingles (CNTs)
<b>CONAGUA</b>	Comisión nacional del agua
<b>DQO</b>	Demanda química de oxigeno
<b>E.E.U.U</b>	Estados unidos
<b>IPN</b>	Instituto Politécnico Nacional
<b>LED</b>	Diodos emisores de luz
<b>NADH</b>	Ubiquinona oxidorreductasa
<b>PANi</b>	Polianilina
<b>PEM</b>	Membrana de intercambio protónico por sus siglas en ingles (PEM)
<b>PPy</b>	Polipirrol
<b>PTARM</b>	Planta de tratamiento de agua residual municipal
<b>PU</b>	Espuma de poliuretano
<b>SPE</b>	Sustancia polimérica extracelular
<b>UAEH</b>	Universidad Autónoma de Estado de Hidalgo
<b>UNAM</b>	Universidad Autónoma de México

## RESUMEN

En la última década los sistemas bioelectroquímicos han atraído el interés de diversos investigadores, no sólo por la tendencia mundial en la producción de energía sostenible, sino también por su operación simultánea para la biorremediación de aguas residuales. El objetivo principal de este trabajo fue promover la biodegradación de la materia orgánica y la generación de energía eléctrica aplicando tres celdas de combustible microbianas (CCM) con una configuración de doble compartimento basada en el modelo “H” (Du *et al*, 2007), con cámaras de 50 mL de volumen suministradas con agua residual municipal (PTARM) del Gran Bosque Urbano “Ejército Mexicano” Saltillo, Coahuila. Dichas cámaras fueron separadas por una membrana de intercambio protónico (PEM) Nafion 117 para promover el intercambio de protones. Se utilizó espuma de poliuretano, grafito y pilipirrol como materiales anódicos y como aceptor de electrones una solución de ferrocianuro de potasio  $K_3[Fe(CN)_6]$  0.5 M. Para que la corriente eléctrica pudiera fluir en el sistema externo se adaptó una resistencia de 1000 ( $\Omega$ ). Los tratamientos fueron distribuidos de la siguiente manera: T1-Espuma de poliuretano (PU), T2- PU/Grafito/PPy-APS, T3-PU/Grafito/PPy-( $FeCl_3$ ). Se trabajó en condiciones controladas con una temperatura de 35°C utilizando una incubadora durante la reacción de las celdas. La eficiencia de remoción biológica más alta fue de 48.19 % en la celda de combustible microbiana (T3), mismo tratamiento obtuvo la más alta densidad de potencia con 21.37 ( $mW/m^2$ ). Por otra parte, la eficiencia coulombica máxima obtenida fue de 9.37 % en dicho tratamiento.

**Palabras claves:** *sistemas bioelectroquímicos, remoción biológica, energía renovable, densidad de potencia, eficiencia coulombica.*

## I. INTRODUCCIÓN

México, un país rico en recursos naturales, el agua que consume proviene de fuentes tales como ríos, arroyos y acuíferos del subsuelo, es un recurso vital y no hay ninguna alternativa conocida que la reemplace, sin embargo este líquido se está agotando debido al incremento poblacional y al mal uso que se le da. Debido a la creciente necesidad de lograr el equilibrio hidrológico que asegure el abasto suficiente de agua a la población se emplean nuevas tecnologías que podrían solucionar uno de los problemas críticos que afronta la sociedad. Entonces considerando los intereses vitales de la sociedad, una tecnología limpia ideal sería aquella capaz de producir energía mediante un proceso no contaminante y al mismo tiempo que permita la remediación del agua contaminada.

Las celdas de combustible microbianas (CCM) son una tecnología promisoría para propósitos de biorremediación de aguas residuales, que permiten la oxidación de materia orgánica sobre un ánodo colonizado por microorganismos, hasta  $\text{CO}_2$  y protones. Derivado de ello, se transfieren electrones (mediante un circuito eléctrico externo al sistema) hasta un cátodo, en el que se lleva a cabo la reducción del  $\text{O}_2$  para formar agua. De este modo, esta tecnología limpia permite la remediación de agua en forma paralela a la generación directa de electricidad, sin pasar por procesos de combustión.

Estos sistemas bioelectroquímicos han sido probados debido a su fácil técnica de funcionamiento, en el mundo ya se han puesto en marcha plantas piloto e industriales donde las celdas de combustible microbianas (CCM) forman parte del proceso de tratamiento de aguas residuales. Los materiales anódicos son aspecto clave en ello ya que su uso considera el factor limitante de la cinética del proceso, se alcanzará un desarrollo más completo cuando se logren abatir los costos de los

materiales anódicos, catódicos y separadores (membranas) que conforman el sistema, manteniendo su eficiencia catalítica.

Además de los beneficios ya mencionados, las CCM pueden contribuir a la biorremediación de compuestos como los metales pesados, debido a que los microorganismos pueden aceptar electrones desde los electrodos (cátodo) y reducir diferentes compuestos, volviéndolos ambientalmente más amigables. Las CCM se distinguen de otros sistemas de generación de energía y biorremediación porque operan eficientemente a temperatura ambiente e incluso a muy bajas temperaturas; producen menor cantidad de CO<sub>2</sub> que cualquier otra tecnología actual que utilice combustibles fósiles para generar energía, por lo que las pocas emisiones de este gas no requieren ningún tipo de tratamiento; no necesitan aporte de energía siempre y cuando el cátodo abiótico sea aireado pasivamente (Rabaey *et al*, 2003; Du *et al*, 2007; Pant *et al*, 2010).

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo general**

Evaluar el desempeño de celdas de combustible microbianas utilizando compósitos de PU/Grafito/PPy como materiales anódicos para la biorremediación de agua residual doméstica y la generación de energía eléctrica.

### **Objetivos específicos**

1. Determinar el efecto de los tratamientos PU/Grafito/PPy sobre una cinética de remoción biológica (DQO).
2. Determinar el efecto de los tratamientos PU-Grafito-PPy sobre el incremento del voltaje, corriente eléctrica y densidad de potencia mediante el uso de celdas de combustible microbianas.
3. Caracterizar la celda de combustible microbiana mediante curvas de polarización.

## **HIPÓTESIS**

El uso de un compuesto a base de espuma de poliuretano, grafito y polipirrol como material anódico en la celda de combustible microbiana producirá una alta eficiencia de remoción de materia orgánica y densidad de potencia en función del tiempo.

## II. REVISIÓN DE LITERATURA

### 2.1. El agua en México

Los recursos hídricos en México, al igual que en el resto del mundo, se encuentran bajo una creciente presión. El crecimiento demográfico, la urbanización y el aumento en el consumo de agua en los hogares, la agricultura y la industria, han aumentado significativamente el uso del agua, este desarrollo conduce a la escasez y perjudica gravemente (CONAGUA, 2013).

El problema de la disponibilidad del agua en muchas regiones del país se está agrandando debido al desequilibrio de los sistemas hidrológicos, como consecuencia de la afectación de los ecosistemas, de la deforestación y la degradación de los suelos, de las cuencas; de la contaminación de suelos corrientes y cuerpos de agua, de la alteración de condiciones climáticas y de otros factores como el establecimiento de patrones de consumo no adecuados, bajo la idea de una disponibilidad ilimitada del recurso. En México a través de la historia, ha enfrentado serios problemas tanto para el abastecimiento de agua potable como para el desalojo de aguas residuales y pluviales (UNAM, 2009).

#### 2.1.1. Distribución del agua en México

El agua es empleada de diversas formas en las actividades humanas. En nuestro país se clasifican en cuatro usos diferentes:

- Uso agrícola, 77 por ciento (principalmente riego de cultivos).
- Abastecimiento público, 14 por ciento se distribuye a través de las redes de agua potable (domicilios, industrias y a quienes estén conectados a dichas redes).

- Generación de energía eléctrica 5 por ciento (mediante plantas termoeléctricas)
- Industria autoabastecida, 4 por ciento son aquellas empresas que toman el agua directamente de los ríos, arroyos, lagos y acuíferos del país CONAGUA (2013).

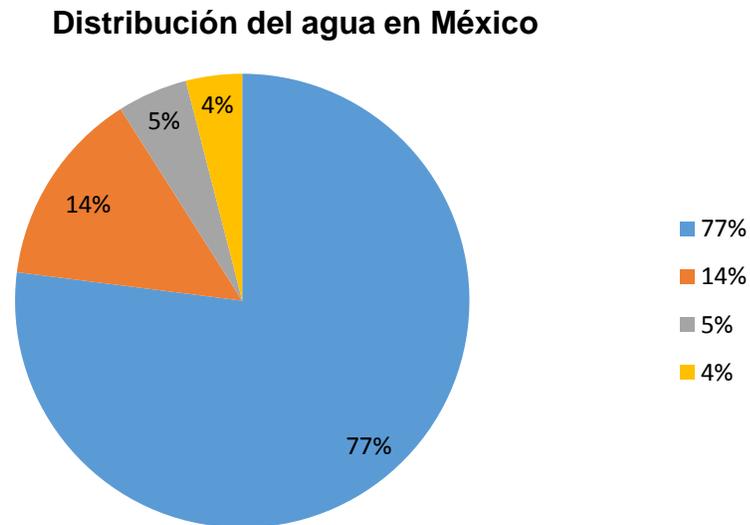


Figura 2.1 Distribución del agua en México (CONAGUA, 2013).

## 2.2. Tipos de aguas

Existen diferentes tipos de agua, de acuerdo a su procedencia y uso como los son el agua potable, salada, salobre, dulce, dura, blanda y residual.

### 2.2.1. Agua Potable

Se denomina agua potable al agua bebible en el sentido que puede ser consumida por personas y animales sin riesgo de contraer enfermedades. El término

se aplica al agua que ha sido tratada para su consumo humano según estándares de calidad determinados por las autoridades locales e internacionales.

### **2.2.2. Agua salada**

Es aquella que tiene la concentración de sales relativamente alta (más de 10,000 mg/L). El agua salada es la que se puede encontrar en los océanos y mares de la tierra. Es salada por la concentración de sales minerales disueltas que contiene, entre ellas predomina el cloruro de sodio, también conocido como sal de mesa.

### **2.2.3. Agua salobre**

Se llama agua salobre al agua que tiene más sal disuelta que el agua dulce, pero menos que el agua de mar. Técnicamente, se considera agua salobre la que posee entre 0.5 y 30 (g/L). Esta agua es típica de los deltas y resulta de la mezcla del agua del río correspondiente con el agua de mar. También se encuentra agua salubre de origen fósil en ciertos acuíferos asociados con rocas salinas.

### **2.2.4. Agua dulce**

El agua dulce es la que contiene cantidades mínimas de sales disueltas, especialmente cloruro sódico, distinguiéndose así del agua salada (agua de mar). El agua dulce está contenida en gran parte de las aguas continentales y subterráneas principalmente.

### **2.2.5. Agua dura**

En química, el agua dura es aquella que posee una dureza superior a 120 mg de carbonato de calcio por litro ( $\text{CaCO}_3/\text{L}$ ). Es decir que contiene un alto nivel de minerales, en particular carbonatos de magnesio y calcio, y sulfatos principalmente de sulfuro, azufre y hierro, que lleva en sí un tanto del óxido rojizo. Son estas las causantes de la dureza del agua, y el grado de la dureza es directamente proporcional a la concentración de las sales metálicas.

El agua dura no produce espuma con el jabón; más aún, es bien empleada en el uso cotidiano incluyendo el consumo, aunque no tenga la nitidez del agua purificada; por consiguiente, el agua dura, dependiendo de los niveles de minerales tiene sabor y puede ser ligeramente turbia.

### **2.2.6. Agua blanda**

El agua blanda, por contraposición al agua dura, es el agua que no es dura, tiene flexibilidad y se le encuentra generalmente en las estepas; siempre es dulce y de diferentes colores, en función de las partículas en suspensión. El agua blanda se caracteriza por tener una concentración de cloruro de sodio ínfima y una baja cantidad de iones de calcio y magnesio (UAEH, 2008).

### **2.2.7. Agua residual**

Son aquellas aguas cuyas características originales han sido modificadas por actividades humanas y que por su calidad requieren un tratamiento previo, antes de ser reusadas, vertidas a un cuerpo natural de agua o descargadas al sistema de alcantarillado (Hugo y Aldo, 2013).

## **2.3. Clasificación de las aguas residuales**

La clasificación se hace con respecto a su origen, ya que esto va a determinar su composición. En esta clasificación se describen las aguas residuales domesticas, aguas residuales industriales y aguas residuales agrarias.

### **2.3.1. Aguas residuales domesticas**

Son aquellas de origen residencial y comercial que contienen desechos fisiológicos, entre otros, provenientes de la actividad humana, y deben ser dispuestas adecuadamente.

### **2.3.2. Aguas residuales industriales**

Son aquellas que provienen de cualquier actividad o negocio en cuyo proceso de producción, transformación o manipulación se utilice el agua. Son enormemente variables en cuanto a caudal y composición. Estas son más contaminadas que las aguas residuales urbanas, además, con una contaminación mucho más difícil de eliminar.

### **2.3.3. Aguas residuales agrarias**

Son aquellas que resultan del desarrollo de un proceso productivo, incluyéndose a las provenientes de la actividad minera, agrícola, energética, agroindustrial, entre otras (Hernández, 2000).

## **2.4. Tipos de tratamientos de aguas residuales**

El tratamiento de aguas residuales es el conjunto de operaciones unitarias de tipo físico, químicos o biológicos cuya finalidad es la eliminación o reducción de la contaminación así como la eliminación de las características no deseables de las (CONAGUA, 2013).

### **2.4.1. Procesos físicos**

Los procesos físicos de tratamientos de aguas residuales son todos aquellos que se emplean las fuerzas físicas para el tratamiento. En general, las operaciones físicas se emplean durante todo el proceso del tratamiento de las aguas residuales, aunque algunas son casi exclusivamente operaciones de pretratamiento (desbastes, dilaceración y homogenización de caudales). Los principales procesos físicos para el tratamiento de aguas residuales son presentados a continuación.

#### **2.4.1.1. Desbaste**

La operación de desbaste consiste en la eliminación de sólidos gruesos y sedimentables por retención en las superficies. Los elementos utilizados para el desbaste son las rejas y los tamices. Las rejas representan aberturas mayores de 25 mm mientras que en los tamices no serán superiores a 6 mm. Las rejas se utilizan para separar los sólidos grandes, que pueden producir daños y obstrucciones en bombas, válvulas, conducciones u otros elementos. El tamiz se usa para el tratamiento primario como para la eliminación de sólidos en suspensión en el tratamiento secundario. La limpieza de las rejas y tamices se pueden realizar mecánicamente o manualmente.

#### **2.4.1.2. Dilaceración**

Es la trituración de sólidos gruesos en tamaños menores y más homogéneos. Esta operación no está destinada a mejorar la calidad del agua bruta ya que las materias trituradas no son separadas, si no que se reincorporan al circuito y pasan a los demás tratamientos, por lo que este paso no se suele usar, a no ser que no haya desbaste.

#### **2.4.1.3. Homogenización de caudales**

Se realiza en el tratamiento de aguas residuales de tratamiento iguales y concentraciones de contaminantes mucho más homogéneas. Esta operación produce una mayor efectividad en los tratamientos posteriores.

#### **2.4.1.4. Mezclado**

La operación de mezclado es importante en muchas fases del tratamiento de aguas residuales. Se utiliza cuando sea necesario que una sustancia determinada, se homogenice totalmente en el seno de otra. Debe realizarse el mezclado en la precipitación química, en los procesos biológicos el aire se debe mezclar con los fangos activados; en el proceso de desinfección, las aguas procedentes del último tratamiento se deben mezclar con el cloro o el hipoclorito sódico.

#### **2.4.1.5. Floculación**

Es la operación en que las partículas en suspensión aumentan su superficie de contacto. Este aumento de la superficie de contacto es debido a la adición de productos químicos en los procesos de precipitación química. Debido a la floculación

las partículas se agregan en partículas mayores (coagulación) y alcanzan la masa suficiente para sedimentar.

#### **2.4.1.6. Sedimentación**

Es la separación de los componentes del agua en dos fases, una fase sólida, que corresponde a los fangos y que está formada por partículas de sólidos suspendidos, más pesados que el agua, que, por gravedad se depositan en el fondo, y una fase líquida formada por el agua y compuestos en disolución.

#### **2.4.1.7. Flotación**

Una alternativa a la sedimentación, utilizada en el tratamiento de algunas aguas residuales, es la flotación, en la que se esfuerza la entrada de aire en las mismas, a presiones de entre 1.75 y 3.5 kg por cm<sup>2</sup>. El agua residual, supersaturada de aire, se descarga a continuación en un depósito abierto. En él, la ascensión de las burbujas de aire hace que los sólidos en suspensión suban a la superficie, de donde son retirados.

#### **2.4.1.8. Filtración**

La operación de filtración permite la eliminación de sólidos en suspensión, procedentes de las aguas después del tratamiento y sedimentación biológica, así como de la precipitación química. La filtración se realiza, generalmente a través de los lechos filtrantes, compuestos de materia granular, con o sin adición de productos químicos. También se puede utilizar microtamices. La filtración en medios granulados se realiza a través de varios mecanismos de eliminación tales como el tamizado, interceptación, impacto, sedimentación y adsorción (Sans, 1999).

## **2.4.2. Procesos químicos**

Los procesos químicos son todos aquellos en los que la eliminación de los contaminantes del agua residual se lleva a cabo mediante la adición de reactivos químicos o bien mediante las propiedades químicas de diversos compuestos.

### **2.4.2.1. Precipitación química**

Consiste en añadir ciertos productos químicos al agua residual para conseguir que estos alteren el estado físico de los sólidos disueltos o en suspensión y se produzca una eliminación por sedimentación.

### **2.4.2.2. Transferencia de gases**

Es el proceso mediante el cual el gas es transferido de una fase a otra, la aireación se realiza introduciendo aire en el agua hasta diversas profundidades. Otra forma de aireación es con los denominados aireadores de superficie que introducen grandes cantidades de oxígeno en las aguas y que consisten en turbinas de alta velocidad que giran en la superficie de los líquidos parcialmente sumergidos.

### **2.4.2.3. Adsorción**

El proceso por el cual los iones, o las moléculas, son retenidos sobre la superficie de un sólido, es lo que se denomina adsorción. El sólido recibe el nombre de adsorbente y la sustancia que es adsorbida el nombre de adsorbato. El proceso de flotación puede considerarse una adsorción, en donde el adsorbente son los sólidos en suspensión y el adsorbato es el aire o el gas utilizado.

#### **2.4.2.4. Desinfección**

Consiste en la eliminación de los organismos presentes en las aguas que pueden producir enfermedades.

#### **2.4.2.5. Decloración**

La decloración de las aguas residuales consiste en la eliminación de todo el cloro residual combinado. Los mejores agentes de decloración son el dióxido de azufre y el carbón activado. También se puede utilizar el sulfito sódico y el metabisulfito sódico (UAEH, 2008).

#### **2.4.3. Procesos biológicos**

Son métodos de tratamiento en los cuales la remoción de contaminantes se lleva a cabo mediante actividad biológica, son conocidos como unidades de procesos biológicos. El tratamiento biológico se usa principalmente para remover las sustancias orgánicas biodegradables (coloidales o disueltas) en el agua residual (básicamente las sustancias son convertidas en gases que pueden escapar a la atmósfera y en tejido celular biológico que puede ser removido mediante sedimentación) (Nodal, 2001).

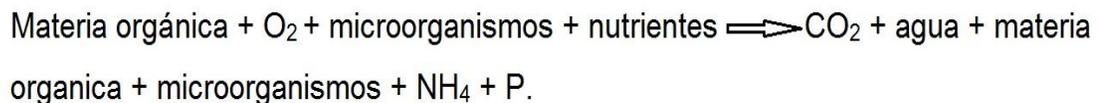
##### **2.4.3.1. Procesos aerobios**

El proceso de tratamiento aerobio, se ha empleado para la degradación de la materia orgánica de aguas residuales con éxito; los microorganismos que intervienen para la estabilización de los residuos necesitan oxígeno para su crecimiento. El oxígeno debe estar disponible en la forma de oxígeno libre disuelto, éste es el reactivo esencial para los procesos aerobios, cuando los organismos utilizan los

nutrientes orgánicos, consumen al mismo tiempo el oxígeno disuelto; si no se repone el O<sub>2</sub> el crecimiento microbiano se detiene, ya que los organismos mueren por falta de oxígeno, a estos tipos de microorganismos se les llama aerobios obligados. La disponibilidad del oxígeno disuelto libre disuelto es, por lo tanto, el factor clave que limita la capacidad de autopurificación de una corriente de agua o la eficiencia del proceso biológico aerobio.

Los procesos aerobios son bioquímicamente eficientes y rápidos, generando productos secundarios que casi siempre son químicamente simples y altamente oxidados, como anhídrido carbónico y agua, por otra parte, se forma nueva materia microbiana como resultado de su reproducción (Pérez *et al*, 2011).

La formula general del proceso de digestión aerobia es la siguiente:



#### **2.4.3.2. Procesos anóxicos**

Son los procesos de tratamiento biológico por el cual el nitrógeno de los nitratos, se transforma en nitrógeno gas en ausencia de oxígeno. Son los sistemas en los que el aceptor final de electrones no es el oxígeno ni tampoco la materia orgánica. En condiciones anóxicas el aceptor final de electrones suelen ser los nitratos, los sulfatos y el hidrógeno. Cuando el aceptor final de electrones es el nitrato, como resultado del proceso metabólico, el nitrógeno de la molécula de nitrato es transformado en nitrógeno gas. Así pues, este metabolismo permite la eliminación biológica del nitrógeno del agua residual (Pérez, *et al*, 2011).

### 2.4.3.3. Procesos anaerobios

Son los procesos de tratamiento biológico que solo se dan en ausencia de oxígeno. Es un mecanismo de degradación de biomasa por el cual las moléculas orgánicas complejas son descompuestas en sus componentes energéticos individuales de forma espontánea (sin adición de energía) por la acción de microorganismos (Díaz *et al*, 2002).

Actualmente se está trabajando en sistemas bioelectroquímicos ya que es una tecnología emergente que permite el tratamiento de agua residual sin necesidad de utilizar energía ni productos químicos, por lo tanto la eliminación de los contaminantes es llevada a cabo por los microorganismos presentes. Además permiten la producción de energía eléctrica a partir de la degradación de la materia orgánica e inorgánica utilizando bacterias como catalizadores. Las celdas de combustible microbianas son utilizadas para el tratamiento de aguas residuales, principalmente para la eliminación de materia orgánica. Es interesante, entonces, llevar a cabo la degradación de la materia orgánica presente en las aguas residuales por una parte y, por otra, generar electricidad. El propósito de este sistema no sería competir con las tecnologías existentes para generar electricidad a gran escala, sino tratar el agua residual y obtener durante este proceso un producto de valor agregado. Es decir, ver el tratamiento del agua no sólo como algo necesario para la sustentabilidad, sino también como un proceso que valoriza la materia orgánica presente. Que se aprovechen algunos de los compuestos que resultan de una fermentación anaerobia, es decir, los lixiviados de residuos sólidos que son ricos en ácidos orgánicos, como el ácido acético. Este último puede ser utilizado como única fuente de carbono por bacterias como *Geobacter sulfurreducens* capaces de generar energía eléctrica en una celda de combustible microbiana (IPN, 2010).

## **2.5. Celdas de combustible microbianas**

Las CCM son una tecnología prometedora para la producción directa de energía eléctrica, capaz de contribuir a solucionar dos de los problemas más críticos que afronta la sociedad actual la crisis energética y la disponibilidad de agua no contaminada. Una celda de combustible microbiana es un dispositivo que utiliza microorganismos para convertir la energía química presente en un sustrato en energía eléctrica, esto es posible cuando bajo ciertas condiciones algunos microorganismos transfieren los electrones producidos en su actividad metabólica a un electrodo (ánodo) en lugar de a un aceptor natural de electrones (como oxígeno). Este proceso contribuye a degradar la materia orgánica representada como sustrato o combustible (Pant *et al.*, 2010).

## **2.6. Historia de las celdas de combustible microbianas**

El descubrimiento del principio de operación de las celdas de combustible es atribuido a Sir William Grove en 1839, aunque se ha reportado que el científico Suizo Christian F. Shoenbein descubrió independientemente el mismo efecto al mismo tiempo, o incluso un poco antes (Barbir, 2005). No fue sino hasta 1937 que Francis T. Bacon comenzó a trabajar en celdas de combustible con aplicación práctica, desarrollando una celda de 6 kW a finales de la década de 1950. Sin embargo, las primeras aplicaciones sistemáticas de las celdas de combustible se dieron en los diversos programas espaciales de EE.UU. en la década de 1960. (Cano, 1999).

Aunque las reacciones que tienen lugar en celdas CCM fueron descritas a principios del siglo XX, no recibieron mucha atención y su aplicación general es más reciente, la década de 1970. En una CCM, la reacción catalítica de microorganismos ayuda a la transferencia de electrones liberados de la oxidación de compuestos

orgánicos hacia un electrodo (conversión de energía química en energía eléctrica). Este tipo de celdas han alcanzado un importante grado de avance científico y se ha propuesto que tendrían aplicación como dispositivos biomédicos implantados, entre otros usos (Perry *et al.*, 2002).

## 2.7. Función de las celdas de combustible microbianas

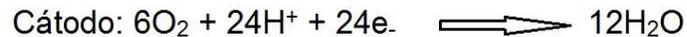
Una celda de combustible microbiana representa un nuevo enfoque de tecnología para la generación de bioelectricidad a partir de biomasa usando microorganismos (Logan *et al.*, 2007). Una celda de combustible microbiana es un reactor bioelectroquímico que convierte la energía química almacenada en los enlaces químicos de la materia orgánica e inorgánica a energía eléctrica mediante reacciones catalíticas de microorganismos bajo condiciones anóxicas (Ouitrakul *et al.*, 2007; Lefebvre *et al.*, 2012).

Una celda de combustible microbiana convencional consiste de una cámara anódica y una cámara catódica separadas por una membrana de intercambio protónico. Los microorganismos en el ánodo oxidan la materia orgánica (glucosa, ribosa, fructosa y ácido glucónico) generando protones ( $H^+$ ) y electrones ( $e^-$ ). El ejemplo que se muestra a continuación representa una reacción típica de glucosa como sustrato:



Donde el ánodo actúa como un artificial aceptor de electrones externo para los microorganismos.

A su vez, los electrones son transferidos al cátodo vía ánodo, a través de un circuito externo produciendo una corriente eléctrica, con la reducción del oxígeno puro o del aire para formar agua (Ouitrakul *et al.*, 2007; Du *et al.*, 2007; He *et al.*, 2005; Logan *et al.*, 2006):



## **2.8. Configuraciones de las celdas de combustible microbianas**

En los últimos años se han desarrollado celdas de combustible microbianas con diferentes configuraciones ya que han atraído el interés a diversos investigadores, no sólo por la tendencia mundial en la producción de energía sostenible, sino también por su operación simultánea para degradar materia orgánica y biorremediación. Dichas configuraciones se mencionan a continuación.

### **2.8.1. Celda de combustible microbiana de múltiples compartimentos**

Las CCM pueden adoptar diversas configuraciones geométricas y funcionales como sistemas de múltiples compartimentos. Los arreglos en serie o paralelo o una combinación de ambos, se emplean para incrementar la densidad de potencia (Logan *et al.*, 2006).

### **2.8.2. Celda de combustible microbiana de doble compartimento**

La configuración que comúnmente adopta este tipo de celdas se basa en el principio de la separación de los compartimentos anódico y catódico separados por

una membrana de intercambio protónico (Min *et al.*, 2005; Du *et al.*, 2007). Requieren de un complejo sistema de soporte y control, con materiales para la construcción de alto costo. Debido a la necesidad de contar con soluciones electrolíticas para cada uno de los compartimentos incrementa el costo de producción (Jia *et al.*, 2008). En la figura 2.2 se muestran las partes principales de una celda de combustible microbiana de doble compartimento.

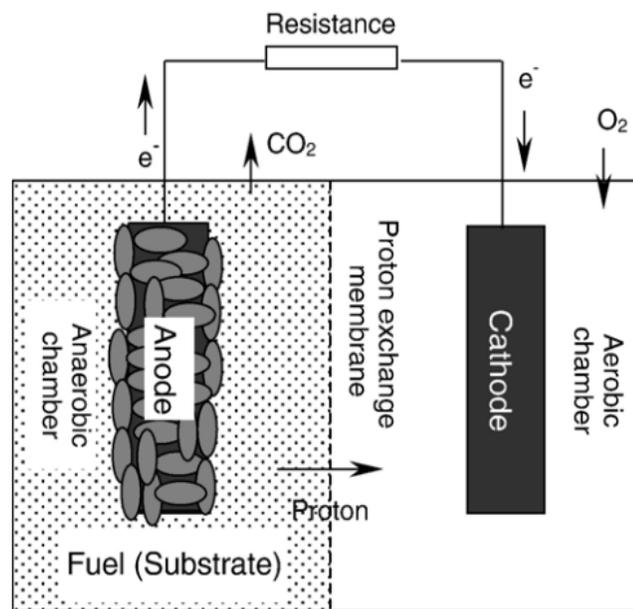


Figura 2.2. Partes principales de una CCM de doble compartimento (Du *et al.*, 2007).

### 2.8.2.1. Cámara anódica

Los materiales con los que se deben de construir los ánodos deben ser conductivos, biocompatibles y químicamente estables en la solución del reactor. Ánodos metálicos consistentes de malla de acero inoxidable no corrosivo pueden ser utilizados. El material de electrodo más versátil es el carbón, disponible como placas de grafito compacto, barras o gránulos (Sell *et al.*, 1989).

### **2.8.2.2. Cámara Catódica**

El oxígeno es el aceptor más adecuado de electrones para una CCM debido a su alto potencial de oxidación, disponibilidad, bajo costo, sustentabilidad, y la carencia de residuos químicos. La elección del material del cátodo afecta de manera importante el desempeño, y su variedad de aplicaciones. Para incrementar la velocidad de reducción de oxígeno, los catalizadores de platino son usualmente usados para oxígeno disuelto o cátodos de difusión de gas (Cheng *et al.*, 2006).

### **2.8.3. Celda de combustible microbiana de un solo compartimento**

Este tipo de celdas cuenta con un solo compartimento (anódico), vinculado al compartimento catódico expuesto al aire libre, dichos compartimentos pueden estar separados por un difusor de gas o una membrana de intercambio protónico (PEM). (Liu y Logan, 2004). Las ventajas de este tipo de celdas es que permiten mayor variedad y simplicidad en la fabricación. En cuanto a la operación de la celda, la presencia de oxígeno inhibe la formación de depósitos en el ánodo, Por otra parte, la principal dificultad con este diseño es evitar que el sustrato reaccione directamente con el oxígeno, para ello es necesario que el ánodo presente selectividad con el sustrato (Riess, 2008). La celda de combustible microbiana de un solo compartimento es un sistema mucho más simple y de menor costo (Du *et al.*, 2007). En la figura 2.3 se muestra a detalle el esquema de la celda de combustible de un solo compartimento.

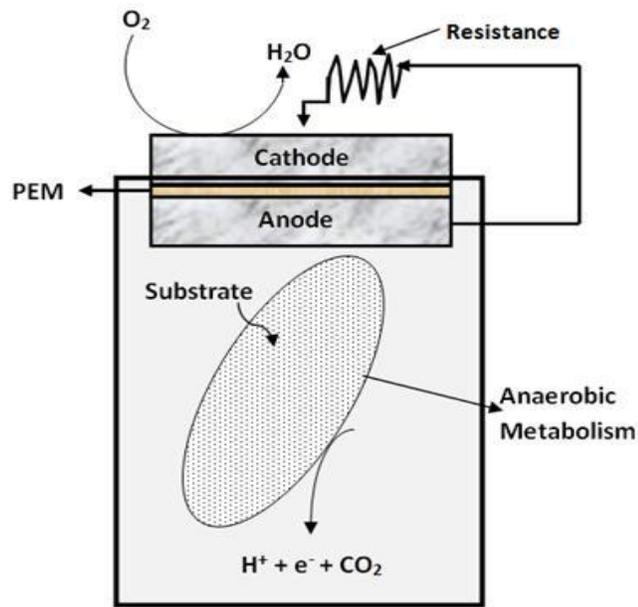


Figura 2.3. Partes principales de una celda de combustible microbiana de un solo compartimento (Mohan *et al.*, 2014).

## 2.9. Metabolismo en las celdas de combustible microbianas

Para evaluar la generación de electricidad bacteriana, vías metabólicas que regulan los flujos de electrones y protones microbianos debe ser determinado. Además de la influencia del sustrato (Rabaey *et al.*, 2004) el potencial del ánodo también determinará el metabolismo bacteriano. El aumento de corriente en CCM disminuirá el potencial del ánodo, obligando a las bacterias para entregar los electrones a través de los complejos más reducidos, y es precisamente del ánodo del cual dependen si las bacterias pueden usar la cadena respiratoria en un metabolismo oxidante. Diferentes rutas del metabolismo pueden distinguirse en base al potencial del ánodo, ya que a mayor potencial anódico es menor la necesidad de aceptores de electrones. Por lo tanto, los organismos notificados hasta la fecha en CCM varían de aerobios y anaerobios facultativos hacia anaerobios estrictos (Lee *et al.*, 2003; Kim *et al.*, 2004).

A altos potenciales anódicos, las bacterias pueden utilizar la cadena respiratoria en un metabolismo oxidativo. Los electrones y, concomitantemente, los protones pueden ser transportados a través de la NADH deshidrogenasa (Nevin *et al.*, 2002).

## **2.10. Ventajas del uso de las celdas de combustibles microbianas**

Las CCM tienen ventajas en comparación a otras tecnología usadas para la generación de energía a partir de materia orgánica (Logan, 2004).

- 1) La conversión directa de sustrato a energía impide pérdidas, aumentando así la eficiencia.
- 2) El biogás generado en la celda no requiere tratamiento, puede usarse como combustible.
- 3) No requiere de energía extra para airear el cátodo pues este puede ser aireado pasivamente.
- 4) Pueden ser implementadas en lugares aislados donde no existe infraestructura eléctrica.
- 5) Es una energía limpia.

## **2.11. Mecanismos de transferencia de electrones**

La transferencia de electrones se puede definir como el proceso en el cual los electrones derivados de la oxidación de compuestos orgánicos son transferidos a la superficie externa para reducir un aceptor terminal de electrones (Lovley, 2008). A continuación se plantean algunos mecanismos para explicar cómo los microorganismos liberan electrones.

### **2.11.1. Transferencia directa de electrones al electrodo**

La transferencia directa de electrones al electrodo comprende el conjunto de mecanismos por los cuales los electrones pueden transferirse directamente al electrodo en los microorganismos.

### **2.11.2. Electrógenos**

Son microorganismos que conservan la energía permitiendo el crecimiento por la oxidación de compuestos orgánicos a dióxido de carbono y con la transferencia directa de electrones a los ánodos de las CCM. Estos microorganismos son conocidos también como anodofílicos. Entre los microorganismos más estudiados de esta clase se encuentran *Geobacter* y *Rhodoferrax* (Lovley, 2008).

### **2.11.3. Transferencia con ayuda de mediadores externos o producidos por el mismo organismo**

Un mediador es un compuesto que puede entrar en la célula, aceptar electrones de varios acarreadores intracelular de electrones, salir de la célula en un estado reducido y entonces donar los electrones al ánodo, estos mediadores juegan un papel muy importante en la transferencia de electrones en aquellos microorganismos que son incapaces de transferir electrones al ánodo directamente (Nevin, 2002).

### **2.11.4. Mediadores adicionados exógenamente**

Existen microorganismos que no son capaces de producir sus propios mediadores y que son incapaces de transferir eficientemente los electrones derivados del metabolismo de los microorganismos, requieren de la adición de mediadores exógenos que transportan los electrones al ánodo, por ejemplo: Ferri y ferrocianuro de potasio (Bullen et al., Álzate, 2007).

## 2.12. Materiales para electrodos

Existen muchos tipos de electrodos que pueden ser usados en una celda de combustible microbiana. La superficie disponible del ánodo y la distribución de los electrodos, son factores que junto con la selección y diseño de materiales, afectan la resistencia de la celda y la densidad de potencia que se genera. Además, una adecuada selección de los electrodos en un sistema dado, puede disminuir los efectos de polarización e impactar en el desempeño global (Marinus *et al.*, 2009; Dumas *et al.*, 2008; Du *et al.*, 2007).

Usualmente los diferentes tipos de materiales generan diferentes pérdidas y una de las más significativas para el desempeño global son las pérdidas debidas a la polarización por activación. Los electrodos que hasta ahora se han utilizado son de platino, grafito, tela y acero inoxidable principalmente. Los materiales con platino presentan una mayor actividad catalítica y permiten obtener mayor densidad de corriente, pero sus costos son muy elevados (Logan *et al.*, 2006; Du *et al.*, 2007). Diferentes grupos de investigación han utilizado la modificación de electrodos como estrategia para mejorar el costo y desempeño de las celdas de combustible microbianas (Watanabe, 2008).

Hasta la fecha, los materiales fabricados a base de carbono, como la tela de carbón, papel carbón, grafito, entre otros, se han empleado como electrodos en la mayoría de las celdas de combustibles microbianas debido a su buena estabilidad de microorganismos, alta conductividad eléctrica, baja toxicidad en el medio ambiente y facilidad relativa de síntesis (Borole *et al.*, 2009). No obstante, éstos materiales poseen poca actividad electrocatalítica durante las reacciones microbianas sobre el electrodo, por lo que la modificación de los materiales a base de carbono ha sido una de las principales estrategias para mejorar el rendimiento de las celdas de combustible microbianas.

Algunos materiales compuestos de grafito que han sido utilizados incluyen metales y sus óxidos (por ejemplo:  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ni}^{2+}$ , polímeros conductores como la polianilina sobre Pt, principalmente en los electrodos anódicos, cuya finalidad ha sido facilitar la conducción de los electrones disponibles en el medio (Yuan *et al.*, 2011). El uso de mediadores electrónicos exógenos modificados (como el colorante rojo neutro) también han sido utilizado en las modificaciones de electrodos anódicos y se ha observado que la corriente eléctrica generada aumenta cuando se incorporan los mediadores en los electrodos anódicos, pero son muy tóxicos, a diferencia de los electrodos anódicos que se han modificado con películas delgadas de polímeros conductores (Watanabe, 2008) como la polianilina y el polipirrol, que debido a sus características funcionales, resultan ideales para estas aplicaciones (Maser *et al.*, 2008).

### **2.13. Espuma de poliuretano**

La espuma de poliuretano es un material sintético y duroplástico, altamente reticulado y no fusible, que se obtiene de la mezcla de dos componentes generados mediante procesos químicos a partir del petróleo y el azúcar: el isocianato y el polioli. El poliuretano al igual que el polivinil, son materiales ampliamente usados en la inmovilización de microorganismos gracias a su resistencia a condiciones ambientales diferentes (Cesvi, 2008).

### **2.14. Grafito**

El grafito es un material que está compuesto por láminas de átomos de carbono en cuyo interior, dichos átomos se mantienen unidos por enlaces covalentes formando anillos de seis átomos de carbono (Rayner, 2000).

## 2.15. Polímeros conductores

En los polímeros conductores la conductividad es compleja y depende de su preparación y dopado. Es bastante conocido que en una cadena polimérica los electrones se distribuyen en estados discretos de energía llamados bandas. La banda ocupada de electrones de más alta energía se llama banda de valencia, y la vacía situada justo encima de ésta es la llamada banda de conducción (Fernández, 2003). En general los polímeros tienen la banda de valencia llena y la de conducción vacía, lo que hace que tengan buenas propiedades aislantes ya que es muy complicado que se cree movilidad de electrones. Esto se debe al gran salto de energía que hay que superar para que el electrón que se encuentra en un nivel de energía más alto de la banda de valencia alcance la banda de conducción.

Los electrodos compuestos con polianilina (pani) exhiben una importante disminución en la resistencia a la transferencia de carga, lo que se podría traducirse en prometedores incrementos de las densidades de potencia y al mismo tiempo en la factibilidad de fabricar ánodos económicos que permitan escalar las celdas de combustible microbianas para aplicaciones prácticas. Sin embargo resulta indispensable evaluar otros materiales de bajo costo, que sean capaces de conducir importantes incrementos en el área superficial, para facilitar la adhesión de las biopelículas microbianas que generan la electricidad (Benetton *et al.*, 2010).

Uno de los polímeros conductores de electricidad más estudiados es el polipirrol. Las razones por las que quizá ha llamado la atención este polímero es porque tiene un monómero (pirrol) fácilmente oxidable, es soluble en agua y está disponible comercialmente. Además, es muy estable en diferentes medios, buenas propiedades redox y alcanza altos valores de conductividad eléctrica. Además por ser un polímero conductor de electricidad se utiliza también como recubrimiento contra la corrosión y el desgaste como recubrimiento antiestático, en sensores, en supercapacitores y en materiales de electrodos transparentes (Said *et al.*, 2000; Makhloufi *et al.*, 2000).

La investigación con polímeros conductores heterocíclicos se ha intensificado en los últimos años, ya que a ellos pueden agregarse distintos grupos funcionales que permiten regular fácilmente sus propiedades eléctricas, ópticas y magnéticas. Entre los polímeros heterocíclicos destacan los polímeros basados en anillos de pirrol, furano y tiofeno, pues poseen una estabilidad ambiental excelente además de buenas propiedades eléctricas y ópticas. Por ello, sus aplicaciones actuales son numerosas: baterías orgánicas, visores electrocrómicos, sensores químicos, diodos emisores de luz (LED), antiestáticos, emisores de interferencias electromagnéticas y bloqueadoras de radares, membranas para la depuración de agua (Casanovas *et al.*, 2005). Todo lo anterior nos señala la importancia del uso de un adecuado electrodo para mejorar significativamente la transferencia de electrones y se traduzca en rendimientos elevados de densidad de potencia, durante la operación de una celda de combustible microbiana.

### **2.16. Polipirrol (PPy)**

Es un material polimérico cuyas moléculas son capaces de conducir la electricidad la conductividad es una propiedad intrínseca del material, los polímeros conductores poseen una distribución de dobles enlaces C = C alternándose con enlaces carbono-carbono sencillos a lo largo de la cadena (Fernández, 2003).

### **2.17. Tipos de membrana de intercambio protónico**

La mayoría de los diseños de CCM requiere la separación del ánodo y los compartimientos catódicos por una PEM. Las excepciones son sistemas separados de forma natural tales como CCM de sedimentos o CCM de un solo compartimiento especialmente diseñada (Coates *et al.*, 2005) La PEM más comúnmente utilizado es la Nafion (Dupont Co., EE.UU.), que está disponible de numerosos proveedores (por ejemplo, Aldrich y Ion Power, Inc.). Alternativas a Nafion, como CMI-7000

(membranas Internacional Incorp., Glen Rock, NJ) también son muy adecuados para aplicaciones MFC (Liu *et al.*, 2005) y son considerablemente más rentables que Nafion. Cuando se utiliza una PEM en una CCM, es importante reconocer que puede ser permeable a los productos químicos tales como el oxígeno, ferricianuro, otros iones, o materia orgánica utilizada como sustrato. El mercado de las membranas de intercambio iónico está en constante crecimiento, y los estudios más sistemáticos son necesarios para evaluar el efecto de la membrana en la estabilidad de rendimiento y largo plazo (Logan *et al.*, 2006).

### **2.18. Biopelículas**

Las biopelículas son comunidades complejas de microorganismos adheridas a una superficie, rodeadas por una sustancia que secretan como medio de protección de las amenazas externas dado que viven en comunidades microbianas mixtas típicas de biopelículas, los microorganismos pueden compartir sus destrezas y habilidades individuales para la supervivencia del grupo manteniendo una comunicación permanente entre ellos en los diferentes ambientes o microambientes donde permanecen y conviven, por ello tienen muchas ventajas de protección (Stoodley *et al.*, 2002; Xavier, 2007; Hibbing, 2010).

### **2.19. Fases de formación de una biopelícula**

Múltiples autores enlistan el proceso de formación de una biopelícula en diferentes fases y está influenciada por parámetros ambientales e inherentes a la fijación de la célula. Además, la formación de biopelícula hace parte del ciclo de vida natural de las bacterias y juega un rol preponderante en los ciclos biogeoquímicos de los metales, en donde estas son las más eficientes recicladoras del ambiente. (Priester, 2006; Martínez, 2006). En la figura 2.4 se describen las fases de formación de una biopelícula en 4 fases.

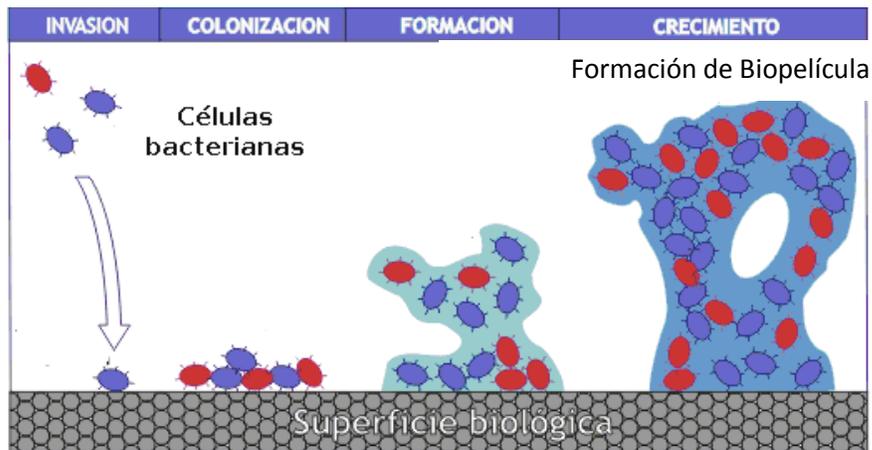


Fig. 2.4. Formación y estructura de biopelícula (Priester, 2006)

A continuación se describen los procesos de formación de biopelícula en 4 fases.

### 2.19.1. Adhesión reversible a la superficie

Los microorganismos normalmente se perciben como seres solitarios que flotan libremente, es decir, en estado planctónico. Sin embargo, en condiciones naturales, la mayoría de microorganismos tiende a adherirse a superficies y finalmente conforman las biopelículas. (Stoodley, 2002; Flemming, 2007).

### 2.19.2. Adhesión irreversible a la superficie

A medida que las bacterias se multiplican, se adhieren más firmemente (sésiles) y se diferencian, cambiando los patrones de expresión génica en formas que promueven la supervivencia (Donlan, 2002; Flemming, 2007). Esto suele ser el resultado de un tipo de comunicación bacteriana conocida como detección de quórum (autoinducción).

### **2.19.3. Sustancia protectora viscosa**

Una vez bien adheridas, las bacterias comienzan a segregar una sustancia circundante conocida como sustancia polimérica extracelular (SPE) (Sutherland, 2001). Se trata de una sustancia protectora.

La composición exacta de la SPE varía según los microorganismos presentes, pero por lo general, consta de polisacáridos, proteínas, glucolípidos y ADN bacteriano. (Stoodley, 2009; Flemming, 2007; Sutherland, 2001). Se cree que el ADN bacteriano que liberan las bacterias vivas o muertas proporciona un componente estructural importante para la sustancia de la SPE de la biopelícula. (Rice *et al* 2007).

### **2.19.4. Dispersión**

Finalmente, luego que la biopelícula ha alcanzado la madurez, algunas células, ya sea aisladamente o en conglomerados bacterianos, se liberan de la matriz para poder colonizar nuevas superficies, cerrando el proceso de formación y desarrollo de la biopelícula. (Post *et al*, 2004).

## **2.20. Usos y aplicaciones de las biopelículas**

Continuamente se investiga el funcionamiento de las biopelículas con el objetivo de encontrar sus aplicaciones en los diferentes campos. A continuación se presenta algunas de las aplicaciones principales que se llevan a cabo con las biopelículas.

### **2.20.1. Tratamiento de aguas residuales**

El crecimiento de la actividad industrial, así como la elevada demanda por parte de la población, ha generado serias alteraciones ecológicas, ya que la descarga de aguas residuales de diferentes orígenes (industrial, doméstico, agrícola y ganadero) llega directamente a los cuerpos de aguas naturales, sin ningún tipo de tratamiento. (García, 2006).

A lo largo del tiempo el hombre ha desarrollado diferentes métodos para tratar las aguas residuales. En la mayoría de los casos, los métodos biológicos suelen ser los más utilizados, ya que son de muy bajo costo y de facilidad aplicación, tomando en cuenta que el efluente producido pueda ser amigable para el medio ambiente, por otra parte los microorganismos remueven el carbono y los nutrientes de las aguas contaminadas por medio de varios procesos, reduciendo la concentración de compuestos orgánicos e inorgánicos en el sistema (Kokare *et al*, 2008).

### **2.20.2. Biorremediación de suelos contaminados**

La contaminación ambiental ocasionada por el petróleo y productos petroquímicos (mezclas complejas de hidrocarburos) se reconoce como uno de los más graves problemas de la actualidad, sobre todo en la contaminación del suelo (Plohl *et al*, 2002). Por ello, se ha planteado la posibilidad de buscar alternativas viables para la eliminación de los contaminantes contenidos en los suelos que sean ambientalmente correctas, simples y económicas. Por esta razón se utilizan las técnicas de biorremediación, que consisten en hacer uso de microorganismos o plantas para conseguir la biodegradación de los contaminantes presentes en el suelo (Chaillan *et al*, 2006).

Los suelos contaminados con hidrocarburos contienen más microorganismos que los suelos no contaminados, pero su diversidad es más reducida (Messarch *et al*, 1997). Cabe mencionar que todos los ecosistemas contienen algún tipo de microorganismo degradador de hidrocarburos, solo que varía su cantidad y diversidad (Duran *et al*, 2006). Se conoce que las bacterias son el grupo microbiano más versátil en la biodegradación de hidrocarburos (Dejonghe *et al*, 2003). De esta manera podemos remarcar que la biodegradación es llevada a cabo por bacterias y estas a su vez forman las biopelículas en el lugar donde se encuentran, logrando una mayor eficiencia en el proceso.

### **2.20.3. Formación de biobarreras para la protección de mantos acuíferos**

Hoy en día en muchas partes del mundo se tiene el problema de contaminación de las aguas subterráneas, originada en parte en los centros urbanos, por la práctica inadecuada del tratamiento de los desechos industriales de basura, por el uso indiscriminado de detergentes, residuos de grasas de alimentos, infiltraciones de gasolinas, diesel, lo que provoca graves daños ecológicos y contaminación de aguas subterráneas (Martínez, 2002).

Las biobarreras son muros biológicos conformados por microorganismos, que se encuentran en un medio natural y presenta una mayor actividad para la biodegradación de compuestos orgánicos peligrosos, dado a su alta capacidad de inmovilización y retención de los contaminantes. La aplicación de las biobarreras biológicas es similar a las descritas para otras tecnologías, sin embargo se han analizado ciertas ventajas en la utilización de la biobarreras, entre ellas esta que puede ser utilizada en casi cualquier tipo de suelo para la cual existen múltiples equipamientos disponibles. (Falcón *et al*, 2009; Díaz *et al*, 1999).

## **2.21. Desventajas en la formación de biopelículas**

Así como existe un sin número de aplicaciones de las biopelículas, también es importante mencionar las desventajas por la presencia y formación de estas colonias microbianas. Estas son significativamente importantes en el campo alimentario porque causan serios problemas que dificultan y perjudican las operaciones y los procesos al generar pérdidas de energía, reducción del flujo (en tuberías), transferencia de calor, y taponamiento de poros de membranas. (Navia *et al*, 2010). De esta manera contaminan los procesos de producción de alimentos a causa de la presencia de agentes microbianos que habiten en el medio.

Desde hace mucho tiempo se sabe que las biopelículas se forman en las superficies de dispositivos médicos, como catéteres urinarios, tubos endotraqueales y de timpanostomía, implantes ortopédicos y mamarios, lentes de contacto, dispositivos intrauterinos (DIU) y suturas. (Donlan *et al*, 2002). Son un importante factor causante de las enfermedades que se caracterizan por una infección bacteriana subyacente y una inflamación crónica, por ejemplo, enfermedad periodontal, fibrosis quística, acné crónico y osteomielitis, es probable que casi todas las heridas crónicas tengan comunidades de biopelículas. (Hall-Stoodley, 2009; Wolcott, 2010; James *et al*, 2008).

### III. METODOLOGÍA

#### 3.1. Ubicación del experimento

El trabajo experimental se realizó a escala laboratorio en celdas de combustibles microbianas en el Laboratorio de Biología, perteneciente al Departamento de Botánica de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro ubicada en Buenavista, Saltillo, Coahuila México a los 25°21'13'' latitud norte, 101°02'01'' longitud oeste y a una altura de 1755 metros sobre el nivel del mar.

#### 3.2. Generalidades del experimento

El experimento fue distribuido de acuerdo a tres tratamientos en el cual se utilizaron 3 celdas de combustibles microbianas a las cuales se les otorgaron las mismas condiciones de carga orgánica y temperatura. Los tratamientos fueron los siguientes: en el tratamiento 1 se utilizó espuma de poliuretano, en el tratamiento 2 espuma de poliuretano recubierta con grafito en aerosol, polipirrol y APS como agente oxidante, mientras que el tratamiento 3 espuma de poliuretano recubierta con grafito en aerosol, polipirrol y cloruro férrico hexahidratado como agente oxidante, como se muestra en la tabla 3.1. La polimerización química se realizó únicamente al tratamiento 2 y 3. Se realizaron análisis de DQO y mediciones de corriente eléctrica a los tres tratamientos.

Tabla 3.1. Tratamientos a evaluar.

<b>T<sub>1</sub></b>	<b>PU</b>
<b>T<sub>2</sub></b>	<b>PU/Grafito/PPy (APS)</b>
<b>T<sub>3</sub></b>	<b>PU/Grafito/PPy (FeCl<sub>3</sub>)</b>

El sitio donde se obtuvo del colector de agua residual municipal de la PTARM del Gran Boque Urbano “Ejercito Mexicano” Saltillo, Coahuila. Se encuentra ubicado en Periférico Luis Echeverría y 2 de Abril en el Centro Metropolitano.

### **3.3. Preparación de material**

Se recortaron piezas de 3 cm<sup>2</sup> de espuma de poliuretano, posteriormente lavando este material con agua destilada y acetona con el fin de remover impurezas. Enseguida las piezas fueron colocadas en una estufa de secado a una temperatura de 80°C durante un lapso de una hora, o hasta llegar a peso constante.

### **3.4. Recubrimiento de espuma de poliuretano con grafito en aerosol**

Se realizó el recubrimiento de las piezas de espuma de poliuretano con grafito en aerosol (Dry Graphite Lube) previamente pesadas, aplicando uniformemente capas en cada cara del electrodo (PU), posteriormente secando este material en una estufa a temperatura (80°C) durante un lapso de una hora. Más tarde, las piezas recubiertas fueron lavadas con agua destilada para remover el exceso de grafito sin adherir. Los electrodos que fueron recubiertos corresponden a los tratamientos T<sub>2</sub> y T<sub>3</sub>. (Figura 3.1).



Figura 3.1. PU recubierta con grafito en aerosol.

### 3.5. Polimerización química de los electrodos

La síntesis química de polipirrol se realizó en un vaso de precipitado de 250 mL, agregando 100 mL de agua destilada (25°C) y 0.25 g de pirrol (0.0037 mol), los cuales fueron mezclados con un agitador magnético hasta homogenizar la solución. Posteriormente, se añadió una pieza de espuma de poliuretano (3 cm<sup>2</sup>) tratamiento 2 y 3 a la solución y se mezcló durante una hora. Después el agente oxidante (2 mol de FeCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O o 1 mol de APS en este caso tratamiento 3) fue disuelto en 5 g de agua destilada y se adicionó a la solución inicial (pirrol-espuma PU), dejando reaccionar por un lapso aproximado de 2 horas. Finalmente la espuma de poliuretano (electrodo) fue retirada del vaso de precipitado lavándola con agua destilada hasta remover todo exceso de polipirrol sin adherir y de agente oxidante residual, dejando secar la muestra a temperatura ambiente hasta llegar a peso constante. En la figura 3.2 se muestra parte del proceso de la polimerización de los electrodos.

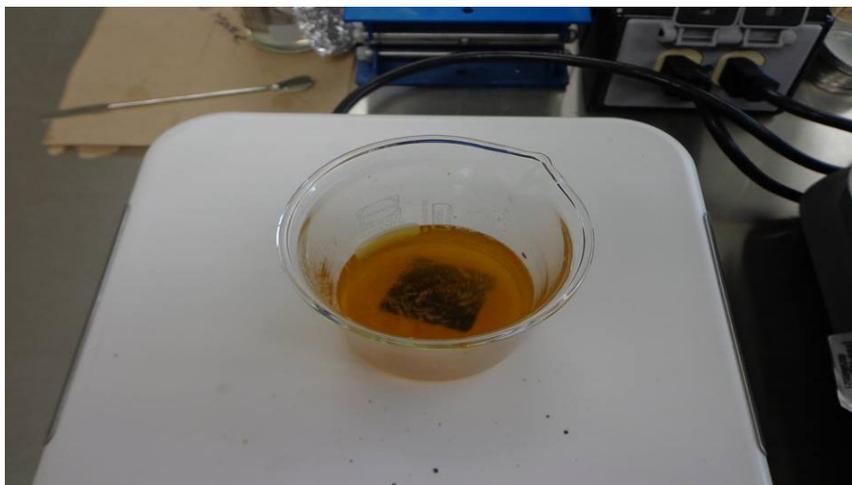


Figura 3.2. Polimerización química de los electrodos. La síntesis química se realizó únicamente a los tratamientos 2 y 3.

### 3.6. Grafito-PPy adherido en electrodos

Una vez estando secos los electrodos correspondientes a los tratamientos  $T_2$  y  $T_3$ , se procedió a pesar en una balanza analítica (modelo USS-DBS15-3), y se calculó la cantidad de Grafito y PPy adherido en los electrodos por una diferencia de pesos, el peso inicial antes de ser recubiertas y el peso final después de ser recubiertas dividió entre el peso del electrodo después de ser recubierta y multiplicado por 100 para obtener el resultado en %. A continuación se describen las ecuaciones que fueron empleadas

Ecuación 3.1. Porcentaje de adhesión de grafito en aerosol.

$$\%Ad_{Graf} = \frac{W_{Graf} - W_0}{W_{Graf}} * 100$$

Ecuación 3.2. Porcentaje de adhesión de polipirrol.

$$\%Ad_{PPy} = \frac{W_{PPy} - W_{Graf}}{W_{PPy}} * 100$$

$W_0$  = Peso inicial.

$W_{Graf}$  = Peso del electrodo con grafito en aerosol.

$W_{PPy}$  = Peso del electrodo con polipirrol.

### 3.7. Acondicionamiento de electrodos para la formación de biopelícula

Se llevó a cabo un lavado con agua destilada de las piezas a utilizar, posteriormente se colocaron en el interior de los frascos, agregando a su vez 40 mL de lodo anaerobio granular como consorcio microbiano así como también 80 mL de agua residual a todos los tratamientos. El lodo anaerobio granular fue macerado para evitar la entrada de partículas gruesas. Finalmente se colocaron en una incubadora a 35°C (figura 3.3. Muestra el acondicionamiento de los electrodos) por un lapso de 15 días homogenizando las muestras cada dos días. Esto se hizo con la finalidad de general biopelícula en los electrodos.



Figura 3.3. Proceso de acondicionamiento de electrodos.

### 3.8. Cinética de remoción biológica

Una vez formada la biopelícula en los electrodos se llevó a cabo un lavado de los reactores, para el lavado del material se utilizó agua y detergente, enjuagando ligeramente con agua destilada para no remover la biopelícula generada, enseguida se agregaron 200 mL de agua residual doméstica cerrando los reactores tipo Batch y sellándolos como se muestra en la figura 3.4. Se agitaron los reactores para homogenizar el contenido y posteriormente fueron colocados en una incubadora (modelo 205) a temperatura de 35°C durante un lapso de 15 días.

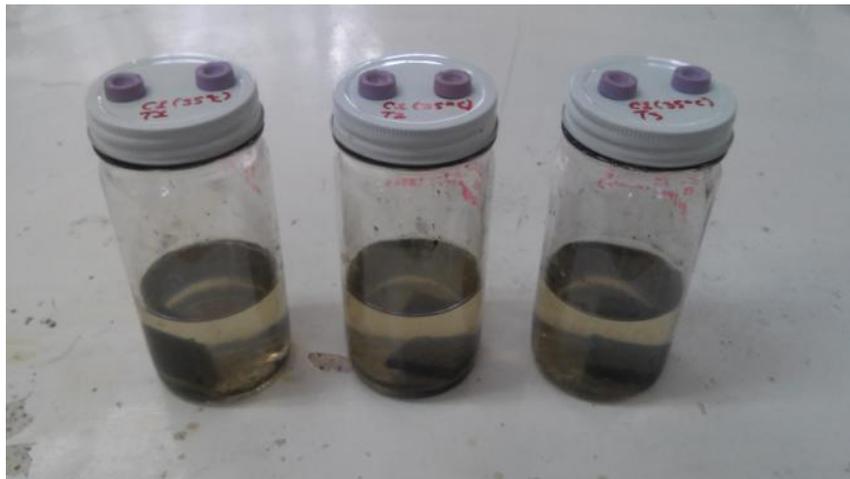


Figura 3.4. Cinética de remoción biológica en reactores.

### 3.9. Extracción de muestras de reactores tipo Batch para la DQO.

Para la extracción de muestras se homogenizaron los reactores dejando reposar por 5 minutos, realizando la extracción con ayuda de jeringas de 20 mL, tomando 6 mL de agua residual de cada reactor colocándolos en tubos de ensaye. Los muestreos se realizaron cada 2 días.

### 3.10. Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO)

El muestreo se realizó cada dos días para determinar DQO por el método de reflujó cerrado/espectrofotométrico según la norma mexicana (NMX- AA-030-SCFI-2001. La Demanda Química de Oxígeno (DQO) se define como la cantidad del oxidante específico que reacciona con la muestra bajo condiciones controladas. La cantidad de oxidante consumido se expresa en términos de su equivalencia en oxígeno. Ambos componentes orgánicos e inorgánicos se oxidan, aunque en la mayoría de los casos predominan los componentes orgánicos y son los de mayor interés. La coloración pasa de un color amarillo a verde-azul y se lee a una absorbancia de 600 nm.

Para calcular la cantidad de remoción de materia orgánica se utilizó la ecuación 3.3.

Ecuación 3.3. Porcentaje de remoción biológica.

$$\% \text{ Remoción} = \frac{DQO_i - DQO_p}{DQO_i} * 100$$

$DQO_i$  = Lectura de la Demanda Química de Oxígeno inicial.

$DQO_p$  = Lectura de la Demanda Química de Oxígeno promedio.

### 3.11. Determinación de biomasa en electrodos

Finalizada la cinética de remoción biológica el electrodo fue enjuagado ligeramente con agua destilada con el fin de remover gránulos de lodo anaerobio sin adherirse. Posteriormente, los electrodos fueron colocados en crisoles y

posteriormente llevados a una estufa de secado durante 24 horas a una temperatura de 80°C para remover el exceso de humedad. Una vez transcurrido el tiempo los electrodos fueron pesados en una balanza analítica (Modelo USS-DBS15-3) y se calculó la cantidad de biomasa formada de acuerdo a las siguientes ecuaciones:

Ecuación 3.4. Sólidos totales.

$$\text{Sólidos totales (ST)} = W_{f \text{ crisol}} - W_{0 \text{ crisol}} - W_{f \text{ electrodo}}$$

Ecuación 3.5. Biomasa.

$$\text{Biomasa (g/g)} = \frac{\text{Biopelícula (TSS)}}{W_{f \text{ electrodo}}}$$

### 3.12. Acondicionamiento de Membranas de Intercambio Protónico (PEM)

La membrana previamente recortada fue colocada en un vaso de precipitado, posteriormente se agregó H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> al 30% y se puso a hervir durante 1 hora, más tarde la misma membrana se hirvió con agua destilada, por último se hirvió con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a una concentración de 0.5 M durante 1 hora y nuevamente se hirvió con agua destilada para remover el ácido adherido a las membranas (figura 3.5.) (Mansoorian *et al.*, 2016).

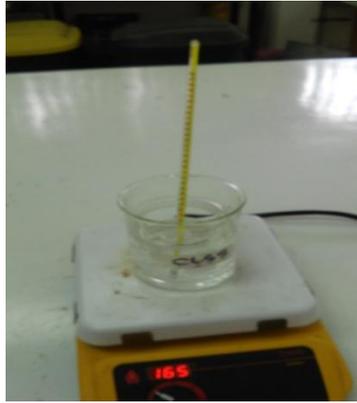


Figura 3.5. Acondicionamiento de la PEM.

### 3.13. Establecimiento de las celdas de combustible microbianas

Para llevar a cabo esta investigación se llevó a cabo el establecimiento de las celdas de combustibles microbianas las cuales cuentan con los siguientes aspectos y dimensiones: el material utilizado para la construcción de las celdas es policarbonato, se utilizaron 6 piezas de 10x10 cm que servirán como tapas de la celda, dichas placas cuentan con 8 orificios que servirán para la colocación de varillas que con ayuda de tuercas y arandelas sujete y haga presión en la celda, con esto evitando la fuga de las soluciones utilizadas en cada compartimento. Se utilizaron también 12 piezas de 7x7 cm con un corte central de 4x4 cm que servirán para formar el cuerpo de la celda. En dicha celda se obtendrán 2 compartimentos, anódico y catódico, por lo tanto la configuración de la celda de combustible microbiana será de doble compartimento (Liu *et al.*, 2013; Yan y Fan, 2013). Así también las tapas de 10x10 cm presentan perforaciones 12.7 mm (1/2") separadas por 1.5 cm en el centro de dichas placas, con el fin de tener acceso para la sustitución del medio y la toma de muestras. Finalmente, se utilizó empaque plástico, 12 piezas de 7x7 cm con un corte central de 4x4 cm, esto con el fin de evitar fugas en las celdas.

Se utilizó varillas de acero de un diámetro de 4.76 mm (3/16”) las cuales se cortaron en tramos de 15 cm de largo, dichas varillas servirán para darle firmeza a la celda por medio de la utilización de tuercas de mariposa y rondanas de diferentes tamaños. También se utilizó membranas de intercambio protónico (PEM) Nafion 117 para separar los compartimentos.

Como cátodos se usaron placas de acero inoxidable perforadas en el centro y en los ánodos 3 soportes de acero inoxidable para fijar los electrodos utilizados en el compartimento anódico.

Por último la CCM fue ensamblada y se rellenó con agua destilada para determinar la presencia de fugas. A continuación se presenta la celda de combustible microbiana construida (figura 3.6.).

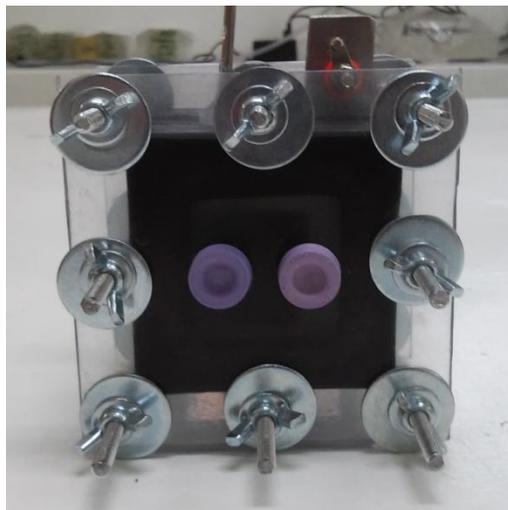


Figura 3.6. Celda de combustible microbiana ensamblada.

### 3.14. Preparación de la solución catódica

La solución catódica de ferricianuro de potasio  $[K_3Fe(CN)_6]$  0.05M se preparó para llevar a cabo el experimento y posteriormente colocarla en el compartimento catódico de cada celda (Mohan *et al.*, 2008; Logan, 2010), la cantidad de reactivo se determinó de acuerdo a los siguientes cálculos.

Ecuación 3.6. Determinación de la solución catódica.

$$M = \frac{n}{L}; n = \frac{m}{PM}; m = M * PM * V$$

$$mK_3[Fe(CN)_6] = 0.05M * 329gmol * 0.1L = 1.645g \text{ en } 100mL.$$

### 3.15. Cinética de remoción biológica y producción eléctrica en CCM

Se llevó a cabo un lavado de todas las piezas que conforman la celda, para el lavado del material se utilizó agua y detergente, enjuagando después todas las piezas con agua destilada, se utilizaron 3 celdas de combustible microbianas, una para cada tratamiento, se procedió a armar las celdas como lo explica en el punto 3.15 colocando el soporte con biopelícula en el compartimento anódico, en seguida se agregó agua residual hasta llenar el compartimento y se selló con tapones de goma, posteriormente se agregó la solución catalítica  $K_3[Fe(CN)_6]$  0.05M (Mohan *et al.*, 2008) en cada compartimento catódico sellado con tapones, y se observó que no existieran fugas de un compartimento a otro, por último se colocaron en la incubadora (35°C) como se observa en la figura 3.7.



Figura 3.7. Cinética en CCM

La cinética de remoción biológica y producción eléctrica en celdas de combustible microbianas se llevo a cabo por medio de cuatro ciclos, cada ciclo duro 15 días en los cuales se realizaron análisis de DQO y mediciones de corriente eléctrica; al término de cada ciclo se le cambio el agua residual y la solución catalítica a cada celda.

### **3.16. Extracción de muestras de las CCM para la DQO**

La técnica de extracción es la misma explicada en el punto 3.10.

### **3.17. Remoción de DQO en Celdas de Combustible Microbianas**

La metodología utilizada para la remoción de DQO en Celdas de Combustible Microbianas fue la misma que se menciona en el punto 3.11.

### **3.18. Materiales y reactivos**

- Digestor Termorregulador HACH DRB/200
- Tubos Hach con tapón de roscas

- Tubos de ensaye
- Balanza analítica modelo USS-DBS 15-3
- Desecador tapa botón
- Estufa de secado arsa horno
- Incubadora DBO modelo 205
- Espectrofotómetro HACH DR/2010
- Micropipetas LAMBATE SOFT (1/5000) (100/1000) ml
- Centrifuga SOLFBAT J600
- Matraces de aforación 1 L y 100 mL
- Gradilla poxygrid
- Grafito en aerosol (Dry Graphite Lube - CRC Industrial)
- Pirrol monomérico (Sigma-Aldrich, >99 % Toluca, México)
- $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Sigma-Aldrich, >97% Toluca, México)
- APS (Sigma-Aldrich, >98% Toluca, México)
- Dicromato de potasio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )

- Ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )
- Sulfato de plata ( $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ )
- Espuma de poliuretano (PU) Grado industrial
- Multímetro Steren modelo 630
- Membrana de intercambio protónico (PEM) Nafion 117

### **3.19. Caracterización electroquímica de las CCM**

La caracterización se llevó a cabo mediante las mediciones de voltaje (V), intensidad de corriente eléctrica (A) conocida también como amperaje, densidad de potencia y eficiencia coulombica % ( $E_{cb}$ ). También se determinó la curva de polarización de las CCM utilizando 20 resistencias que oscilaron desde un valor mínimo de 1 ( $\Omega$ ) hasta una máximo de 1000000 ( $\Omega$ ).

### **3.20. Determinación de tensión eléctrica (V)**

La tensión eléctrica también denominada voltaje, es una magnitud física que cuantifica la diferencia de potencial eléctrico entre dos puntos. Con la ayuda de un multímetro se realizaron mediciones de tensión eléctrica cada 12 horas durante el tiempo que duro la reacción de los 4 ciclos en las celdas de combustible microbianas, las mediciones se obtuvieron en milivoltios (mV), y los resultados se obtuvieron de manera directa con el multímetro.

### 3.21. Determinación de corriente eléctrica (A)

La corriente eléctrica o intensidad eléctrica es el flujo de cargas eléctricas por unidad de tiempo que recorre un material. Se debe al movimiento de las cargas (normalmente electrones) en el interior del material. Se determinó de acuerdo a la ecuación 3.7 que a continuación se presenta expresando el resultado en amperes ( $\Delta$ ) para cada uno de los valores obtenidos, utilizando la ley de ohm (Fu *et al.*, 2012).

Ecuación 3.7. Corriente eléctrica (A).

$$A = \frac{V}{R_{externa}} = \Delta$$

V = Valor del voltaje obtenido.

R<sub>extrena</sub> = Valor de la resistencia externa en ohm.

### 3.22. Determinación de densidad de potencia W/m<sup>2</sup>

La densidad de potencia (DP) fue calculada como la potencia por unidad de área del electrodo anódico (Wang *et al.*, 2010) o la potencia por unidad de volumen del sustrato (Luo *et al.*, 2010). En base a lo anterior se emplearon las ecuaciones 3.8. y 3.9.

Ecuación 3.8. Densidad de potencia en (mW/m<sup>2</sup>).

$$Densidad\ de\ potencia = \frac{V^2}{R_{externa} A_{electrodo}} = mW/m^2$$

$V^2$  = Tensión Eléctrica

R = Resistencia externa ( $\Omega$ )

A = Área del electrodo ( $m^2$ )

Ecuación 3.9. Densidad de potencia en ( $mW/m^3$ ).

$$Densidad\ de\ potencia = \frac{V^2}{R_{externa} A_{ánodo}} = mW/m^3$$

$V^2$  = Tensión Electrica (V)

R = Resistencia externa ( $\Omega$ )

A = Volumen del compartimento anódico ( $m^3$ )

### 3.23. Eficiencia coulómbica ( $E_{cb}$ ) obtenida en CCM

Se determinó en base a la eficiencia coulómbica ( $E_{cb}$ ), la cual se define como la cantidad de materia orgánica que se recupera como electricidad.

Para el cálculo de la eficiencia coulómbica se utilizó la siguiente fórmula.

Ecuación 3.10. Eficiencia coulómbica.

$$E_{cb} = \frac{M \int_0^t Idt}{F * b * V_{an} * \Delta DQO} * 100$$

$E_{cb}$  = Eficiencia coulombica

$M$  = Peso molecular del sustrato ( $M = 32 \text{ g/mol}$ )

$$\int_0^t I dt = \Delta * t = \text{Amperes} * \text{hora}$$

$F$  = Constante de Faraday ( $96485 \text{ C} * \text{moles}^{-1}$ )

$b$  = Numero de moles de electrones producidos por mol de sustrato ( $b = 4e^-$ )

$V_{an}$  = Volumen del compartimento anódico ( $V_{an} = 0.05 \text{ L}$ )

$\Delta DQO$  = Diferencia entre la DQO inicial y final en gramos/L

Se determinó utilizando la gráfica de intensidad de corriente (también dominada amperaje) en función del tiempo de operación de las celdas de combustible microbianas. Al integrar el área bajo la curva desde  $t=0$  hasta 15 días según sea el tiempo que dure cada ciclo se obtiene el resultado en amperes por hora, así como también se obtuvo las diferencias de DQO inicial y final para posteriormente sustituirlas en la fórmula junto con las demás constantes (Logan *et al.*, 2006).

## IV. RESULTADOS Y DISCUSIONES

### 4.1. Porcentaje de grafito y polipirrol adheridos en electrodos

Los resultados obtenidos de adhesión de grafito y PPy se muestran en la tabla 4.1. Comparando los pesos de los electrodos al inicio y final de ser recubiertos. Los valores de adhesión de grafito fueron 44.867 % para el tratamiento 2 y 46.080 % respectivamente, habiendo una diferencia entre los dos tratamientos de 1.213 %, valor mínimo que favoreció la adhesión del polipirrol en el T<sub>3</sub> con un valor de 24.245 %, dicha diferencia influyo en la conductividad ya que es un polímero cuyas moléculas son capaces de conducir la electricidad.

Tabla 4.1. Porcentaje de grafito y PPy adherido en electrodos.

	Tratamientos	% Grafito	% PPy
T1	PU	-	-
T2	PU/Grafito/PPy (APS)	44.867	23.105
T3	PU/Grafito/PPy (FeCl <sub>3</sub> )	46.080	24.245

### 4.2. Cinética de remoción biológica de DQO

Las eficiencias de remoción de DQO en los procesos de biodegradación en celdas de combustible microbianas se presentan en la figura 4.1.

Las mediciones de la demanda química de oxígeno (DQO) en los tratamientos exhiben una disminución en la concentración de la materia orgánica en relación a la concentración inicial del medio fresco. A partir del día 0 hasta el día 6 la concentración de DQO en los 3 tratamientos comenzó a disminuir ligeramente beneficiando al tratamiento T3, logrando obtener valores de DQO que oscilaron entre

470.33 y 295.33  $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  dicha disminución se debe al consumo de la materia orgánica en las celdas conforme los microorganismos metabolizan el sustrato presente. Los resultados muestran que el T<sub>3</sub> - PU/Grafito/PPy ( $\text{FeCl}_3$ ), obtuvo mejor eficiencia de remoción biológica en comparación al T<sub>1</sub> y T<sub>2</sub>.

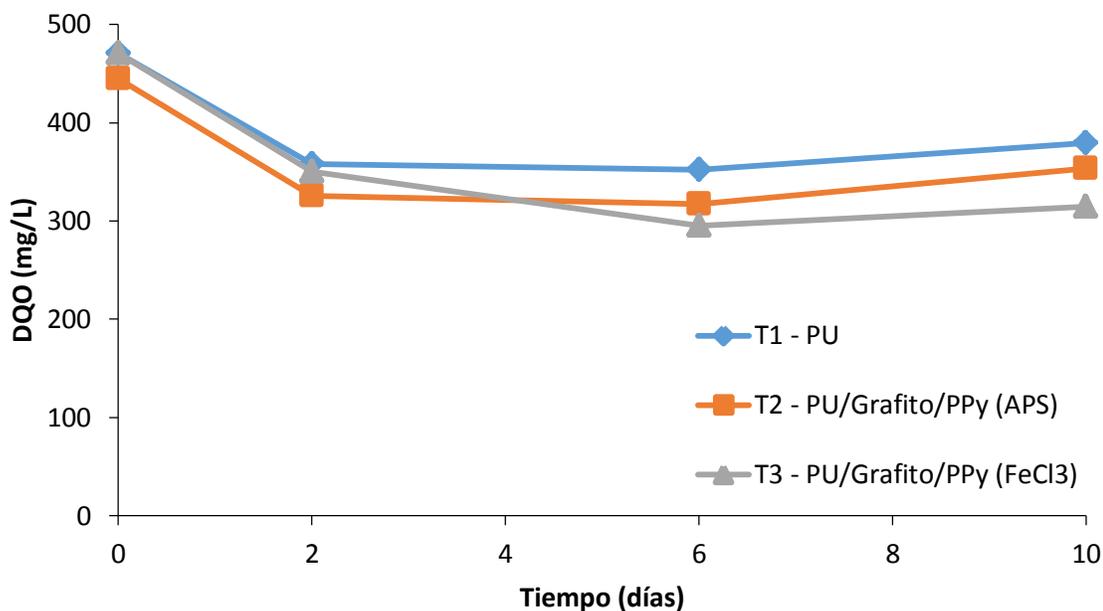


Figura 4.1. Comportamiento de la demanda química de oxígeno (DQO) en CCM

### 4.3. Producción de biomasa en electrodos

La producción de biomasa en el ánodo de las celdas de combustible microbiana se presenta en la tabla 4.2.

Para el presente estudio se estimó la biomasa adherida a los electrodos, medida como masa seca, donde (T<sub>1</sub>) fue mayor con un valor de  $0.1296 \text{ g}\cdot\text{g}^{-1}$  comparado con los electrodos que fueron recubiertos (T<sub>2</sub> y T<sub>3</sub>). Esta diferencia está relacionada con el recubrimiento de los electrodos ya que al ser recubiertos se

cierran parte de los poros y esto afecta la adhesión de los microorganismos y la formación de biomasa.

Tabla 4.2. Biomasa producida en electrodos

	<b>Tratamientos</b>	<b>Biomasa (g/g)</b>
<b>T1</b>	<b>PU</b>	<b>0.1296</b>
<b>T2</b>	<b>PU/Grafito/PPy (APS)</b>	<b>0.0897</b>
<b>T3</b>	<b>PU/Grafito/PPy (FeCl3)</b>	<b>0.0818</b>

#### **4.4. Determinación de densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) a 4 ciclos en CCM**

Las CCM convierten el sustrato biodegradable directamente a electricidad. Esto se consigue cuando las bacterias, a través de su metabolismo transfieren electrones desde un donador, tal como el agua residual, a un aceptor de electrones  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ . En una CCM las bacterias no transfieren directamente los electrones producidos a su aceptor terminal, si no que estos son desviados hacia el ánodo. Esta transferencia puede ocurrir de varias formas bien sea a través de la membrana o a partir de un mediador soluble en donde los electrones fluyen a través de un circuito externo (Rabaey *et al.*, 2003).

Los resultados de densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) se presentan en la figura 4.2. En la cual podemos apreciar los 4 ciclos que se llevaron a cabo durante la reacción y el comportamiento de la gráfica dando su mayor eficiencia en el ciclo 3, tratamiento 3, con un máximo de  $21.375 \text{ (mW}/\text{m}^2)$ . Otro aspecto a notar es que en los 4 ciclos la densidad de potencia alcanza su valor máximo y luego decae, esto está en función de la cantidad de materia orgánica presente en el sustrato o se le atribuye también a reacciones de óxido-reducción o de adsorción que ocurren en la superficie del electrodo.

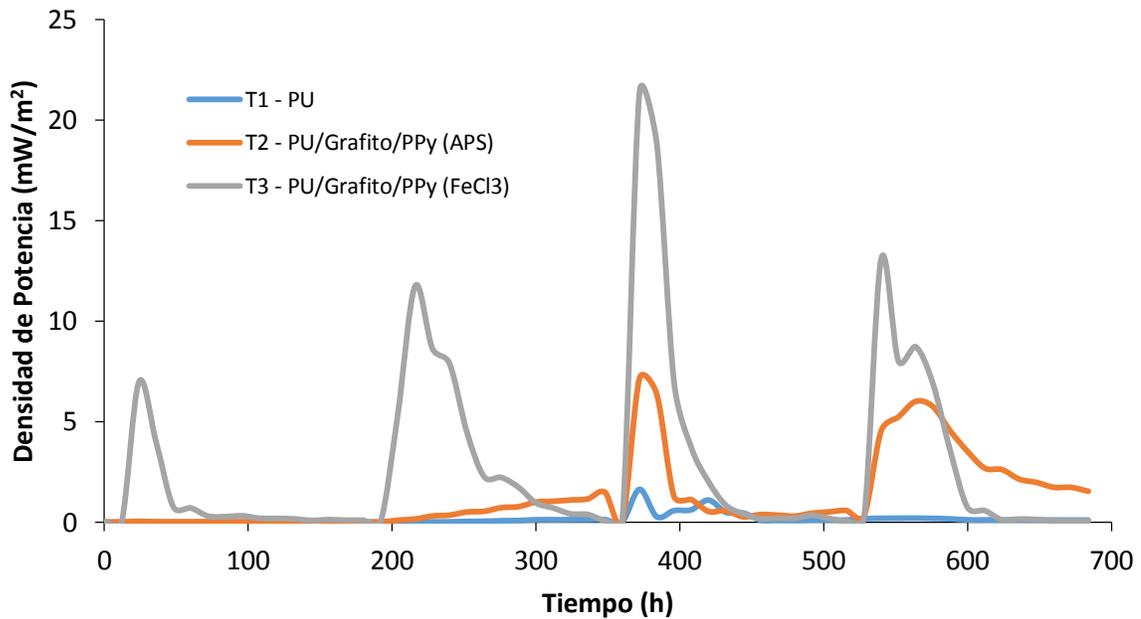


Figura 4.2. Determinación de densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) a 4 ciclos en CCM

En la tabla 4.3. Se presentan los resultados de las máximas y las mínimas obtenidas en ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) a 4 ciclos evaluando los 3 tratamientos.

Se obtuvo un valor máximo de  $21.375 \text{ (mW}/\text{m}^2)$  en el ciclo 3, tratamiento 3, utilizando PU/Grafito/PPy ( $\text{FeCl}_3$ ) y un mínimo de  $0.00004011 \text{ (mW}/\text{m}^2)$  en el ciclo 1, tratamiento 1, utilizando PU. Liu *et al.*, (2004) evaluaron como material del electrodo el grafito en una CCM de un solo compartimento aplicando agua residual doméstica como sustrato, alcanzando una densidad de potencia máxima de  $24 \text{ (mW}/\text{m}^2)$ . Los valores obtenidos son similares aunque se recomienda realizar más estudios para estabilizar la eficiencia de producción eléctrica.

Tabla 4.3. Densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) máximos y mínimos.

<b>T<sub>1</sub>- PU</b>	<b>Ciclo 1</b>	<b>Ciclo 2</b>	<b>Ciclo 3</b>	<b>Ciclo 4</b>
<b>Mínima</b>	0.00004011	0.00046944	0.00582678	0.096721
<b>Máxima</b>	0.00182044	0.12508011	1.628176	0.19951111
<b>T<sub>2</sub>-PU-Grafito-PPy (APS)</b>	<b>Ciclo 1</b>	<b>Ciclo 2</b>	<b>Ciclo 3</b>	<b>Ciclo 4</b>
<b>Mínima</b>	0.005041	0.00106711	0.033856	0.275625
<b>Máxima</b>	0.03776544	1.48433611	7.14671111	6.0025
<b>T<sub>3</sub>-PU-Grafito-PPy (FeCl<sub>3</sub>)</b>	<b>Ciclo 1</b>	<b>Ciclo 2</b>	<b>Ciclo 3</b>	<b>Ciclo 4</b>
<b>Mínima</b>	0.08256044	0.01261878	0.04312544	0.053824
<b>Máxima</b>	6.9696	11.7420444	21.3752111	13.0802778

En la tabla 4.4. Se presentan resultados de densidad de potencia reportada en otras investigaciones.

Tabla 4.4. Densidad de potencia en diversas investigaciones

Sustrato	Inoculo	Material del ánodo	Densidad de potencia (mW/m <sup>2</sup> )	Referencia
<b>Agua residual domestica</b>	Bacterias presentes en aguas residuales	Grafito	24	Liu <i>et al</i> , (2004).
<b>Glucosa</b>	Cultivo mixto	Grafito	3600	Rabaey <i>et al</i> , (2003).
<b>Acetato</b>	<i>Geobacter metallireducens</i>	Papel carbón	286	Min y Logan (2004).
<b>Acetato</b>	Lodos activados	Papel carbón	0.097	Oh <i>et al</i> , (2004).
<b>Acetato</b>	Lodos activados	Grafito	788	Park y Zeikus, (2003).
<b>Agua residual</b>	Bacterias presentes en el agua residual	Papel grafito Toray tipo S(E-Tek)	408	German <i>et al</i> , (2011).
<b>Acetatos, aguas residuales</b>	Mezcla de bacterias	Fibra de carbón	6860	Fan <i>et al</i> , (2008).
<b>Glucosa</b>	Lodo metanogénico, anaerobio granular	Varilla de grafito	4310	Rabaey <i>et al</i> , (2004).
<b>Acetato</b>	<i>Geobacter sulfureducens</i> KN400	Varilla de grafito	3900	Yi <i>et al</i> , (2009).
<b>Glucosa y acetato</b>	Lodo de digestor anaerobio	Filtro de carbón suspendido en varilla de grafito	3650	Borole <i>et al</i> , (2009).
<b>Pentaclorofenol</b>	Agua residual domestica	Felpa de grafito	264	Huang <i>et al</i> , (2012).

<b>Aguas residuales porcinas</b>	Agua residual porcina	Papel carbón y tela de carbón	408	Min et al, (2005)
<b>Agua residual municipal</b>	Efluente sedimentador primario y secundario	Fibra de grafito	590	Yate et al, (2012).
<b>Acetato</b>	Lodo aclimatado de otra CCM	Fibra y tela de grafito	1260	Cheng et al, (2011).
<b>Triptona y levadura</b>	<i>E. Coli</i>	Tela, papel y felpa de carbón	450-680	Oh et al, (2011).
<b>Agua residual domestica</b>	Lodos anaerobio	Fibra de grafito	422	Ahn y Logan, (2010).
<b>Osteína</b>	<i>Shewanella spp.</i>	-	19	Liu et al, (2010).
<b>Furfural</b>	Lodo aclimatado de otra CCM	Papel carbón	286	Lu et al, (2010).
<b>Sacarosa</b>	Lodo anaerobio	Acero inoxidable	5.6	Behera y Ghagrekar, (2009).
<b>Micro algas, lactato de uva</b>	Lodo residual primario	Fibra de grafito	600	Velasquez-Orta et al, (2009).
<b>Lixiviado</b>	Lixiviado	Tela de carbón	33.4	Greenman et al, (2009).
<b>Lactato</b>	<i>S. oneidensis</i> MR-1	Filtro de grafito	115.6	Manohar y Mansfeld, (2009).
<b>Manitol</b>	Lodo aclimatado de otra celda	Tela de carbón	766	Catal et al, (2008).
<b>Ácido glucurónico</b>	Consortio bacteriano mixto	Tela de carbón	50	Catal et al, (2008).
<b>Extracto de malta, levadura y glucosa</b>	<i>E. cloacae</i>	Placa de grafito	560	Mohan et al (2008).

<b>Agua residuales urbanas</b>	Agua residual domestica	Grafito	542.3	Rodrigo <i>et al</i> , (2007).
<b>Agua residual sintética con maleza y urea</b>	Mezcla anaerobia	Cobre y oro	10.5	Kargi y Eker (2007).
<b>Acetato</b>	Lodo aclimatado de otra CCM	Fibra de carbón	2400	Logan <i>et al</i> , (2007).
<b>Estiércol</b>	Lodo anaerobio	Tela de carbón	788	Scott y Murano (2007).
<b>Celulosa microcristalina</b>	<i>Enterobacter cloacae</i>	Tela y fibra de carbón	286	Rismani-Yazdi <i>et al</i> , (2007).
<b>Etanol</b>	Lodos activos	Papel carbón	0.097	Kim <i>et al</i> , (2007).
<b>Maíz</b>	Agua residual domestica	Papel carbón y tela de carbón	242	Zuo <i>et al</i> , (2006).
<b>Agua residual Municipal</b>	Bacterias presentes en agua residual	PU/Grafito/PPy FeCl <sub>3</sub>	21.3752	Este trabajo

#### 4.5. Determinación de densidad de potencia (mW/m<sup>3</sup>) a 4 ciclos en CCM

En la figura 4.3. Se muestra la densidad de potencia obtenida en (mw/m<sup>3</sup>) en las CCM. Se detectó la máxima densidad de potencia en el ciclo 3, tratamiento 3, utilizando PU/Grafito/PPy (FeCl<sub>3</sub>) siendo este resultado de 384.7538 (mW/m<sup>3</sup>) lo cual es 3 veces mayor que el mayor resultado obtenido en el tratamiento 2 usando PU/Grafito/PPy (APS) y 13 veces mayor que el mayor resultado obtenido en el tratamiento 1 utilizando PU.

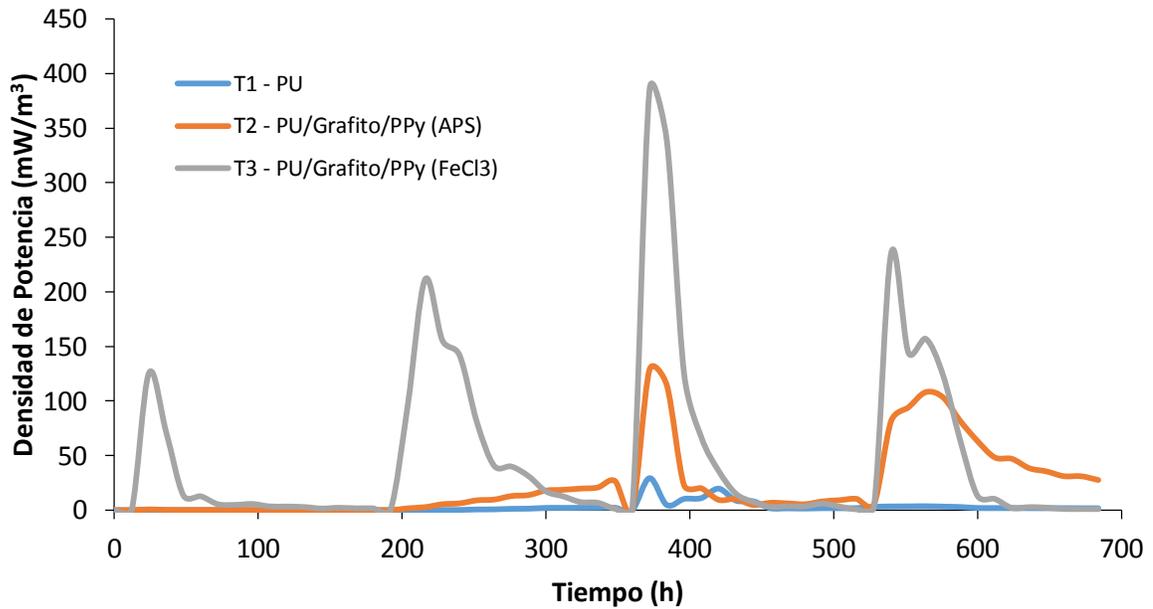


Figura 4.3. Densidad de potencia en ( $\text{mW}/\text{m}^3$ ) generada a 4 ciclos en CCM

En la tabla 4.5. Se presenta la densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^3$ ) generada en las CCM durante los 4 ciclos, misma que se incrementó a través de la modificación de la arquitectura del sistema, como por ejemplo la reducción de espacio entre electrodos, proporcionar el flujo de la solución a través de un ánodo poroso y el incremento en la conductividad de la solución (Cheng *et al.*, 2006; Liu *et al.*, 2005), así como la selección de los materiales como electrodos anódicos (Du *et al.*, 2007).

Tabla 4.5. Densidad de potencia ( $\text{mW}/\text{m}^3$ ) obteniendo valores máximos y mínimos

<b>T<sub>1</sub>-PU</b>	<b>Ciclo 1</b>	<b>Ciclo 2</b>	<b>Ciclo 3</b>	<b>Ciclo 4</b>
<b>Mínima</b>	0.000722	0.00845	0.104882	1.740978
<b>Máxima</b>	0.032768	2.251442	29.307168	3.5912
<b>T<sub>2</sub>-PU-Grafito-PPy (APS)</b>	Ciclo 1	Ciclo 2	Ciclo 3	Ciclo 4
<b>Mínima</b>	0.090738	0.019208	0.609408	4.96125
<b>Máxima</b>	0.679778	26.71805	128.6408	108.045
<b>T<sub>3</sub>-PU-Grafito-PPy (FeCl<sub>3</sub>)</b>	Ciclo 1	Ciclo 2	Ciclo 3	Ciclo 4
<b>Mínima</b>	1.486088	0.227138	0.776258	0.968832
<b>Máxima</b>	125.4528	211.3568	384.7538	235.445

#### 4.6. Porcentaje de remoción de materia orgánica a 4 ciclos en CCM

Las CCM desarrolladas en este estudio fueron capaces de llevar a cabo la remoción de materia orgánica; debido a que en la operación de las celdas se obtuvieron porcentajes de 45.54 y 48.19 % de eficiencia en la degradación de la materia orgánica, siendo estos dos tratamientos (T<sub>2</sub> y T<sub>3</sub>) los que más eficiencia de remoción alcanzaron (figura 4.4.), y se obtuvieron valores de DQO del efluente que

disminuyó a lo largo de la operación desde un valor de 882 a uno de 457 mg/L, debido a la estabilización de la comunidad microbiana de la biopelícula.

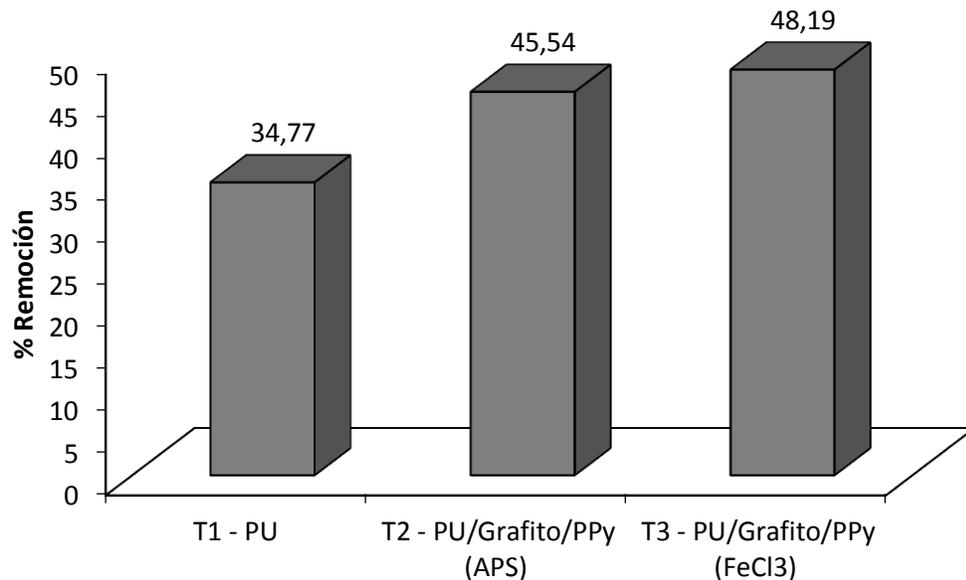


Figura 4.4. Porcentaje de remoción de materia orgánica en CCM.

El aumento de temperatura (en un rango determinado) puede mejorar el crecimiento microbiano y su actividad, por lo tanto estimula la tasa de biodegradación (Torres *et al*, 2005). La temperatura afecta el crecimiento microbiano, así que a bajas temperaturas la degradación será lenta (Holliger *et al.*, 1996). Torres *et al.*, (2004) señalan que el factor que más influye en la biodegradación es la temperatura.

#### 4.7. Eficiencia coulombica en CCM

En la figura 4.5. Se observan los porcentajes alcanzados de la eficiencia coulombica en las celdas de combustible microbianas, alcanzando un valor máximo de 9.37 % en el T<sub>3</sub>.

Los valores de eficiencia coulombica alcanzados (un máximo de 9.37 %) son valores bajos, en comparación con los alcanzados en otros estudios, por ejemplo Liu y Logan (2004) alcanzaron una eficiencia coulombica de 55 % en una CCM alimentada con glucosa. Generalmente, la eficiencia coulombica se ve disminuida por la presencia de aceptores de electrones alternos, los cuales están presentes en el agua residual. En esta investigación no se descarta que los valores bajos se deban a lo mencionado anteriormente, debido a que se empleó agua residual doméstica como sustrato.

Existen microorganismos que poseen mecanismos de transporte de electrones internos y no requieren la ayuda de mediadores para liberar dichos electrones al ánodo. Estos microorganismos son conocidos como anodofílicos. Una de las principales ventajas del uso de estos microorganismos es la completa oxidación de la materia orgánica a dióxido de carbono que estos microorganismos hacen posible y que se traduce en una alta eficiencia coulombica en el proceso (Lovley, 2008).

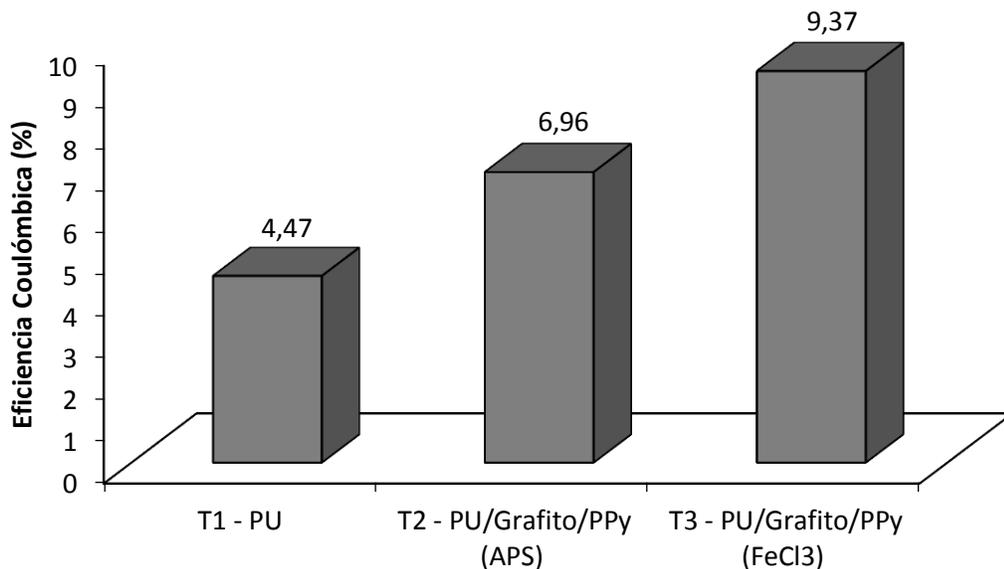


Figura 4.5. Porcentaje de eficiencia coulombica comparando los tres tratamientos.

#### 4.8. Curva de polarización T<sub>3</sub>-PU/Grafito/PPy FeCl<sub>3</sub>

Según Logan *et al.*, (2006), se obtendrá la máxima potencia de salida cuando la CCM opere con la resistencia externa adecuada (la que corresponde al punto más alto de la curva de potencia). De acuerdo a lo mencionado anteriormente el T<sub>3</sub> se sometió a un proceso de optimización. Siendo el que produjo los valores más altos de densidad de potencia ( $0.2570 \text{ mW/m}^3$ ) y densidad de corriente ( $1.69 \text{ A/m}^3$ ) (figura 4.6.).

El valor obtenido de la resistencia interna fue de  $2930.77 \Omega$ , al aplicarla como resistencia externa producirá un mejor desempeño logrando una alta eficiencia de densidad de potencia. Comparando este trabajo con investigaciones en CCM conectadas en serie utilizando resistencia interna de  $10362 \Omega$  obtuvieron resultados de densidad de potencia máxima de  $11.52 \text{ (mW/m}^3)$  (Hernandez *et al*, 2014) siendo menores los resultados obtenidos en esta investigación, tomando en cuenta que

nuestro sistema utilizado no es de alta tecnificación por lo que es aceptable que exista variabilidad en los resultados.

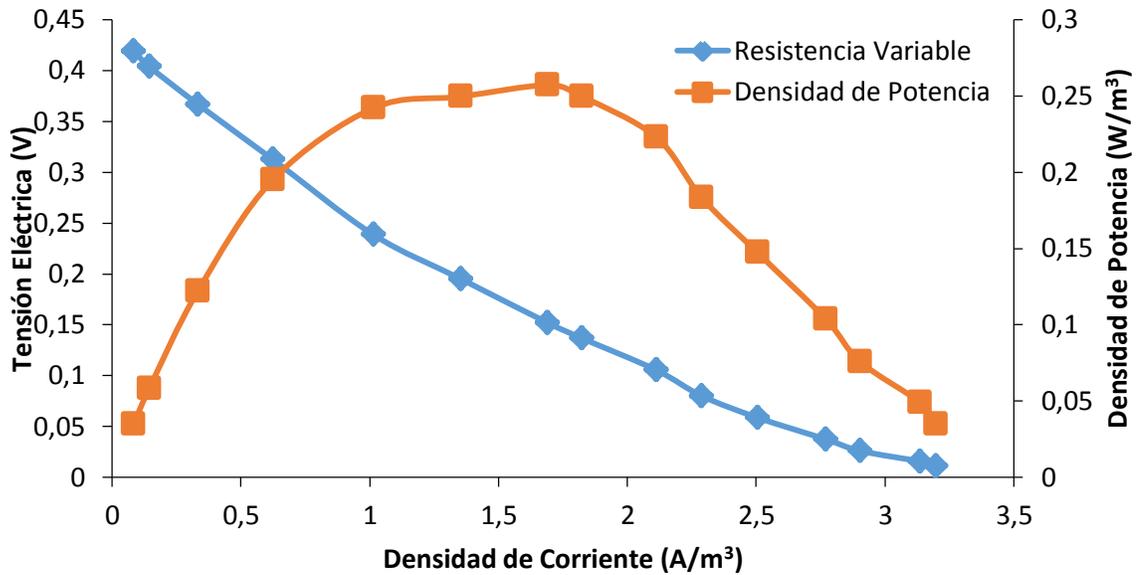


Figura 4.6. Curva de polarización para T<sub>3</sub>-PU/Grafito/PPy FeCl<sub>3</sub>

#### 4.9. Caracterización por SEM de los microorganismos adheridos a los electrodos

La figura 4.7. Muestra una imagen generada por un microscopio electrónico de barrido de la superficie del ánodo de UP/Grafito/PPy FeCl<sub>3</sub> en la cual se aprecian microorganismos adheridos donde exhibe una película compacta y regular, las cuales influyen positivamente en el establecimiento de la biopelícula por parte de los microorganismos. De acuerdo a las figura 4.8. Se observan bacterias adheridas en forma de cocos y bacilos, ya que se caracterizan por tener formas esféricas y bastón. De acuerdo a lo anterior y a los estudios realizados por diferentes autores pueden encontrarse diversos géneros de bacterias como por ejemplo: *geobacter*, *desulfuromonas*, *proteobacterium*, *pelobacter*, *bacillus*, *dechloromonas*,

*proteobacteria*, entre otras (Holmes *et al.*, 2004; Kim *et al.*, 2007; Ortega *et al.*, 2012; Chae *et al.*, 2008).

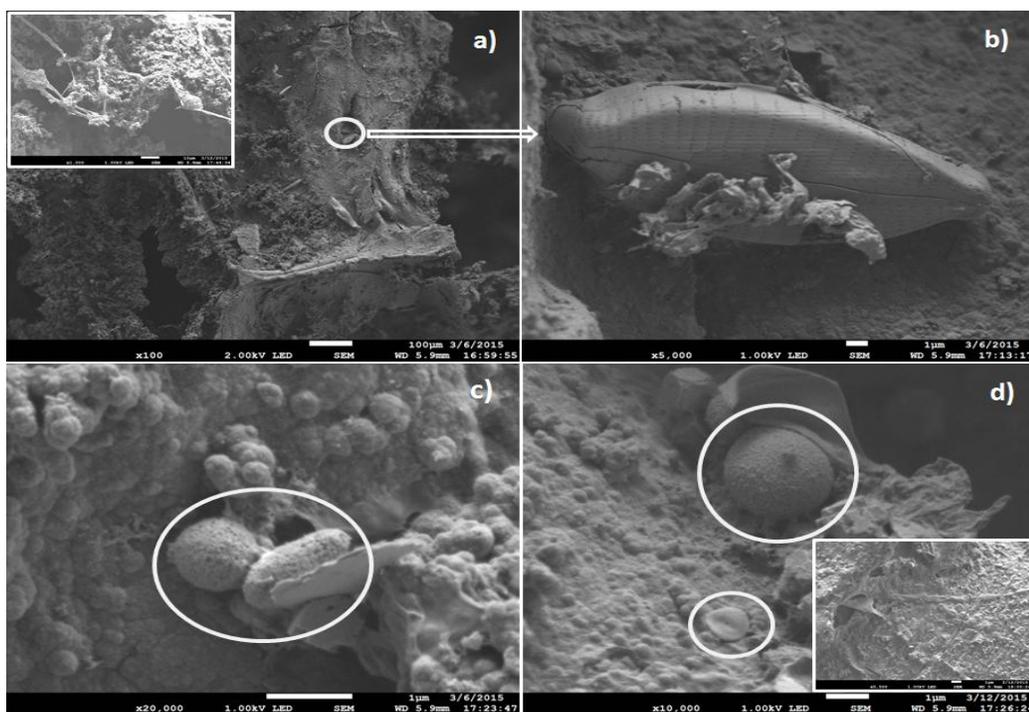


Figura 4.7. Colonización microbiana en los ánodos de PU/Grafito/PPy-FeCl<sub>3</sub> bajo condiciones de anaerobiosis.

## CONCLUSIONES

Los electrodos recubiertos de grafito en aerosol sintetizados con polipirrol dieron mejores resultados, exhibieron una capacidad sinérgica notable tanto en degradación de la materia orgánica como en la producción de energía eléctrica.

Los resultados obtenidos en el presente trabajo corroboran que utilizando polímeros conductores como el polipirrol se incrementan las propiedades conductoras y catalíticas de los materiales utilizados como electrodo comparado con su análogo sin modificar.

La celda de combustible microbiana equipada con un ánodo de PU/Grafito/PPy  $\text{FeCl}_3$  removió un máximo de materia orgánica de 48.19 % y produjo una densidad de potencia máxima de 21.3752 ( $\text{mW}/\text{m}^2$ ) durante su operación, los resultados obtenidos se debieron a que la biopelícula adherida en el electrodo promovió la degradación de la materia orgánica y la conductividad eléctrica. Por lo tanto se obtuvo una eficiencia coulombica de 9.37 %.

Desde la perspectiva de la investigación básica, la CCM constituye una oportunidad para profundizar en el conocimiento de las complejas interacciones entre una comunidad microbiana y un sustrato involucradas en los procesos de transferencia de electrones, aspecto que contribuye a la biodegradación de contaminantes presentes en las aguas residuales.

## BIBLIOGRAFÍA

- Álvarez**, E. R. 2009. Uso eficiente del agua en edificaciones. Tesis de licenciatura. UNAM. Ciudad universitaria, México D. F. 78.
- Alzate**, L., Sebastian P. and Perez H. 2007. Comparison of two anaerobic systems for hydrogen production from the organic fraction of municipal solid waste and synthetic wastewater. *Hydrogen Energy*. 32: 3141-3146.
- Barbier**, F. 2005. Reveals the intricacies of PEM fuel cells and fuel cell system. *Academic Press*. 1: 456.
- Benetton**, X., Navarro A. and Carrera F. C. 2010. Electrochemical evaluation of Ti/TiO<sub>2</sub>-polyaniline anodes for microbial fuel cells using hypersaline microbial consortia for synthetic-wastewater treatment. *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*. 13: 1-6.
- Borole**, A. P., Hamilton C. Y., Vishnivetskaya T. A., Leak D., Andras C., Morrell-Falvey J., Keller M. and Davison B. 2009. Integrating engineering design improvements with exoelectrogen enrichment process to increase power output from microbial fuel cells. *Journal of Power Sources*. 191: 520-527.
- Bruce**, E. Logan., Bert H., Rene R., Uwe S., Jurg K., Stefano F., Peter A., Willy V. and Korneel R. 2006. Microbial fuel cells: Methodology and Technology. *Envirometal Science and Technology*. 40 (17): 5181-5185.
- Bullen**, RA., Arnot TC., Lakeman JB. and Walsh FC. 2006. Biofuel cells and their development. *Biosens. Bioelectron*. 21: 2015-2045.

- CANO**, U. Las celdas de combustible: verdades sobre la generación de electricidad limpia y eficiente vía electroquímica. Boletín IEE. 1999, septiembre-octubre. 208.
- Casanovas**, J., Armelin E., Iribarren I., J. Alemán C. y Liesa F. 2005. La modelización molecular como herramienta para el diseño de nuevos polímeros conductores. *Ciencia y Tecnología*. 15 (4): 239-244.
- Cesvi**, M. 2008. Centro de Experimentación y Seguridad Vial México. Fichas técnicas de reparación de vehículos. *Espuma de poliuretano*. N° 33.
- Chaillan**, F., Chaineau CH., Point V., Saliot A. and Oudot J. 2006. Factors inhibiting bioremediation of soil contaminated with weathered oils and drill cuttings. *Environ. Pollut.* 144: 255-265.
- Cheng**, S., Liu H. and Logan BE. 2006. Power densities using different cathode catalysts (Pt and CoTMPP) and polymer binders (nafion and PTFE) in single chamber microbial fuel cells. *Environ Sci Technol.* 40: 364-369.
- Cheng**, S., Liu, H. and Logan BE. 2006. Increased of power generation in a continuous flow MFC with advective flow through the porous anode and reduced electrode spacing. *Environ. Sci. Technol.* 40: 2426-2432.
- Coates**, J.D., Cole K.A., Michaelidou U., Patrick J., McInerney M.J. and Achenbach L.A. 2005. Biological control of hog waste odor through stimulated microbial Fe (III) reduction. *Appl. Environ. Microbiol.* 71 (8): 28-35.
- CONAGUA**. 2013. Estadísticas del agua en México. Comisión Nacional del Agua. CONAGUA. México D.F. 14.

- CONAGUA.** 2013. Manual de sistemas de tratamiento de aguas residuales utilizadas en Japón. Comisión Nacional del Agua. CONAGUA. México D.F. 71.
- Dejonghe, W., Berteloot E., Goris J., Boon N., Crul K., Maertens S., Hofte M., De Vos P., Verstraete W. and Top EM.** 2003. Synergistic Degradation of Linuron by a Bacterial Consortium and Isolation of a Single Linuron-Degrading *Variovorax* Strain. *Applied and Environmental Microbiology*. 69: 1532-1541.
- Díaz, A., Gorostiza I., Susaeta I., García I., Zárata G., Martín I., y Muiña B.** Recuperación de suelos contaminados mediante biobarreras. *Ingeniería Química*. 3: 157-163.
- Díaz, B. M., Espitias S. y Molina F.** 2002. Digestión anaerobia una aproximación a la tecnología. *Unibiblios*. 60.
- Donlan, R.M.** 2002. Biofilms: microbial life on surfaces. *Emerg Infect Dis*. 8 (9): 881-90.
- Du, Z., H. Li and T. Gu.** 2007. A state of the art review on microbial fuel cells: A promising technology for wastewater treatment and bioenergy. *Biotechnology Advances*. 5: 25.
- Dumas, C., Mollica A., Féron D., Basseguy R., Etcheverry L. and Bergel A.** 2008. Checking graphite and stainless anodes with an experimental model of marine microbial fuel cell. *Bioresource Technology*. 99: 8887-8894.
- Duran, M. y Contreras N.** 2006. Alternativa de tratamiento para tierras fuller contaminadas con aceite dieléctrico. *Scientia et Technica*. 32: 419-424.

- Falcón, A.,** Lozano E. and Juárez K. 2009. Bioelectricity generation and the technological challenges that there are to face in order turn it into a competitive renewable energy source. *Biotecnología*. 13 (3): 34-46.
- Fernández, O. T.** 2003. Polímeros conductores: Síntesis, propiedades y aplicaciones electroquímicas. *Revista Iberoamericana de polímeros*. 4: 4.
- Flemming, HC.,** Neu TR. and Wozniak DJ. 2007. The EPS matrix: the "house of biofilm cells". *J Bacteriol*. 189 (22): 7945-7.
- Rayner, G.** "Química Inorgánica Descriptiva" 2ª Ed. 252. *Pearson Educación, México*. 2000.
- García, J.,** Torrades J., X. Doménech. and J. Peral. Degradation of procion red H-E7B reactive dye by coupling a photo-fenton system with a sequencing batch reactor. *Journal of Hazard Materials*. 134 (1-3): 220-229.
- Hall-Stoodley, L.** and Stoodley P. 2009. Evolving concepts in biofilm infections. *Cell Microbiol*. 11 (7): 1034-43.
- He, Z.,** Kan J., Mansfeld F., Angenent L. T. and Nealson K. H. 2005. Electricity Generation from Artificial Wastewater Using an Upflow Microbial Fuel Cell. *Environ. Sci. Technol*. 14: 39.
- Hibbing, M. E.,** Fuqua C., Parsek M. R. and Peterson S. B. 2010. Bacterial competition: surviving and thriving in the microbial jungle. *Nat. Rev. Microbiol*. 8: 15–2510.
- Holliger, C.** and Zehnder A. 1996. Anaerobic biodegradation of hydrocarbons. Current Opinion in Biotechnol. *Biotechnology advances*. 7: 326-330.

- James, GA.**, Swogger E., Wolcott R., Pulcini Ed., Secor P., Sestrich J., Costerton JW. and Stewart PS. 2008. Biofilms in chronic wounds. *Wound Repair Regen.* 16 (1): 37-44.
- Jia, B.**, Zhang D., Zhang A. L. and Zhou J.T. 2008. Electrochemical Heterogeneous Catalytic Degradation of Wastewater Containing Phenol. *Ann. N.Y. Acad. Sci.* 11: 376-382.
- Kim, B. H.**, Park H. S., Kim H. J., Kim G. T., Chang I. S., Lee J. and Phung N.T. 2004. Effect of humidity on the microstructures of electrospun polystyrene nanofibers *Microscopy and microanalysis* 10 (2): 554-555.
- Kokare, A.**, Chakraborty S., Khopade A. and Mahadik K. 2008. Biofilm: Importance and applications. *Indian Journal of Biotechnology.* 8: 159-168.
- Lee, JN.**, Phung T., Chang IS., Kim BH. and Sung HC. 2003. Use of acetate for enrichment of electrochemically active microorganism and their 16s rDNA analyses. *FEMS Microbiol LETT.* 223: 185-191.
- Lefebvre, O.**, Z. Tan S., Kharkwal and H. Y. Ng. 2012. Effect of increasing anodic NaCl concentration on microbial fuel cell performance. *Bioresource Technology.* 5: 112.
- Liang, F.** and Chen B. 2010. A review on biomedical applications of single-walled carbon nanotubes. *Curr Med Chem.* 17 (1): 10-24.
- Liu, H.** and B. E. Logan. 2004. Electricity generation using an aircathode single chamber microbial fuel cell in the presence and absence of a proton exchange membrane. *Environmental Science Technology.* 14: 38.

- Liu, H.;** Cheng S. and Logan BE. 2005. Power generation in fed-batch microbial fuel cells as a function of ionic strength, temperature, and reactor configuration. *Environ. Sci. Technol.* 39: 5488-5493.
- Liu, H.,** Ramnarayanan R. and Logan B.E. 2004. Production of electricity during wastewater treatment using a single chamber microbial fuel cell. *Environ. Sci. Technol.* 38 (7): 2281-5.
- Logan, B. E.,** Cheng S., Watson V. and Estadt G. 2007. Graphite Fiber Brush Anodes for Increased Power Production in Air-Cathode Microbial Fuel Cells. *Environ. Sci. Technol.* 41: 3341-3346.
- Logan, B.** 2004. Extracting hydrogen and electricity from renewable resources. *Environ. Sci. Technol.* 38: 160A-167A.
- Logan, B. E.** and J. M. Regan. 2006. Electricity-producing bacterial communities in microbial fuel cells. *Trends in Microbiology.* 12: 14.
- López, B. R.** 2010. Bioconversión de residuos sólidos para la obtención de energía (metano y electricidad) utilizando digestores anaerobios y celdas de combustibles microbianas. *Tesis de maestría.* IPN. Unidad profesional interdisciplinaria de biotecnología. México D.F. 73.
- Lovley, DR.** 2008. Extracellular electron transfer: wires, capacitors, iron lungs, and more. *Geobiol.* 6: 225-231.
- Luo, Y.,** Zhang G., Liu J., Li M. and Zhang C. 2010. Electricity generation from indole and microbial community analysis in the microbial fuel cell. *Journal of Hazardous Materials.* 176 (1-3): 759-764.

- Makhloifi**, L., Hammache H., Saidani B., Akilal N. and Maloum V. 2000. Polimeros conductors. *J. Appl. Electrochem* . 30: 1143-1150.
- Marinus**, M. G., Nevin K. P., Kim B. C., Glaven R. H., Johnson J. P., Woodard T. L., Methé B. A., DiDonato R. J., Covalla S. F., Franks A. E., Liu A. and Lovley D. R. 2009. Anode Biofilm Transcriptomics Reveals Outer Surface Components Essential for High Density Current Production in *Geobacter sulfurreducens* Fuel Cells. *PLOS ONE*. 4: e5628.
- Martinez**, R.J., Wang Y., Raimondo M.A., Coombs J.M., Barkay T. and Sobecky A. 2006. Horizontal Gene transfer of PIB- Type ATPases among Bacteria Isolated from Radionucleotide- and Metal-Contaminated Subsurface Soils. *Applied and Environmental Microbiology*. 72 (5): 3111-3118.
- Maser**, W. K., Sainz R., Martínez M. T. and Benito A. M. 2008. Electroactive polymer-carbon nanotube composites: smart organic materials for optoelectronic applications. *Contributions to Science*. 4: 187-192.
- Messarch**, M. and Nies L. 1997. Modification of heterothropic plate counts for assessing the bioremediation potencial of petroleum contaminated soils. *Environ. Technol*. 18: 639-646.
- Min**, Booki., S. Cheng and B. E. Logan. 2005. Electricity generation using membrane and salt bridge microbial fuel cells. *Water Research*. 9: 39.
- Mohan**, S., Velvizhi G., Annie Modestra J. and Srikanth S. 2014. Microbial fuel cell: critical factors regulating bio-catalyzed electrochemical process and recent advancements. *Renew Sust Energy Rev*. 40: 779-797.

- Muñoz, C. E.** 2008. Caracterización y tratamientos de aguas residuales. *Tesis de licenciatura*. UAEH. Mineral de la Frontera Hidalgo. 296.
- Navia, D., Villada H. and Mosquera S.** 2010. Biofilms in the food industry. *Rev. Bio. Agro.* 8 (2): 118-128.
- Nevin, KP and Lovley DR.** 2002. Mechanisms for Fe(III) oxide reduction in sedimentary environments. *Geomicrobiol. J.* 19: 141-159.
- Nodal, E. B.** 2000. Procesos biológicos aplicados al tratamiento de agua residual. *Ingeniería hidráulica y ambiental.* 22 (4): 66-72.
- Ouitrakul, S., Sriyudthsak M., Charojrochkul S. and Kakizono T.** (2007). Impedance analysis of bio-fuel cell electrodes. *Biosensors and Bioelectronics.* 23: 721-727.
- Pant, D., G. Van Bogaert., L. Diels. and K. Vanbroekhoven.** 2010. A review of the substrates used in microbial fuel cells (MFCs) for sustainable energy production. *Bioresource Technology.* 6: 101.
- Plohl, K. and Leskovsek H.** (2002). Biological degradation of motor oil in water. *Acta Chim. Slov.* 49: 279-289.
- Pérez, F. E. y Camacho K. L.** 2011. Tecnologías para el tratamiento de aguas servidas. *Tesis de licenciatura*. Universidad veracruzana. Poza rica de HGO. Veracruz. 73.
- Perry, J. N. and Dixon P.** 2002. A new method for measuring spatial association in ecological count data. *Ecoscience.* 9: 133-141.

- Post, J.C.**, Stoodley P., Hall-Stoodley L. and Ehrlich GD . 2004. The role of biofilms in otolaryngologic infections. *Curr Opin Otolaryngol Head Neck Surg.* 12: 185-190.
- Priester, J.H.**, Olson S.G., Webb S.M., Neu M.P., Hersman L.E. and Holden P.A. 2006. Enhanced Exopolymer Production and Chromium Stabilization in *Pseudomonas putida* Unsaturated Biofilms. *Applied and Environmental Microbiology.* 72 (3): 1988-1996.
- Rabaey, K.**, Boon N., Siciliano S., Verhaege M. and Verstraete W. (2004) Biofuel cells select for microbial consortia that self-mediate electron transfer. *Appl. Env. Microbiol.* 70: 5373-5382.
- Rabaey, K.G.**, Lissens S.D., Siciliano. and Verstraete W. 2003. A microbial fuel cell capable of converting glucose to electricity treatment using a single chamber microbial fuel cell. *Env. Sci. Technol.* 38: 2281-2285.
- Rayner, C. G.** 2000. Química inorgánica descriptiva. PEARSON EDUCACIÓN. 2da. Edición. México. 624.
- Rice, K.C.**, Mann E.E., Endres J.L., Weiss E.C., Cassat J.E. and Smeltzer M.S. 2007. The cida murein hydrolase regulator contributes to DNA release and biofilm development in *Staphylococcus aureus*. *Proc Natl Acad Sci USA.* 104: 8113-8118.
- Riess, I.** 2007. On the single chamber solid oxider fuel cells. *Power Sources.* 1: 175.
- Sans, F. R.** 1999. Ingeniería ambiental: Contaminación y Tratamientos. 28 Edición. Marcombo Boixareu Editores. Barcelona España. 93-126.

- Sell, D.**, Kramer P. and Kreysa G. 1989. Use of anoxygen gas diffusion cathode and a threedimensional packed bed anode in a bioelectrochemical fuel cell. *Appl. Microbiol. Technol.* 31: 211-213.
- Stoodley, P.**, Debeer D., Longwell M., Nistico L., Hall-Stoodley L., Wenig B. and Krespi YP. 2009. Tonsillolith: not just a stone but a living biofilm. *Otolaryngol Head Neck Surg.* 141 (3): 316-21.
- Stoodley, P.**, Sauer K., Davies DG. and Costerton JW. 2002. Biofilms as complex differentiated communities. *Annu Rev Microbiol.* 56: 187-209.
- Sutherland, IW.** 2001. The biofilm matrix – an immobilized but dynamic microbial environment. *Trends Microbiol.* 9: 222–227.
- Torres, LG.**, Rojas N. and Iturbide R. 2004. Use of two-surfactants mixtures to attain specific HLB values for assisted TPH-diesel biodegradation. *Journal of Environmental Sciences.* 16 (6): 950-956.
- Torres, LG.**, Rojas N., Bautista G. and Iturbe R. 2005. Effect of temperatura, and surfactant's HLB and dose over the TPH diesel biodegradation process in aged soils. *Process Biochemistry.* 40: 3296-3302.
- Urrutia, I.**, Serra J. and Llama M. 1995. Nitrate removal from water by *Scenedesmus obliquus* immobilizes in polymeric foams. *Enzyme Microbiology Technology.* 17: 200–205.
- Wang, C.**, Chen W. and Huang R. 2010. Influence of growth curve phase on electricity performance of microbial fuel cell by *Escherichia coli*. *International Journal of Hydrogen Energy.* 35 (13): 7217-7223.

- Watanabe**, K. 2008. Recent Developments in Microbial Fuel Cell Technologies for Sustainable Bioenergy. *Journal of Bioscience and Bioengineering*. 23 (16): 528-536.
- Wolcott**, RD., Rhoads DD., Bennett ME., Wolcott BM., Gogokhia L., Costerton JW. and Dowd SE. 2010. Chronic wounds and the medical biofilm paradigm. *J. Wound Care*. 19 (2): 45-6.
- Xavier**, JB. and Foster KR. 2007. Cooperation and conflict in microbial biofilms. *Proc. Natl. Acad. Sci. U S A*. 104 (3): 876-81.
- Yuan**, Y., Ahmed J. and Kim S. 2011. Polyaniline/carbon black composite-supported iron phthalocyanine as an oxygen reduction catalyst for microbial fuel cells. *Journal of Power Sources*. 196 (12): 1103-1106.