



CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO
TECNOLÓGICO EN ELECTROQUÍMICA, S.C.

PRODUCCIÓN DE ENERGÍA EN UN REACTOR
BIOELECTROQUÍMICO

Tesis

QUE PARA OBTENER EL GRADO ACADÉMICO DE

Maestro en Ciencia y Tecnología
en la Especialidad de Ingeniería Ambiental

PRESENTA:

ITA. JUANA RUEDA RAMÍREZ



Santiago de Querétaro, Qro, México a agosto de 2021



c i d e t e q

Este trabajo fue realizado en el Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica S. C. (CIDETEQ), bajo la dirección de la Dra. Bibiana Cercado Quezada.

Resumen

El incremento de la población demográfica y las industrias han causado un aumento de la demanda de agua, y esto a su vez, la contaminación de ríos y lagos. Actualmente existen distintos tipos de tratamientos de aguas residuales, una de las opciones es el tratamiento de agua vía sistemas bioelectroquímicos, dentro de estos se encuentran las celdas de electrólisis microbianas (CEMs). Las CEMs son dispositivos que surgen como una alternativa para la producción de biocombustibles y simultáneamente para la degradación de contaminantes orgánicos presentes en las aguas residuales. Se han reportado una gran variedad de estudios utilizando diferentes sustratos, sin embargo son pocas las referencias de estudios con mezclas complejas, más aun utilizando lactosa como sustrato que resulta ser uno de los componentes de las aguas residuales de la industria láctea. El objetivo general de este trabajo fue degradar la mayor cantidad de materia orgánica y obtener la máxima producción de corriente mediante la operación de un reactor bioelectroquímico de una cámara con diferentes concentraciones de DQO provenientes de lactosa. Para ello se utilizó un reactor de una cámara con capacidad de 1 L. El ánodo y cátodo empleado fueron fieltro de carbón y malla de acero inoxidable, el electrodo de referencia fue Ag/AgCl. El sustrato/inóculo empleado fue lixiviado de composta al que se le adicionaron diferentes concentraciones de lactosa medida como DQO (6, 8 y 10 g L⁻¹), evaluándose cada concentración por duplicado. Se empleó un potencial fijo de ánodo 0.05 V/Ag/AgCl mediante un potencióstato. El reactor fue caracterizado mediante técnicas fisicoquímicas y electroquímicas para evaluar su desempeño. La mayor remoción de DQO (97.3 %) se obtuvo con una concentración de 8 g L⁻¹ de lactosa al igual que la mayor generación de corriente y producción de biogás. Se puede concluir que todas las mezclas probadas generan corriente, sin embargo se observó que a mayor concentración de lactosa menor producción de corriente, por lo que debe considerarse en un trabajo posterior un valor óptimo en la concentración de DQO para el desempeño del sistema.

Palabras clave: *celda de electrólisis microbiana, densidad de corriente, lactosa, técnicas electroquímicas.*

Agradecimientos

Primero agradezco a Dios por permitirme vivir esta experiencia maravillosa en la cual aprendí muchas cosas y conocí a personas extraordinarias.

A mi pequeña gran familia: mi esposo e hija que siempre están para apoyarme en las buenas y en las malas.

A mis padres y hermanas que me han enseñado que para lograr algo en la vida hay que pasar por muchos obstáculos pero sabiéndolo superar todo se puede lograr, les agradezco su apoyo a lo largo de mi vida que siempre han estado ahí para brindarme su apoyo incondicional.

A mi asesora la Dra. Bibiana Cercado por compartir conmigo sus conocimientos y tener la paciencia para aclararme siempre las dudas, sin su ayuda no habría sido posible la culminación del proyecto. Muchas gracias.

A mis co-asesores la Dra. Linda V. González y al Dr. Fernando Felipe Rivera por sus comentarios y sugerencias así como compartirme sus conocimientos.

A todos los maestros y doctores que me impartieron clases durante mi formación, gracias por compartir su conocimiento.

Finalmente a mis compañeros y amigos que hicieron de mi estancia en CIDETEQ una bonita aventura.

Al CIDETEQ por brindarme la oportunidad de estudiar un posgrado.

Al CONACYT por la beca brindada durante el desarrollo de la maestría, sin la cual no habría sido posible concluir satisfactoriamente mis estudios.

Este proyecto de tesis recibió apoyo del Fondo CONACYT-SENER-FSE (Proyecto 247006).

Tabla de contenido

Resumen	I
Agradecimientos	II
Lista de figuras	III
Lista de tablas	IV
1.- Introducción	1
2.- Marco teórico	2
2.1 Los sistemas bioelectroquímicos	2
2.2 Celda de electrólisis microbiana	2
2.3 Sustratos	2
3.- Marco metodológico	3
3.1 Reactor bioelectroquímico y evaluación del desempeño	3
3.2 Generalidades de las celdas de electrólisis microbiana	6
3.2.1 Funcionamiento de una CEM	6
3.2.2 Ánodo	6
3.2.3 Cátodo	7
3.2.4 Termodinámica de las CEMs	7
3.3 Ruta metabólica de lactosa	9
4.- Antecedentes	9
4.1 Diferentes sustratos utilizados en las celdas de electrólisis microbianas	13
4.2 Voltaje aplicado a las celdas	13
4.3 Diseños de las celdas de electrólisis microbianas	13
4.3.1 Sistema de dos cámaras	13
4.3.1.1 Reactores tipo H	14
4.3.1.2 Reactores tubulares concéntricos	14
4.3.1.3 Reactores tipo cubo de dos cámaras	14
4.3.2 Sistemas de cámara única	15
4.3.2.1 Reactores tipo cubo de una cámara	15
4.3.2.2 Reactores cilíndricos	15
4.3.2.3 Reactores tipo botella	15

4.4 Tipos de sustratos, voltajes aplicados y diseños de celda que se han investigado para la producción de gases	16
4.5 Condiciones particulares para la producción de metano.....	18
4.5.1 Producción de metano por vía biológica (digestión anaerobia, DA).....	18
4.5.1.1 Bases microbiológicas del proceso anaerobio.....	18
4.5.1.2 Principales parámetros de operación de la digestión anaerobia.....	19
4.5.1.3 Ventajas y desventajas del proceso de digestión anaerobia	21
4.5.1.4 Desempeño de la digestión anaerobia	22
4.5.2 Producción de metano por vía química.....	23
4.5.2.1 Hidrogenación del CO ₂ a metano.....	23
4.5.2.2 Metanización del CO ₂	23
4.5.3 Electrometanogénesis	24
4.5.3.1 Mecanismos de reacción	24
4.5.3.2 Factores que afectan la eficiencia de la electrometanogénesis	24
4.5.3.3 Desempeño de la electrometanogénesis	25
4.5.4 Bioelectrosíntesis de metano	26
4.5.4.1 Fundamentos electroquímicos.....	26
4.5.4.2 Efecto de la membrana de intercambio de protones (MIP) en el rendimiento de la electrosíntesis microbiana	27
4.5.4.3 Almacenamiento de energía en un SEM.....	28
4.5.4.4 Fuentes de CO ₂ al sistema de electrosíntesis microbiana	28
4.5.4.5 Desempeño de SEM.....	29
4.6 Fundamentos de la caracterización físico-química del sustrato.....	30
4.6.1 pH.....	30
4.6.2 Conductividad eléctrica.....	30
4.6.3 Temperatura	30
4.6.4 Demanda Química de Oxígeno (DQO).....	31
4.7 Fundamento de las técnicas electroquímicas	31
4.7.1 Voltamperometría cíclica (CV).....	31
4.7.2 Potencial a circuito abierto (OCV).....	31
4.7.3 Cronoamperometría (CA)	31

4.7.4 Voltamperometría de barrido lineal (LSV)	32
4.7.5 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	32
5.- Definición del problema y justificación	33
6.- Hipótesis	35
7.- Objetivos	35
7.1 General	35
7.2 Específicos	35
8.- Materiales y métodos	36
8.1 Fases para la realización del proyecto	36
8.2 Materiales y condiciones experimentales	38
8.2.1 Reactor	38
8.2.2 Electroodos	38
8.2.3 Sustrato/inóculo	38
8.2.4 Condiciones de operación	38
8.3 Análisis fisicoquímicos	39
8.4 Análisis electroquímicos	40
9.- Resultados y discusión	42
9.1 Comportamiento fisicoquímico	42
9.1.1 Efectos de pH en el sistema	42
9.1.2 Efecto de la conductividad eléctrica	43
9.1.3 Efecto de la temperatura	44
9.1.4 Remoción de demanda química de oxígeno	45
9.2 Comportamiento electroquímico	47
9.2.1 Potencial a circuito abierto	47
9.2.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica	50
9.2.4 Voltamperometría cíclica	55
9.2.5 Producción de densidad de corriente	59
9.3 Producción de gases	62
9.4 Desempeño general del sistema	64
10.- Conclusiones	68
11.- Recomendaciones	69

12.- Referencias bibliográficas	70
13.- Producción científica.....	78
14.- Anexos.....	82

Lista de figuras

Figura 1. Funcionamiento de una CEM (elaboración propia).....	6
Figura 2. Diseño del reactor tubular concéntrico (Krieg et al., 2018).....	14
Figura 3. Reactor tipo botella (Krieg et al., 2018).....	15
Figura 4. Fases de la digestión anaerobia modificado de Moreno et al., 2014.	18
Figura 5. Diseño de un reactor tipo H para un SEM, modificado de (Jeong Shin et al., 2017).....	27
Figura 6. Diagrama general de la metodología.	36
Figura 7. Secuencia de las técnicas electroquímicas durante todos los ensayos.	40
Figura 8. Potencial a circuito abierto producido al tiempo inicial.	48
Figura 9. Potencial a circuito abierto al término de la técnica de cronoamperometría.	49
Figura 10. Diagramas de Nyquist. Comparación de la distribución de las resistencias al tiempo inicial.	50
Figura 11. Diagramas de Nyquist. Comparación de la distribución de las resistencias en los ánodos al tiempo final. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.	51
Figura 12. Voltamperogramas al tiempo inicial de cada una de las pruebas alimentadas con lactosa. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.....	53
Figura 13. Voltamperogramas de cada una de las pruebas al tiempo final de la experimentación. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.	54
Figura 14. Voltamperogramas de los dos reactores repetición 1 (A) y repetición 2 (B). Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con 6 g L ⁻¹ de lactosa.	55
Figura 15. Voltamperogramas de los dos reactores repetición 1 (A) y repetición 2 (B). Electrodo de fieltro de carbón en lixiviados de composta adicionado con 8 g L ⁻¹ de lactosa.	57
Figura 16. Voltamperogramas de los dos reactores repetición 1 (A) y repetición 2 (B). Los ciclos fueron interrumpidos debido a limitaciones técnicas intrínsecas del equipo y medición. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con 10 g L ⁻¹ de lactosa.	58
Figura 17. Ensayos con mayores densidad de corriente a través del tiempo con voltaje aplicado de 0.05 V vs Ag/AgCl. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.	60

Figura 18. Cronoamperogramas obtenidos de todas las pruebas a través del tiempo experimental. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa y con voltaje aplicado de 0.05 V vs Ag/AgCl.....	61
Figura 19. Instalación anexa al birreactor para colección de biogás por el método de la probeta invertida.	62
Figura 20. Biogás colectado a diferentes concentraciones de lactosa durante el tiempo experimental en un reactor instalado con electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta a potencial de 0.05 V vs. Ag/AgCl.....	63
Figura 21. OCVs del RC y RS al tiempo inicial.	86
Figura 22. Espectros de Nyquist. Comparación del reactor RC y RS al tiempo inicial con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.	87
Figura 23. Voltamperogramas. Comparación entre el RS y RC iniciales, con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.	88
Figura 24. Voltamperogramas. Comparación entre el RS y RC al tiempo inicial, con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.	89
Figura 25. Densidad de corriente generada empleando 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa como sustratos.	90
Figura 26. OCV final del RS control sin voltaje aplicado. Durante la operación del reactor con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa como fuente de carbono.	91
Figura 27. Generación de corriente de las muestras empleadas como control.....	92

Lista de tablas

Tabla 1. Antecedentes de la producción de metano en sistemas bioelectroquímicos.	11
Tabla 2. Diferentes sustratos, voltajes aplicados y tipo de celda para la producción de gases.	16
Tabla 3. Desempeño de la digestión anaerobia a partir de distintos tipos de sustratos.	22
Tabla 4. Desempeño del proceso de electrometanogénesis.	25
Tabla 5. Desempeño del sistema de electrosíntesis microbiana.	29
Tabla 6. Resultados iniciales y finales de los análisis fisicoquímicos.	44
Tabla 7. Concentraciones iniciales y finales de DQO y porcentajes de remoción.	46
Tabla 8. Desempeño general del sistema.	67
Tabla A1. Resultados de los análisis fisicoquímicos de la operación del reactor con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.	85
Tabla A2. Caracterización inicial y final de la prueba empleada como control.	92

1.- Introducción

Debido al incremento de la población demográfica, así como la falta de cultura ecológica, se ha creado un estancamiento global por el cuidado del medio ambiente. Con el fin de aportar a su cuidado, diversos gobiernos han formado parte de los tratados internacionales, como por ejemplo la cumbre de Rio de 1992, el protocolo de Kyoto, la Agenda 21, por mencionar algunos. Muchas de las empresas privadas están buscando medidas de mitigación para remediar los efectos negativos sobre el ambiente, con el fin de contribuir a la disminución de la contaminación que ellas mismas generan.

Los centros de investigación e instituciones han estado trabajando en conjunto con las empresas privadas, generando nuevos conocimientos para combatir la contaminación y mejorar la eficiencia de algunas tecnologías, ya que éstas han sido superadas por la capacidad de respuesta humana. Por ello, las instituciones motivan a estudiantes para ser investigadores y proponer soluciones, teniendo cada día más especialistas en distintos rubros y contribuyendo al avance en las áreas requeridas.

Se han hecho investigaciones acerca de la producción de biogás con diferentes tecnologías, pero existe poca información acerca de investigaciones del aprovechamiento de efluentes de la industria láctea en comparación con otras industrias. Es por ello que el presente proyecto “Producción de energía en un reactor bioelectroquímico” tiene como objetivo principal degradar la mayor cantidad de materia orgánica y obtener la máxima producción de energía en forma de corriente bajo un potencial aplicado y biogás mediante la operación de un reactor bioelectroquímico con diferentes concentraciones de lactosa medida como DQO.

2.- Marco teórico

2.1 Los sistemas bioelectroquímicos

Los sistemas bioelectroquímicos (SBE) han atraído la atención de investigadores por ser sistemas en el que la energía química de la materia orgánica, en aguas residuales o biomasa, es convertida en otro tipo de energía como corriente eléctrica o biogás (Hatti-Kaulet al., 2016).

Los SBE se utilizaron inicialmente para la producción de electricidad, sin embargo, en años recientes se han empleado también para la producción de compuestos de interés como el hidrógeno, metano y etanol mediante electrosíntesis. La principal ventaja de estos sistemas es llevar a cabo una variedad de procesos simultáneamente (Paz-Mireles, 2016). Existen dos tipos principales de estos sistemas: las celdas de combustible microbiana (CCM) en las que las reacciones de oxidación y reducción son espontáneas, y las celdas de electrólisis microbianas (CEM), en las que se requiere un suministro de energía eléctrica para que se lleve a cabo las reacciones (Hatti-Kaul et al., 2016).

2.2 Celda de electrólisis microbiana

Las CEMs son un tipo de sistema bioelectroquímico al que se le proporciona energía eléctrica en forma de una diferencia de potencial entre ánodo y cátodo, o un potencial fijo a uno de los electrodos. Es un sistema no espontáneo al requerir de energía eléctrica para que ocurran las reacciones deseadas, sin embargo la energía que se le suministra es inferior a una celda electroquímica convencional, como es el caso para la producción de hidrógeno, por mencionar un ejemplo. El rendimiento del sistema depende de la cantidad de corriente que generen los microorganismos (O. Hamdan et al., 2014).

2.3 Sustratos

Energía en forma de corriente o biogás puede ser producida en las CEMs a partir de diferentes sustratos: orgánicos fermentables, no fermentables y aguas residuales. Por el tipo de sustratos que emplea esta tecnología, además de producir un biocombustible (biogás) se tiene como ventaja la remoción de materia orgánica de diversos tipos de efluentes, revalorizando los desechos que se generan diariamente (Paz, 2016).

3.- Marco metodológico

3.1 Reactor bioelectroquímico y evaluación del desempeño

En la instalación del sistema se coloca la celda de una cámara con capacidad de un litro, en un tripié acomodando el electrodo anódico, catódico y el electrodo de referencia dentro del reactor, se conectan los caimanes al potenciostato para la unir los electrodos y llevar a cabo la caracterización de las técnicas electroquímicas.

El lixiviado de composta es usado como sustrato/inóculo el cual es obtenido de composta comercial, el modo de preparación se realiza con 200 g de composta comercial y 600 mL de agua, se deja en agitación durante 24 horas, posteriormente se filtra y se obtiene el lixiviado para el inóculo y nutrientes minerales en el reactor.

El monitoreo del proceso de funcionamiento del sistema se lleva a cabo mediante la técnica electroquímica de cronoamperometría, la cual mide la generación de corriente con respecto al tiempo. En cuanto a la evaluación del desempeño del sistema se realizan los siguientes cálculos:

Rendimiento de biogás

La producción de biogás en un reactor de cámara simple se calcula usando la tasa promedio de producción de CH_4 como se indica en la ecuación 1 (Hou et al., 2015):

$$r_{CH_4} = \frac{V_{CH_4}}{Vt} = \frac{m^3}{m^3*d} \quad \text{Ecuación 1}$$

Dónde:

$$V_{CH_4} = \text{Volumen de } CH_4 \text{ colectado en un ciclo, } m^3$$

$$V = \text{Volumen líquido de la CEM de cámara simple, } m^3$$

$$t = \text{Tiempo de duración de un ciclo, } d$$

Eficiencia de remoción de DQO

Con la ecuación 2 se determina la eficiencia de remoción de DQO que se obtiene durante el proceso de digestión anaerobia (Aqiang Ding et al., 2016)

$$\text{Eficiencia DQOr (\%)} = \left(\frac{DQO_i - DQO_f}{DQO_i} \right) \times 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde DQO_i y DQO_f = valores de DQO iniciales y finales

Eficiencia coulombica

La eficiencia coulombica (EC, %) es calculada con base en la recuperación total de carga entre la carga proveniente del sustrato, como se muestra en la ecuación 2 a 5 (Cerrillo et al., 2017).

$$C_{exp} = \int_{t=0}^t I dt \quad \text{Ecuación 3}$$

$$C_{teo} = \frac{FbV\Delta DQO}{M} \quad \text{Ecuación 4}$$

$$EC = \frac{C_{exp}}{C_{teo}} * 100 \quad \text{Ecuación 5}$$

Dónde:

I = Corriente, A

dt = Intervalo de tiempo en el que se produce la corriente desde $t = 0$ a t final.

F = Constante de Faraday, $96,485 \frac{C}{mol e^-}$

M = peso molecular del aceptor de electron final, $O_2 = 32g/mol$

b = Número de electrones transferidos por mol de $O_2 = 8$

V = Volumen del líquido en el reactor de la cámara simple, L

ΔDQO = DQO removido, $\frac{g}{L}$

Q_{teo} = Carga teórica, C

Q_{exp} = Carga experimental, C

Eficiencia energética

La eficiencia energética (n_e) es calculada de acuerdo a la entrada de corriente eléctrica recuperada como metano como se indica en la ecuación 6 (Paz-Mireles et al., 2019; Segundo-Aguilar et al., 2021; Cerrillo et al., 2017).

$$n_e(\%) = \frac{mol_{CH_4} * \Delta G^\circ_{CH_4}}{V_{ap} * Q_{exp}} \times 100 = \frac{mol * \left(\frac{J}{mol}\right)}{V * C} = \frac{J}{J} \quad \text{Ecuación 6}$$

Donde:

mol_{CH_4} = Número de moles recuperados de metano durante un ciclo

$\Delta G^\circ_{CH_4}$ = Energía libre de Gibbs molar del CH_4 de la oxidación del O_2 a CO_2
= -817.97 kJ/mol

V_{ap} = Cantidad de voltaje aplicado, V

Q_{exp} = Carga experimental como la integral de la corriente en el tiempo

Un J es definido como un volt multiplicado por un Coulomb.

Consumo de energía

El consumo de energía (ecuación 7) fue calculado con base en la energía aplicada (mediante un potenciostato) y el volumen de metano cosechado como ha sido reportado anteriormente (Segundo-Aguilar et al., 2021).

$$E_{cons/CH_4} = \frac{V_{ap} * I_{m\acute{a}x} * (t_f - t_i)}{V_{CH_4}} = \frac{kW h}{mL} \quad \text{Ecuación 7}$$

Donde: E_{cons/CH_4} = Consumo de energía por recuperación de metano, $\frac{kWh}{mL}$

V_{ap} = Voltaje aplicado, V

$I_{m\acute{a}x}$ = Corriente máxima durante el tiempo experimental, A

t_f, t_i = Tiempo final y tiempo inicial de la experimentación, h

V_{CH_4} = Volumen de metano cosechado, mL

3.2 Generalidades de las celdas de electrólisis microbiana

3.2.1 Funcionamiento de una CEM

Los componentes de las CEMs constan de: cámara anódica, cámara catódica, membrana, inóculo, sustrato, ánodo, cátodo y fuente de poder, dependiendo del tipo de celda pueden o no estar constituidos por los elementos descritos. Los microorganismos puede provenir de un inóculo enriquecido con especies electroactivas, o bien, pueden estar presentes en el medio líquido de sustrato cuando se utilizan en efluentes de otro proceso, ya sea productivo o de tratamiento de aguas. Los microorganismos colonizan el ánodo y oxidan la materia orgánica descomponiéndola en dióxido de carbono, electrones (e^-) y protones (H^+) como parte de su metabolismo. Posteriormente ocurre el transporte de electrones de la célula microbiana hacia el ánodo, donde se transfieren a través de un circuito externo hasta llegar al cátodo (Carrera, 2018).

La Figura 1 esquematiza el funcionamiento de una celda de electrólisis microbiana.

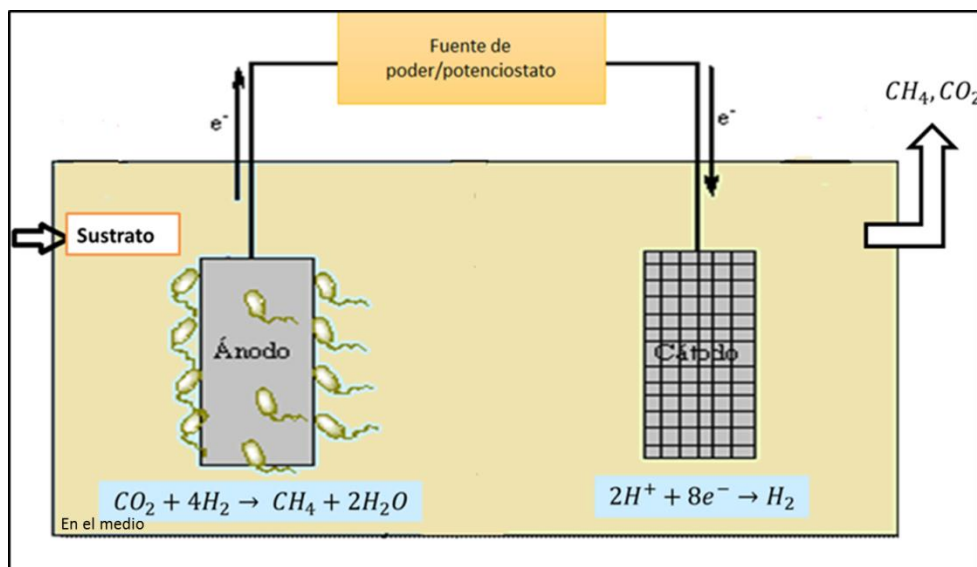


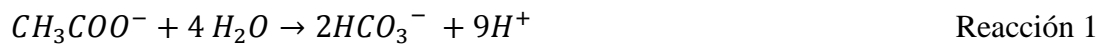
Figura 1. Funcionamiento de una CEM (elaboración propia).

3.2.2 Ánodo

En la superficie del ánodo se adhieren los microorganismos dando lugar a la formación de la biopelícula electroactiva, ya que ocurre una transferencia de carga que puede ser directa

o indirecta, desde el medio líquido hacia el electrodo la cual es medida por los microorganismos. La selección de ánodo es de vital importancia para el funcionamiento adecuado del sistema; existe una gran variedad de electrodos anódicos para las CEMs. Los electrodos base carbón son los más utilizados en los sistemas bioelectroquímicos debido a que poseen bajos potenciales además de costos accesibles, (Carrera, 2018). En el presente trabajo se utiliza un electrodo de filtro de carbón por la compatibilidad de las bacterias con los materiales carbonosos además de lo ya mencionado anteriormente.

La reacción 1 muestra la reacción anódica con acetato de sodio como sustrato modelo en el medio.



3.2.3 Cátodo

De igual forma, el cátodo es muy importante ya que es donde se llevan a cabo las reacciones de reducción que dan origen al producto de valor. Se requiere utilizar catalizadores para promover las reacciones sobre electrodos metálicos como acero inoxidable y aleaciones de níquel entre otros.

Un ejemplo de reacción de reducción sobre el cátodo que ocurre para la producción de hidrógeno se presenta en la reacción 2 (Rousseau et al., 2020).



3.2.4 Termodinámica de las CEMs

Los microorganismos juegan un papel importante en los sistemas bioelectroquímicos debido a que la oxidación de los compuestos orgánicos consume menos energía que la oxidación de una molécula de agua, gracias a la intervención de la población microbiana (Rousseau et al., 2020). Sin embargo se requiere previamente el cálculo de energía que se necesita suministrar al sistema para que ocurran las reacciones.

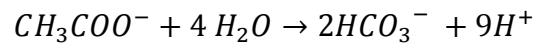
Si se toma como ejemplo el sustrato modelo (acetato) bajo condiciones biológicas estándar (T=25 °C, P=1 bar, pH=7, 5 Mm de bicarbonato) y considerando la reacción 1, se puede

determinar el potencial de equilibrio teórico (E_{eq}), (ecuación 8), que se requiere para oxidar 1 g L^{-1} de acetato, el cual se calcula mediante la ecuación de Nernst. Como se mencionó anteriormente, se requiere conocer las reacciones que se llevan a cabo en el ánodo y en el cátodo (Yasri et al., 2019).

$$E_{eq} = E_{\text{ánodo}} - E_{\text{cátodo}}$$

Ecuación 8

Reacción de oxidación llevada a cabo en el ánodo:



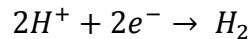
$$E^0_{\text{ánodo}} = 0.187 \text{ V}$$

$$E_{\text{ánodo}} = E^0_{\text{ánodo}} - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[\text{CH}_3\text{COO}^-]}{[\text{HCO}_3^-]^2 [\text{H}^+]^9}$$

Ecuación 9

$$E_{\text{ánodo}} = 0.187 - \frac{\left(8.31 \frac{\text{J}}{\text{mol K}}\right) (298.15 \text{ K})}{8 \left(96485 \frac{\text{C}}{\text{mol}}\right)} \ln \frac{[0.0169]}{[0.005]^2 [10^{-7} \text{ M}]^9} = -0.300 \text{ V}$$

Reacción de reducción que se lleva a cabo en el cátodo:



Reacción 3

$$E^0_{\text{cátodo}} = 0.0 \text{ V}$$

$$E_{\text{cátodo}} = E^0_{\text{cátodo}} - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[\text{H}_2]}{[\text{H}^+]^2}$$

Ecuación 10

$$E_{\text{cátodo}} = 0.0 - \frac{\left(8.31 \frac{\text{J}}{\text{mol K}}\right) (298.15 \text{ K})}{2 \left(96485 \frac{\text{C}}{\text{mol}}\right)} \ln \frac{[1]}{[10^{-7} \text{ M}]^2} = -0.414 \text{ V}$$

Calculando el potencial de equilibrio mediante la ecuación 8 se obtiene:

$$E_{eq} = (-0.300 \text{ V}) - (-0.414 \text{ V}) = \mathbf{0.114 \text{ V}}$$

El potencial calculado es un valor teórico y el resultado indica que la celda electrolítica requiere una energía externa de 0.114 V, con la producción de hidrógeno en el cátodo para que ocurran las reacciones.

3.3 Ruta metabólica de lactosa

La materia orgánica en los sistemas bioelectroquímicos puede seguir distintas rutas metabólicas de acuerdo al sustrato que se utiliza. Para este proyecto se utilizó lactosa la cual es un disacárido formado por una molécula de galactosa y una de glucosa. Para la degradación de este disacárido se necesita la enzima lactasa (β -galactosidasa), esta causa la hidrólisis del enlace β -1,4 de la lactosa convirtiéndolos en moléculas separadas una de glucosa y otra de galactosa. Después los microorganismos homolácticos (por ejemplo: *Lactobacillus*) se encargan de descomponer estas dos moléculas convirtiéndolos en lactato para que posteriormente los microorganismos fermentativos reduzcan el lactato resultando en los productos H_2 , CO_2 y AGVs, principalmente ácido acético, propiónico y butírico, (W. Hickey et al., 1986; Thompson, 1979; Poolman, 1993; Asunis et al., 2020).

4.- Antecedentes

Los estudios reportados en la literatura relacionados con el tema de investigación planteado en este trabajo se centran en la producción de metano en celdas de electrólisis microbianas, así como también en elementos de su instalación, el uso de electrodos, los tipos de sustratos y los valores de voltaje aplicado. Ding et al., 2015, investigaron el impacto del voltaje aplicado en la generación de metano y la actividad microbiana en una CEM de dos cámaras la cual fue inoculada con lodo residual, alimentada con acetato de sodio (cámara anódica) y sacarosa (cámara catódica). Los autores encontraron una variación en el rendimiento de metano con respecto a los diferentes voltajes aplicados.

Cai et al., 2016, realizaron la mejora de la producción de metano en una CEM de dos cámaras utilizando como sustrato acetato (cámara anódica) y glucosa (cámara catódica) con un voltaje aplicado entre el ánodo y el cátodo de 0.8 V, con un tiempo de retención hidráulico de 24 h operado a 25 °C durante 24 días. La instalación se realizó mediante un cátodo independiente en un reactor anaeróbico integrado con electrólisis microbiana, así el sistema fue una CEM-DA en forma de cilindro, operando en modo continuo obtuvieron un mayor rendimiento de metano y mayor remoción de DQO.

Choi et al., 2017, estudiaron un reactor de cámara simple integrado con digestión anaerobia

utilizando como inóculo un efluente de digestión anaerobia alimentada con glucosa. Al aplicar cuatro diferentes voltajes, se llegó a la conclusión de que al aumentar el voltaje aplicado de 0.5 V a 1 V aumentaba también la generación de corriente, sin embargo, con un voltaje mayor a 1 V la generación de metano decayó. Esto indica que el voltaje aplicado afecta significativamente el transporte de electrones entre los electrodos y la formación de metano.

Moreno et al., 2016, investigaron el tratamiento de aguas residuales domésticas en paralelo a la producción de metano en un reactor de cámara simple teniendo como ánodo fieltro de carbón y acero inoxidable como cátodo. En este trabajo se realizó una comparación entre agua residual doméstica y agua sintética; la aplicación de 1 V redujo el tiempo requerido para obtener la eliminación parcial de acetato en un 50%. Los resultados también sugieren que la metanogénesis hidrogenotrófica reduce la incidencia de actividad homoacetogénica, mejorando así el rendimiento general de la CEM.

Bo et al., 2014, realizaron el acoplamiento de la CEM y la digestión anaeróbica, en un reactor de acero inoxidable de una sola cámara en forma de barril. Los autores encontraron que el proceso acoplado logró un contenido de CH_4 superior al 98% y un rendimiento de CH_4 tres veces mayor en comparación con la digestión anaeróbica convencional. Adicionalmente, la tasa de eliminación de DQO se triplicó y la recuperación de carbono aumentó en un 56.2%.

Los antecedentes de las investigaciones más relevantes para la comparación con el presente trabajo se resumen en la tabla 1.

Tabla 1. Antecedentes de la producción de metano en sistemas bioelectroquímicos.

Tipo de celda	Equipo	Sustrato	Voltaje	Ánodo/cátodo	Producción de CH ₄	Referencias
Una cámara	Fuente de poder (DC Power Supply GPD-4303S, Taiwan) y un multímetro (2700; Keithley Instruments, Inc.)	Lodos activados crudos y enriquecidos con acetato	0.4-1.0 V vs Ag/AgCl (potencial ánodo)	Filtro de carbón/malla de acero inoxidable	340 mL	(Bo et al., 2014)
Dos cámaras	Potenciostato (VSP, Bio-Logic, Grenoble, France)	Lodo granular alimentado con metanol	-0.5 V vs Ag/AgCl (Potencial cátodo)	Grafito granular/malla de acero inoxidable	0.23 m ³ /m ³ d	(Cerrillo et al., 2017)
		Lodo granular alimentado con lechada de cerdo		Filtro de carbón/grafito granular	0.45 m ³ /m ³ d	(Cerrillo et al., 2018)
Dos cámaras	Potenciostato (BAS Epsilon, Bioanalytical systems, Inc., USA)	Agua residual municipal enriquecida con acetato	0.5 V (potencial ánodo)	Filtro de carbón/platino cubierto de titanio (placa perforada)	145.8 μmol	(Chae et al., 2010)
Una cámara	Fuente de poder (Hwasung electronics Co., Korea). Potenciostato (Versastat 3, USA)	Efluente de una PTAR enriquecido con glucosa	0.5-1.5 V vs Ag/AgCl	Fibra de carbono/alambre de acero inoxidable	218.5 mL	(Choi et al., 2017)
Dos cámaras	Máquina de adquisición de datos (máquina con multímetro digital integrado) (Agilent 34970A, USA).	Lodo de una PTAR enriquecido con acetato de sodio y sacarosa	0.4-2.0 V de celda)	Filtro de carbón/filtro de carbón	62.8 mL	(Ding et al., 2015)

Tabla 1. Continuación de antecedentes de la producción de metano en sistemas bioelectroquímicos.

Tipo de celda	Equipo	Sustrato	Voltaje	Ánodo/cátodo	Producción de CH ₄	Referencias
Una cámara	Fuente de poder (IT6720, Itech, China) Estación de trabajo electroquímico (CHI660C, CHInstruments, Inc. Shanghai, China)	Agua residual láctea enriquecida con acetato	0.7-1.3 V (voltaje de celda)	Tela de carbón/espuma de Ni	0.17 m ³ /m ³ d	(Hou et al., 2015)
Una cámara	Fuente de poder ajustable (BK Precisión 9120)	Agua residual doméstica y medio sintético	1.0 V (voltaje de celda)	Fieltro de carbón/placa de acero inoxidable	178 mL	(Moreno et al., 2016)
Una cámara	Fuente de poder (Hwasung Electronics Co., Republic of Korea). Potenciostato (Versastat 3, USA)	Lodo de una PTAR enriquecido con acetato de sodio	0.5-1.5 V vs Ag/AgCl (potencial cátodo)	Escobillas de carbón/alambre de acero inoxidable.	166.14 mL	(Flores Rodríguez et al., 2019)
Dos cámaras (CCM)	Multímetro digital (aplav vc97)	Agua residual láctea	-----	Placa de grafito/ Placa de grafito	-----	(Elakkiya & Matheswaran, 2013)
Dos cámaras (CCM)	Multímetro digital (Model 2700, Keithley Instruments Inc, Cleveland, OH, USA).	Agua residual de la industria láctea	-----	Placa de grafito/ Placa de grafito	-----	(Jafari Mansoorian, Hossein Mahvi, Jonidi Jafari, & Khanjani, 2016)

4.1 Diferentes sustratos utilizados en las celdas de electrólisis microbianas

La producción de corriente que se genera en una CEM es dependiente de la naturaleza de la materia orgánica, la concentración y la composición química de los componentes orgánicos (Sharma et al., 2019). El sustrato es un factor importante en este tipo de sistema para la producción de metano; generalmente se utilizan compuestos de carbono orgánico como por ejemplo glucosa, acetato, lactosa, caseína, proteínas, además de aguas residuales. El acetato es un tipo de sustrato ampliamente utilizado debido a que da lugar al mejor desempeño en sistemas bioelectroquímicos microbianos.

4.2 Voltaje aplicado a las celdas

Para el caso de las celdas de electrólisis microbianas, las reacciones para la producción de metano no son espontáneas, es decir, para que ocurra la reacción se debe suministrar una fuente de energía externa. El polo positivo de la fuente de poder es conectado al ánodo y el polo negativo al cátodo. El voltaje aplicado es uno de los factores cruciales para el rendimiento del sistema en cuanto a la producción de metano (Choi et al. 2017; Ding et al. 2016). En la operación real de las CEM se ha observado que se requiere un voltaje mínimo de 0.3 V y mayor a este si se desea mejorar el rendimiento. Además para el desarrollo del proceso mediante CEM se requiere mejorar la producción de metano sin aumentar el voltaje aplicado (Kim et al., 2015; Liu et al., 2012).

4.3 Diseños de las celdas de electrólisis microbianas

4.3.1 Sistema de dos cámaras

Los sistemas de electrólisis microbiana típicamente desarrollados presentan dos compartimentos, el anódico y catódico los cuales están separados por una membrana. El uso de la membrana conlleva una mayor resistencia interna, pero ayuda a mantener la pureza del gas producido en cada cámara, así como a evitar la difusión de los productos entre los compartimentos (Liu et al., 2012; Krieg et al., 2018). Existe una gran variedad de este tipo de sistemas, los cuales se describen en los siguientes párrafos.

4.3.1.1 Reactores tipo H

Se componen de dos cámaras generalmente dos botellas de vidrio separadas por una membrana. Este diseño de sistemas son ideales para realizar investigaciones preliminares y estudios para evaluar los tipos de membranas o electrodos (Krieg et al., 2018).

4.3.1.2 Reactores tubulares concéntricos

En este diseño la cámara anódica se coloca dentro de la cámara catódica, las cámaras se encuentran separadas por un tubo de vidrio cilíndrico, generalmente en la parte inferior de la cámara anódica se encuentra la membrana de intercambio catiónico. En la figura 2 se puede observar el diseño del reactor de este tipo.

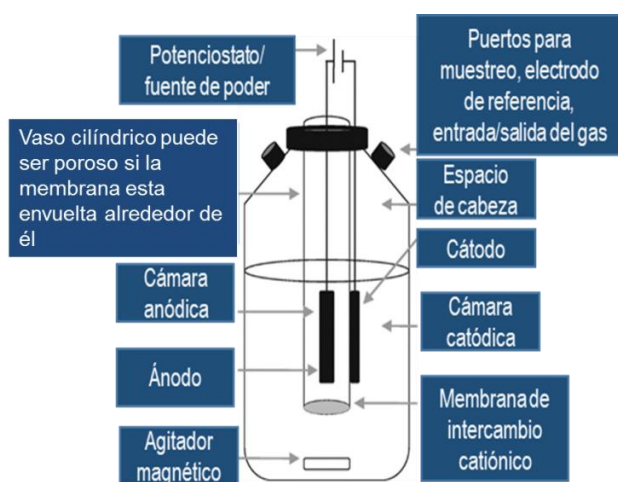


Figura 2. Diseño del reactor tubular concéntrico (Krieg et al., 2018).

La configuración del reactor tubular concéntrico es más fácil de construir y requiere menos espacio en comparación con los reactores tipo H, el acomodo de los electrodos hace disminuir la resistencia interna del sistema.

4.3.1.3 Reactores tipo cubo de dos cámaras

Los reactores tipo cubo o cilíndrico de dos cámaras son relativamente semejantes a los reactores tipo H, se diferencian en que las dos cámaras son cilíndricas o planas en forma de discos obtenido del tallado de los materiales. Se requiere de un tubo para la salida del gas debido a que no cuenta con un volumen para almacenamiento de gas dentro de la cámara.

4.3.2 Sistemas de cámara única

Los sistemas de electrólisis microbiana de cámara única se desarrollaron recientemente, en ellos se omite la membrana de intercambio iónico con el objetivo de eliminar los problemas relacionados con su instalación, como son la obstrucción por depósitos sobre el material, su degradación y su alto costo. En términos de escalamiento, el sistema de una sola cámara puede ser la mejor opción gracias a que el sistema no requiere de membrana. En los sistemas de cámara única el aislamiento de los electrodos se realiza mediante separadores con fin de evitar cortos circuitos. En las siguientes secciones se describen diversos sistemas dentro de esta la clasificación (Liu et al., 2012; Krieg et al., 2018).

4.3.2.1 Reactores tipo cubo de una cámara

Uno de los primeros reactores de cámara única se desarrolló a partir del reactor tipo cubo. Su diseño sin membrana no evita el cruce de compuestos químicos pero son fáciles de manejar por lo que son usados para experimentos a gran escala.

4.3.2.2 Reactores cilíndricos

Son similares a los reactores cilíndricos concéntricos, una desventaja del sistema es que el material usado en el ánodo no puede ser usado para futuras investigaciones. Además por el diseño cilíndrico las zonas muertas durante el mezclado son menores comparado con los reactores tipo cubo.

4.3.2.3 Reactores tipo botella

Es este sistema ambos electrodos se colocan en una botella, no se encuentran fijos, lo cual disminuye la reproductibilidad y la capacidad de control de los experimentos. Sin embargo, este diseño se puede construir en corto tiempo y sin altos costos, como se observa en la figura 3.

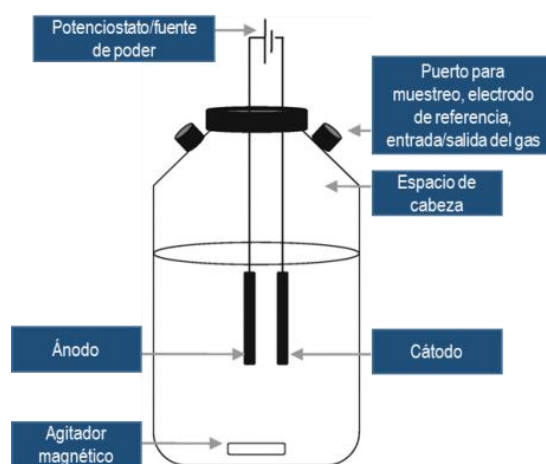


Figura 3. Reactor tipo botella (Krieg et al., 2018).

4.4 Tipos de sustratos, voltajes aplicados y diseños de celda que se han investigado para la producción de gases

En la tabla 2 se presentan algunos tipos de sustratos utilizados para la generación de gases, así como los diferentes voltajes a los cuales ha operado el sistema, además del diseño de celda en el que se ha utilizado.

Tabla 2. Diferentes sustratos, voltajes aplicados y tipo de celda para la producción de gases.

Sustrato	Voltaje aplicado	Tipo de celda	Referencias
Lodos activados crudos y enriquecido con acetato	0.4-1.4 V (potencial ánodo)	Una cámara	(Bo et al., 2014)
Residuos de lodo de una PTAR enriquecido con acetato y glucosa	0.8 V (voltaje de celda entre ánodo y cátodo)	Dos cámaras	(Cai et al., 2016)
Lechada de cerdo enriquecida con metanol	-800 mV (potencial cátodo)	Dos cámaras	(Cerrillo et al., 2017)
Agua residual municipal alimentada con acetato	0.5 V (potencial ánodo)	Dos cámaras	(Chae et al., 2010)
Efluente de una PTAR enriquecido con glucosa	0.5, 0.7, 1.0, 1.5 V	Una cámara	(Choi et al., 2017)
Lodo de una PTAR enriquecido con acetato de sodio y sacarosa	0.4, 0.6, 0.8, 1.0, 2.0 V (voltaje de celda)	Dos cámaras	(Ding et al., 2016)
Lodo de una PTAR	0.3 y 0.6 V (voltaje de celda)	Una cámara	(Feng et al., 2014)
Lodo residual de una PTAR	0.5, 1.0, 1.5 V (potencial cátodo)	Una cámara	(Flores-Rodríguez et al., 2019)
Lodo activado de una PTAR	1.4 y 1.8 V (voltaje de celda)	Una cámara	(Guo et al., 2013)

Tabla 2. Continuación diferentes sustratos, voltajes aplicados y tipo de celda para la producción de gases.

Sustrato	Voltaje aplicado	Tipo de celda	Referencias
Agua residual de una cervecería alimentado con acetato de sodio	0.8 V (voltaje de celda)	Una cámara	(Guo et al., 2016)
Aguas residuales lácteas enriquecido con acetato	0.7 a 1.3 V (voltaje de celda)	Una cámara	(Hou, et al., 2015)
Agua residual doméstica y medio sintético	1.0 V (voltaje de celda)	Una cámara	(Moreno et al., 2016)
Lodos residuales	-550 mV y 650 mV (potencial ánodo)	Dos cámaras	(Siegert et al., 2014)
Lodos activados de una PTAR	0.6 V (voltaje de celda)	Una cámara	(Sun et al., 2015)
Lodos activados	-100 mV, -150 mV y -200 mV (potencial ánodo)	Dos cámaras	(Villano et al., 2016)

Se han probado distintos voltajes con el propósito de determinar el impacto que tiene sobre la generación de H₂ o CH₄ así como el efecto que tiene sobre los microorganismos durante el proceso (Ding et al., 2016). De igual manera la cantidad de sustrato, el voltaje aplicado son variables determinantes para el buen funcionamiento del sistema. La selección del voltaje para una celda va depender del voltaje que genere el sistema, esto puede corroborarse mediante ecuaciones termodinámicas (no siempre los valores son iguales), como por ejemplo a través de la determinación de energía libre de Gibbs para la formación de los productos. En cuanto a la concentración de sustrato depende de los componentes que integran la celda, así como el producto deseado u objetivo del proyecto. Para determinar si estos parámetros son los adecuados para la CEM, se determina en el desempeño del sistema de acuerdo a las ecuaciones descritas en la sección 3.1.

4.5 Condiciones particulares para la producción de metano

4.5.1 Producción de metano por vía biológica (digestión anaerobia, DA)

El proceso de digestión anaerobia se lleva a cabo mediante una serie de reacciones químicas que para la producción de metano involucra 4 etapas: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis. La figura 4 muestra el proceso general de digestión anaerobia.

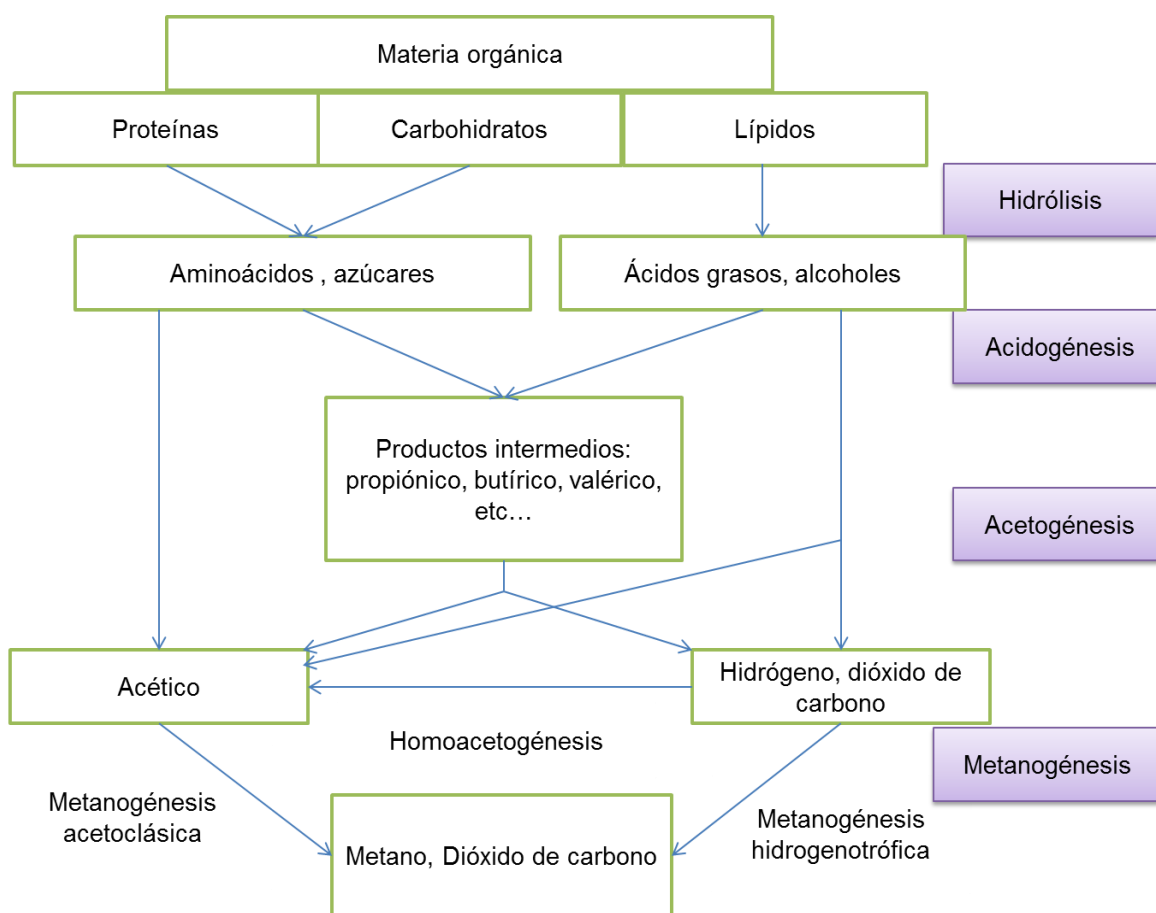


Figura 4. Fases de la digestión anaerobia modificado de Moreno et al., 2014.

4.5.1.1 Bases microbiológicas del proceso anaerobio

El proceso de digestión anaerobia se lleva a cabo por un gran número de microorganismos en ausencia de oxígeno que trabajan en conjunto para degradar la materia orgánica en etapas sucesivas.

Hidrólisis: es la primera etapa de digestión anaerobia en el cual las moléculas orgánicas complejas como carbohidratos, proteínas y lípidos son convertidas en moléculas simples (Sevcan, 2017).

Acidogénesis: también conocida como fermentación, esta etapa es el resultado de la etapa 1 en la que los azúcares simples y aminoácidos son convertidos en ácidos orgánicos. Los ácidos grasos volátiles (AGV) más comunes son el acetato, el propionato y el butirato, estos dependen de la cantidad y tipo de efluente alimentado.

Acetogénesis: las bacterias llamadas acetogénicas sintróficas son las encargadas de convertir en acetato los productos finales de la etapa acidogénica, mediante dos rutas: la primera es deshidrogenación acetogénica, producen acetato a partir de los AGV, lactato, propionato y alcoholes. La segunda es hidrogenación acetogénica en el que las bacterias sintetizan el acetato a partir del hidrógeno y dióxido de carbono (Moreno et al., 2014).

Metanogénesis: esta etapa se lleva a cabo por bacterias metanogénicas encargadas de la eliminación de productos finales de la etapa acetogénica y de la generación de metano. Se conocen dos grupos de microorganismos para la generación de metano: las metanógenas hidrogenotróficas son las que consumen H_2 , CO_2 y ácido fórmico. Y las metanógenas acetoclásicas son las que consumen acetato, etanol y metilaminas. La presencia de las metanógenas hidrogenotróficas y acetoclásicas es fundamental durante el proceso general de digestión anaerobia ya que son los responsables de consumir el hidrógeno producido en fases previas además, ayudan a mantener la presión parcial en niveles adecuados para favorecer la producción del acetato.

4.5.1.2 Principales parámetros de operación de la digestión anaerobia

Con el fin de controlar la actividad microbiológica y las condiciones ambientales existen diversos parámetros de operación que permiten manejar el proceso en un reactor anaerobio.

Temperatura: es un factor crucial para el proceso de digestión anaerobia ya que de este parámetro dependen las velocidades de reacción de las bacterias involucradas en el proceso de degradación. Además dependiendo del rango de temperatura en el que se desarrollen las

bacterias se pueden distinguir los siguientes tipos (Vivanco et al., 2005; Lorenzo Acosta & Obaya Abreu, 2005):

- Bacterias psicrófilas (hasta los 25 °C, bajo grado de actividad metanogénica)
- Bacterias mesófilas (32 a 42 °C, grado de actividad mediano)
- Bacterias termófilas (50 a 57 °C, grado de actividad alto).

pH: el proceso de descomposición anaerobia de la materia orgánica debe de llevarse a cabo en un rango de entre 6.8-7.5. Las bacterias acetogénicas y metanogénicas son extremadamente sensibles a altos valores de acidez. Un pH menor a 6.5 implica acidificación en el reactor lo que conlleva a una inhibición de las bacterias metanogénicas (Vivanco et al., 2005; Amani et al., 2010).

Concentración de oxígeno: el oxígeno es tóxico para las bacterias metanogénicas. En caso del ingreso de oxígeno al reactor, las bacterias hidrolíticas y acidogénicas se encargan de consumirlo ya que estas pertenecen a las bacterias facultativas, de no ser eliminado del reactor se ponen en peligro las bacterias metanogénicas (Vivanco et al., 2005).

Relación de nutrientes: el nitrógeno y el fósforo son los nutrientes principales por todos los microorganismos en el proceso de digestión anaerobia, aunque están los micronutrientes como cobalto, hierro, níquel, sodio, magnesio entre otros, requeridos en pequeñas cantidades por algunos microorganismos. La materia orgánica que es degradada por los microorganismos requiere una relación adecuada de nutrientes para su desarrollo. La carencia de algún nutriente puede provocar una disminución en la actividad microbiana y esto trae como consecuencia una disminución en la producción de metano (Vivanco et al., 2005; Amani et al., 2010).

Compuestos inhibidores: la disminución de la población microbiana y la producción de metano así como la desaparición del H₂, la acumulación de los AGVs y la reducción del pH con lleva a la inhibición en el proceso de digestión anaerobia. De igual forma los metales pesados forman parte de los compuestos que en altas concentraciones afectan el proceso de DA (Amani et al., 2010; Vivanco et al., 2005).

Tiempo de residencia hidráulico (TRH): es la cantidad de tiempo promedio que los sustratos permanecen en el reactor, en procesos de flujo continuo. El TRH se calcula de la

siguiente manera: $TRH = \frac{V}{Q_E}$ donde V es el volumen neto del reactor (m^3) y Q_E es el caudal volumétrico de entrada ($m^3 d^{-1}$). De los 20 a 30 días ocurre la mayor degradación de la materia orgánica en un proceso por lotes. A partir de ahí decae asintóticamente la degradación de los sustratos. El TRH puede cambiar de un día a otro de acuerdo al tipo de sustrato o cambiar en cuanto a las estaciones del año en función de la temperatura (Vivanco et al., 2005; Amani et al., 2010).

Grado de mezcla del reactor: el efecto de la duración y la intensidad de agitación en los procesos de DA son contradictorios. La estrategia de mezclado puede realizarse de diferentes maneras por ejemplo mezcla continua, intermitente, mínima. La actividad biológica depende del contacto entre los microorganismos y la materia orgánica, es por esta razón que el sustrato debe tener una mezcla suficiente y no debe haber separación de las poblaciones microbianas, en la práctica es común utilizar agitadores de rotación lenta y mezclas discontinuas o por lotes en intervalos de tiempo, en general el mezclado no debe ser intensivo pero si lo suficiente para asegurar la mezcla completa (Amani et al., 2010; Vivanco et al., 2005).

Potencial de oxidación-reducción (redox): en un proceso de digestión anaerobia para asegurar el crecimiento de las poblaciones metanogénicas se requiere un potencial inferior a -300 mV (Amani et al., 2010).

4.5.1.3 Ventajas y desventajas del proceso de digestión anaerobia

Las aguas residuales provenientes de las empresas agroindustriales poseen un alto contenido de materia orgánica, los cuales ayudan al realizar un tratamiento anaerobio comparado con algún otro tipo de tratamiento. Algunas ventajas del proceso de DA son descritas a continuación (Lorenzo Acosta & Obaya Abreu, 2005; Mejía, 1996):

- Bajo consumo de energía comparado con el tratamiento aerobio.
- La mayor parte de la materia orgánica se degrada convirtiéndose en biogás.
- Baja producción de lodos, los cuales son estabilizados durante el proceso y fácilmente se puede llevar a secado mediante gravedad. El abono a las tierras para recuperar la fertilidad es uno de las aplicaciones en cuanto al lodo.

- La materia orgánica removida durante el proceso de digestión anaerobia se encuentra entre el 60 y 80% según el tipo de agua residual.
- Gracias al sistema cerrado se evitan los malos olores

Desventajas

- Las reacciones bioquímicas dentro del sistema son lentos.
- Son susceptibles a algunas condiciones ambientales (temperatura, pH entre otros).
- Se requiere un largo plazo para el arranque de los sistemas.

4.5.1.4 Desempeño de la digestión anaerobia

En la tabla 3 se presentan algunos factores considerados para evaluar el desempeño del sistema de digestión anaerobia en diferentes tipos de sustratos.

Tabla 3. Desempeño de la digestión anaerobia a partir de distintos tipos de sustratos.

Sustrato	% de remoción de DQO	% en volumen de metano	Referencias
Lodos digeridos (se añadió una mezcla gaseosa de H ₂ y CO ₂)	-----	97.9 %	(Burkhardt & Busch, 2013)
Residuos de alimentos y aguas residuales domésticas	88.2 %	65 %	(Chuen Chan et al., 2018)
Estiércol de pollo con adición de oligoelementos (Co, Se, W, Mo, Ni, Fe)	-----	39.5 %	(Molaey et al., 2018)
Heces y orina de ganados (usando nanopartículas de Co, Ni, Fe, Fe ₃ O ₄)	-----	79%	(Abdelsalam et al., 2016)

4.5.2 Producción de metano por vía química

El metano producido químicamente es conocido también como reacción de Sabatier, en honor a la persona que lo descubrió. En donde el dióxido de carbono y el hidrógeno molecular son convertidos a metano y agua, como se puede apreciar en la reacción 4.



El CO₂ se puede metanizar a altas temperaturas y presiones (a 573 K y 50-200 bares) con una entalpia de reacción igual a -165 kJ mol⁻¹ (Grazia , 2016).

4.5.2.1 Hidrogenación del CO₂ a metano

La hidrogenación del CO₂ a metano es un proceso de reacción exotérmica el cual es favorecido termodinámicamente a una temperatura de reacción más baja, sin embargo se requiere de un catalizador para acelerar la velocidad de reacción.

La hidrogenación del CO₂ a metano depende de la disponibilidad de fuentes de hidrógeno y dióxido de carbono. El hidrógeno requerido para los procesos de hidrogenación del CO₂ debe provenir de recursos renovables como por ejemplo la gasificación de biomasa, energía eólica, entre otros. En el caso de la fuente de CO₂ existen muchos procesos industriales como las cementeras y refinerías que emiten este tipo de gas que fácilmente se pueden equipar para la captura del CO₂ (Ashok et al., 2020).

4.5.2.2 Metanización del CO₂

La metanización del CO₂ se realiza entre 200 °C y 400°C, teniendo estas condiciones de reacción, se forman además de la reacción 4 otras reacciones secundarias, como la formación de carbono (reacción 5), y el desplazamiento inverso de agua-gas (reacción 6).

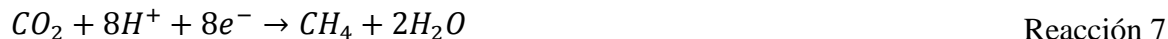


La metanización del CO₂ también se puede llevar a cabo a presión atmosférica y bajas temperaturas, la conversión del CO₂ es cambiante debido a la alta estabilidad de la molécula del CO₂ comparados con los productos que se obtienen (Ashok et al., 2020).

4.5.3 Electrometanogénesis

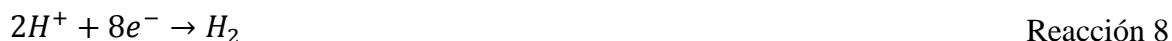
La electrometanogénesis es una tecnología derivada de las CEM en el que utiliza a los microorganismos como biocatalizadores para convertir la energía eléctrica y el dióxido de carbono a metano. Su principio de funcionamiento en un reactor de cámara única se basa en la oxidación de la materia orgánica por los microorganismos electroquímicamente activos y los electrones transferidos al ánodo, los electrones se transportan al cátodo a través de un circuito externo, ahí las bacterias metanogénicas que se encuentran unidas a la superficie utilizan los electrones provenientes del cátodo reduciendo el CO₂ a CH₄ (Liao et al., 2018).

La producción de metano ocurre a partir del CO₂, electrones y protones como se ilustra en la reacción 7 (Liebetrau et al., 2017).



4.5.3.1 Mecanismos de reacción

Los mecanismos de reacción del proceso de electrometanogénesis ocurren por dos vías la primera es la transferencia directa de electrones (reacción 7), esta vía puede lograr la electrometanogénesis de CO₂ aceptando electrones del cátodo directamente. Y la segunda es la transferencia indirecta de electrones (reacción 8 y 9), este tipo de transferencia puede usar el H₂ para la reducción de CO₂.



Las vías de transferencia de electrones son consideradas como el factor más importante que afecta la electrometanogénesis del CO₂. La eficiencia de la electrometanogénesis también es afectada por la forma en que los microorganismos electroactivos que colonizan el biocátodo usan los electrones, ya sea transferencia de electrones directa e indirecta (Zhang et al., 2019).

4.5.3.2 Factores que afectan la eficiencia de la electrometanogénesis

Potencial catódico

En los sistemas de electrometanogénesis los microorganismos que se encuentran adheridos al biocátodo utilizan los electrones transferidos del ánodo al cátodo para convertir el CO₂ a CH₄.

Como principal fuente de energía el potencial catódico juega un papel importante en el desempeño de la electrometanogénesis. De acuerdo a investigaciones que se han realizado se puede decir que el potencial que requiere el sistema va depender del diseño del reactor, tipo de inóculo así como materiales de electrodos (cátodo).

Materiales de electrodos

En la actualidad los materiales de biocátodos incluyen aquellos materiales de tejido carbonoso, otros a base de metal y la combinación de ellos. Los materiales de carbono se usan generalmente como base y los materiales de metal se modifican realizando un dopado al metal para de esta forma modificar las características electrocatalíticas. El dopaje de materiales metálicos es ventajoso ya que lleva a mejorar la conductividad, transporte de electrones y el crecimiento microbiano (Zhang et al., 2019).

4.5.3.3 Desempeño de la electrometanogénesis

En la tabla 4 se muestran algunos de los factores considerados para evaluar el desempeño del proceso de electrometanogénesis en cuanto al tipo de sustrato, potencial catódico, los tipos de microorganismos así como el rango de volumen de metano que se obtiene..

Tabla 4. Desempeño del proceso de electrometanogénesis.

Sustrato	Potencial catódico	Tipos de microorganismos	Volumen de CH₄	Referencias
Lodos anaeróbicos no aclimatados	-0.7 V (vs electrodo de hidrógeno estándar)	<i>Metanobacterias</i> <i>Metanobacterias palustre</i>	5.41 mmol de CH ₄	(Baek, Kim, Lee, & Lee, 2017)
Lodos anaeróbicos	-550 a -650 mV (vs Ag/AgCl)	-----	247 ± 87 mmol cm ⁻³ d ⁻¹	(Siegert M. et al., 2014)
Electrolito sintético	-0,9 V (vs Ag/AgCl)	-----	75.8 mL L ⁻¹ d ⁻¹	(Zhen et al.,2018)
Digestión anaeróbica de estiércol de cerdo	2.5 V (1 h por día)	<i>Metanosarcina</i> <i>Metanobrevibacter</i>	1346.50 mL d ⁻¹	(Liu et al., 2020)
Electrolito sintético	-0.9 a 1.4 V (vs Ag/AgCl)	<i>Metanomicrobianos</i> <i>Metanobacterias</i>	80.9 mL L ⁻¹ reactor	(Zhen et al., 2016)

4.5.4 Bioelectrosíntesis de metano

La electrosíntesis microbiana se encarga de sintetizar los compuestos orgánicos o inorgánicos presentes en el medio, mediante los microorganismos como biocatalizadores en las reacciones de oxidación-reducción basadas en los electrodos, comúnmente en la reacción de reducción de dióxido de carbono añadido de forma externa que ocurre en el cátodo. Se aplica una energía también externa al cátodo para dar inicio a diferentes reacciones de reducción y de esta forma obtener un producto de valor agregado, el metano. El potencial aplicado en conjunto con la corriente producida por los propios microorganismos colonizando los electrodos son los encargados de impulsar la síntesis de los productos presentes en el medio (Bajracharya et al., 2019; Sharma et al., 2018).

Los sistemas de electrosíntesis microbiana (SEM) pueden producir productos de valor agregado como el hidrógeno, metano, entre otros. Estos tipos de sistemas pueden operar a voltajes más altos a la electrólisis del agua (1.23 V) con el cual garantizan la obtención de algún producto de valor agregado, el cual es llevado a cabo en el cátodo (Gomez et al., 2019).

4.5.4.1 Fundamentos electroquímicos

La bioelectrosíntesis ocurre en un sistema de que se compone de los siguientes elementos: ánodo, lugar donde ocurre la reacción de oxidación, aquí se produce la división del agua y se forman protones; cátodo o biocátodo, aquí los microorganismos utilizan los electrones y protones presentes para reducir el CO_2 a compuestos químicos como por ejemplo la producción de metano; puede o no contener una membrana de intercambio de protones (MIP), que separa ánodo y cátodo. Los cátodos comúnmente utilizados para investigaciones en SEM son el platino, acero inoxidable y materiales a base de níquel, dada su capacidad electrocatalítica.

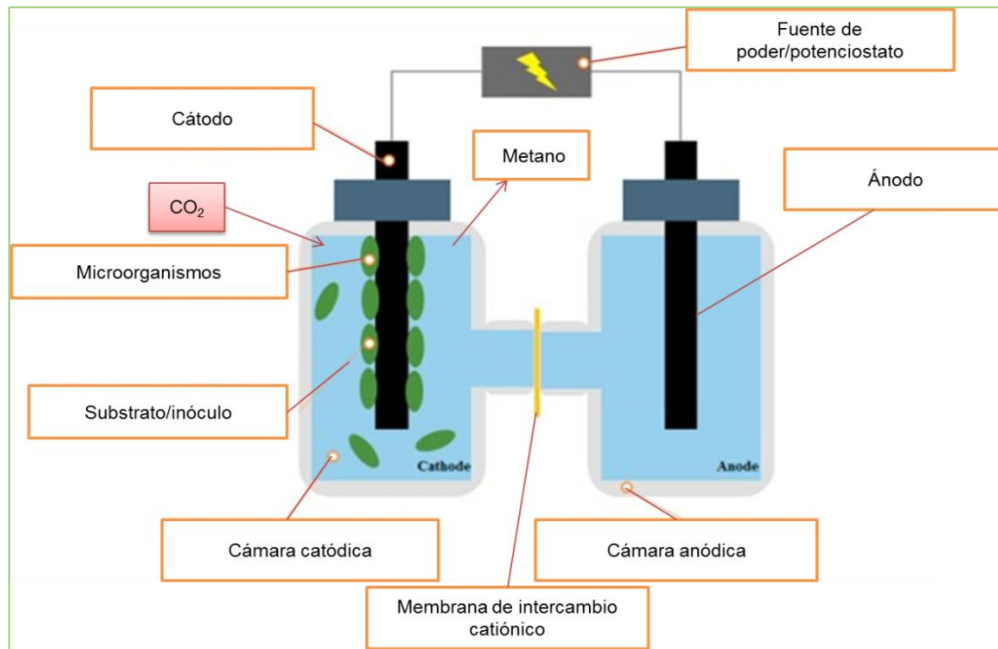


Figura 5. Diseño de un reactor tipo H para un SEM, modificado de (Jeong Shin et al., 2017).

La reducción del CO_2 en los SEM es lenta, ya que las comunidades microbianas catódicas crecen más lentamente que en las comunidades microbianas anódicas. Además el mecanismo de transferencia de electrones sigue siendo un paradigma debido a que no se sabe cómo los microorganismos aceptan los electrones y los usan para sintetizar (Jeong Shin et al., 2017).

4.5.4.2 Efecto de la membrana de intercambio de protones (MIP) en el rendimiento de la electrosíntesis microbiana

La membrana de intercambio de protones es muy utilizada en los sistemas de electrosíntesis microbiana debido a la pureza de los productos que se obtienen y como prevención a productos tóxicos que podrían producirse en el ánodo, de igual forma la MIP permite el transporte de protones al cátodo. Así como las ventajas que presenta la MIP también tiene algunos inconvenientes como son alto costo, el sistema presenta mayor resistencia óhmica, problemas de incrustación así como problemas de gradiente de pH en los compartimientos anódico y catódico (Gomez et al., 2019).

4.5.4.3 Almacenamiento de energía en un SEM

Durante el funcionamiento del SEM, después de haber suministrado energía al sistema y haberse cargado los electrodos, el mismo sistema equilibra el exceso de carga con los contra iones de la solución dando lugar a la doble capa electroquímica en la interfaz electrodo-electrolito. Dado lo anterior los electrodos fungen como un supercondensador biológico, es decir, sirve para el almacenamiento de energía.

La capacidad que poseen los SEM de convertir una fuente de carbono por ejemplo aguas residuales, desechos orgánicos, etc., en energía como el metano para realizar un almacenamiento de energía a largo plazo. Las biopelículas electroactivas de los SEM poseen una capacitancia interna significativa, dicha capacitancia puede ser aprovechada para aplicaciones en donde se almacene energía por ejemplo el desarrollo de un condensador SEM (Gomez et al., 2019).

4.5.4.4 Fuentes de CO₂ al sistema de electrosíntesis microbiana

Existe una gran variedad de fuentes de dióxido de carbono como comprar el CO₂ a 184 € ton⁻¹ y suministrarlo al sistema, pero es una de las alternativas más costosas. Otra opción es utilizar los gases de combustión de los procesos industriales los cuales proporcionan un gas puro, dependiendo del tipo de proceso y podría fácilmente ser acoplado a los sistemas de electrosíntesis microbiana. El CO₂ también podría ser capturado del aire antes de ser suministrado al SEM, aunque esta opción es una de las más caras económicamente debido a que la tecnología propuesta para la captura de este gas aún está en desarrollo (Jourdin et al., 2020).

4.5.4.5 Desempeño de SEM

En la tabla 5 se presentan algunos tipos de materiales catódicos empleados en dos tipos de celdas con distintos tipos de sustratos a diferentes potenciales catódicos para la producción de metano, considerados para evaluar el desempeño del sistema de electrosíntesis microbiana.

Tabla 5. Desempeño del sistema de electrosíntesis microbiana.

Material del cátodo	Tipo de celda	Sustrato o inóculo	Potencial catódico	Producción de CH ₄	Referencias
Tela de carbón	Dos cámaras	Lodos activados	-0.8 V (vs SHE)	4.5 (L m ⁻² d ⁻¹)	(Bajracharya et al., 2017)
Filtro de grafito	Dos cámaras	Lodos de un tratamiento de destilería	-0.7 V (vs SHE)	4.7(L m ⁻² d ⁻¹)	
Escobillas de carbón	Una cámara	Digestión anaeróbica de TAR	0.5,1.0 y 1.5 V (vs Ag/AgCl)	0.35 (L g ⁻¹)	(Flores-Rodríguez & Min, 2019)
Filtro de carbono	Dos cámaras (sin membrana)	Lodos de aguas residuales agrícolas	2.8 V (vs Ag/AgCl)	728 (mL d-1)	(Gómez et al., 2019)
Filtro de carbono	Dos cámaras (con membrana)	Lodos de aguas residuales agrícolas		648±11(mL d-1)	

4.6 Fundamentos de la caracterización físico-química del sustrato

4.6.1 pH

La concentración del ion hidrógeno es una medida de acidez o alcalinidad de aguas tanto naturales como residuales (Metcalf & Eddy, 1991). En cuanto al pH del agua residual de la industria láctea, éste varía de acuerdo al tipo de proceso productivo y puede llegar a sobrepasar el rango (5-9) aceptable para el vertimiento (SEMARNAT, Arango Ruíz & Garcés Giraldo, 2007; Tirado et al., 2016; Santamaría Freire et al., 2015). Los límites máximos permisibles de acuerdo a las normas de calidad de aguas residuales (001, 002 y 003) de la SEMARNAT indican un valor de pH entre 5 a 10 unidades.

4.6.2 Conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica (CE), es una medida de la capacidad de una solución acuosa para transmitir corriente eléctrica, dicha capacidad depende de la presencia de iones, de su concentración, movilidad, valencia, y la temperatura ambiental (Paz-Mireles, 2016). Adicionalmente, la conductividad de las aguas residuales de la industria láctea es elevada (220-7,820 mS/cm) la cual es atribuida al vertido de cloruro sódico durante el proceso de producción (Santamaría Freire et al., 2015; Tirado et al., 2016;).

4.6.3 Temperatura

La temperatura del agua residual normalmente es más elevada en comparación con el agua de consumo humano debido a las diferentes actividades domésticas o industriales que incorporan agua caliente de acuerdo a su actividad. Un valor representativo de la temperatura media anual del agua residual es de 15.6 °C, hay una variación de acuerdo a la ubicación geográfica y las estaciones del año. Las temperaturas de los efluentes pueden ser más altas o más bajas que los valores de los influentes correspondientes (Metcalf & Eddy, 1991). La temperatura en las aguas residuales de la industria láctea varían de acuerdo al tipo de proceso productivo sin embargo regularmente se encuentran dentro del rango para descargas de acuerdo a las normas de calidad de las aguas residuales el cual es 40 °C (Santamaría Freire et al., 2015).

4.6.4 Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Es un parámetro importante para determinar la cantidad de contaminación orgánica en el agua. En la demanda química de oxígeno (DQO) se usa un oxidante químico fuerte en una solución ácida y calor para oxidar el carbono a CO_2 y H_2O . La DQO es un parámetro fundamental para la evaluación de procesos de tratamiento de aguas, ya que mide la cantidad de sustancias susceptibles a ser oxidadas por un medio químico. El equivalente de oxígeno de la materia orgánica que se puede oxidar se mide utilizando un agente oxidante químico fuerte en un medio ácido. Se ha encontrado que el dicromato de potasio es excelente para este propósito, la prueba debe realizarse a una temperatura elevada y se requiere sulfato de plata como catalizador para ayudar a la oxidación de ciertas clases de compuestos orgánicos (Metcalf & Eddy, 1991).

4.7 Fundamento de las técnicas electroquímicas

4.7.1 Voltamperometría cíclica (CV)

Consiste en la aplicación de un barrido de potencial en una ventana que delimita los procesos electroquímicos de interés, formando un ciclo o múltiples ciclos, obteniendo corriente como respuesta. Esta técnica proporciona información acerca de los potenciales de las reacciones redox, determinando la presencia de especies electroactivas en la biopelícula, los picos de oxidación y reducción varían de acuerdo a la concentración del sustrato (Ozkan et al., 2010).

4.7.2 Potencial a circuito abierto (OCV)

El potencial a circuito abierto es el potencial de un electrodo (ánodo o cátodo) cuando no existe paso de corriente entre dos electrodos y es medido contra un electrodo de referencia (ER) utilizando un potenciostato (Zhao et al., 2009).

4.7.3 Cronoamperometría (CA)

La cronoamperometría (CA) es una técnica electroquímica en la que el potencial de un electrodo (ánodo o cátodo) se mantiene en un valor constante obteniendo como respuesta una variación de corriente en función del tiempo (Zhao et al., 2009); con la aplicación del

potencial se busca que la transferencia de carga al electrodo de trabajo sea lo más selectiva posible. En los sistemas bioelectroquímicos, la CA sirve para monitorear el crecimiento así como el comportamiento de los microorganismos.

4.7.4 Voltamperometría de barrido lineal (LSV)

Esta técnica electroquímica tiene la característica de que el potencial que se va aplicando tiene que variar linealmente con el tiempo. Se mide corriente contra potencial (Carrera, 2018). Esta técnica se realiza cuando se requiere una exploración de la curva de polarización, en dirección de oxidación o de reducción.

4.7.5 Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

La IES forma parte de las técnicas electroquímicas utilizadas para examinar sustancias químicas y procesos físicos en soluciones, en interfase sólido-líquido y sólido-sólido. Existen graficas representativas comunes para esta técnica un ejemplo de ellas es el diagrama de Nyquist. Se ha reportado que es recomendable usar señales de perturbación pequeña y que el sistema se encuentre en estado estacionario con el fin de evitar distorsiones del espectro (Zhao et al., 2009; Bard & Faulkner, 2001). En la CEM, se busca conocer mediante la técnica de EIS, la resistencia a la transferencia de carga del sustrato al electrodo de trabajo mediada por microorganismos.

5.- Definición del problema y justificación

En el planeta existen distintas fuentes de energías que no están siendo aprovechadas, por otra parte, se continúa utilizando energía fósil causando afectaciones a la capa de ozono, al suelo y a cuerpos de agua. El incremento de la población demográfica así como de las industrias ha causado el aumento de la demanda de agua, y esto a su vez, la contaminación de ríos y lagos por descargas de aguas residuales.

Actualmente existen distintos tipos de tratamientos de aguas residuales, una de las opciones es el tratamiento de agua vía sistemas bioelectroquímicos, los cuales son una alternativa tecnológica que contribuye a satisfacer la demanda energética del propio proceso de tratamiento de agua. Dentro de los sistemas bioelectroquímicos se encuentran las CEMs, el empleo de estos dispositivos es atractivo dada su capacidad de producir combustibles gaseosos, cuyo valor energético presenta ventajas importantes respecto a los combustibles de origen fósil. Las CEMs pueden emplear una gran variedad de sustratos, lo que representa otra ventaja del sistema, en este sentido resulta interesante acoplar los efluentes de las industrias como sustratos para contribuir la producción de energías limpias.

La Cámara Nacional de Industriales de la Leche (CANILEC) es un organismo de interés público reconocido oficialmente como representante de la Industria Lechera Nacional y órgano de consulta del Estado Mexicano. La CANILEC indica que la producción anual de leche de bovino en el periodo 2010-2018 fue de 10, 676,691 a 12, 005,692 toneladas de leche fluida. Adicionalmente, la producción de leche de bovino crece cada año de tal forma que se ha duplicado en relación al volumen que se producía en 1990 (CANILEC, 2018). Debido a la alta y continua producción de la industria lactoalimentaria, los efluentes provenientes de esta industria podrían ser una opción viable para producción de bioenergía en CEMs.

Como se describió anteriormente, además del tipo de sustrato, la concentración del mismo define la cantidad de producto obtenido en la CEM, particularmente de biogás y concentración de metano. Durante el uso de efluentes no sintéticos, la variación del contenido de materia orgánica medida como DQO puede ser amplia, por lo que se hace necesario conocer el desempeño de la CEM en un rango de concentraciones para poder predecir la productividad de biogás en condiciones reales y ante fluctuaciones en la composición del efluente.

Por otra parte, dada la diversidad de diseños de CEMs, las resistencias al flujo de carga en cada sistema difieren tanto por el diseño como por las características particulares de inóculo electroactivo-material de electrodo, es decir, de las características de los bioelectrodos. Debido a todo lo anterior, también es necesario explorar la concentración más favorable para la producción de corriente en cada sistema.

6.- Hipótesis

La concentración alta de lactosa (10 g L^{-1}) produce la mayor cantidad de corriente y se obtiene el mejor porcentaje de remoción de DQO en relación a la concentración baja de lactosa (6 g L^{-1}) alimentada a un reactor bioelectroquímico de una cámara instalado con lixiviado de composta.

7.- Objetivos

7.1 General

Degradar la mayor cantidad de materia orgánica y obtener la máxima producción de energía en forma de corriente bajo un potencial aplicado así como la cantidad de biogás producido mediante la operación de un reactor bioelectroquímico con diferentes concentraciones de lactosa.

7.2 Específicos

- Iniciar la operación del reactor bioelectroquímico con la concentración de lactosa en la mezcla de lixiviado de composta hasta alcanzar un estado estable de operación.
- Analizar la remoción de DQO y producción de corriente bajo un potencial aplicado mediante los análisis fisicoquímicos y electroquímicos en función de la concentración de lactosa suplementada.
- Determinar la mejor condición de operación del reactor bioelectroquímico mediante la comparación de porcentajes de remoción de DQO y productividades de corriente.

8.- Materiales y métodos

8.1 Fases para la realización del proyecto

En la figura 6 se muestra un diagrama de la metodología general para el presente proyecto.

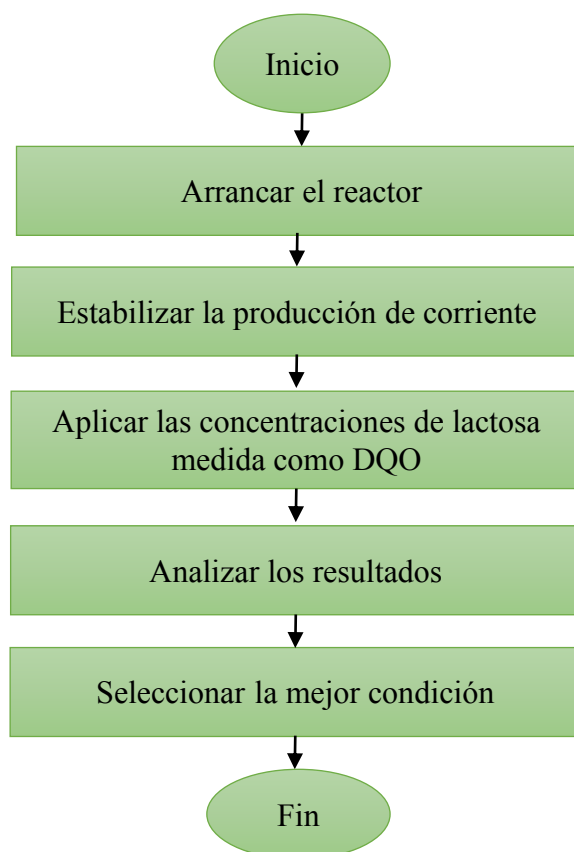


Figura 6. Diagrama general de la metodología.

A continuación, se muestra el desarrollo en cada fase para lograr los objetivos.

Fase 1: Preparación del ánodo para la formación de la biopelícula

- Se instala el reactor bioelectroquímico con capacidad de 1 L.
- Como electrodos, se colocan fieltros de carbón en el ánodo y malla de acero inoxidable en el cátodo y en medio de los anteriores un electrodo de Ag/AgCl / KCl (3.5 M) como referencia.
- El inóculo y minerales como sustrato se proveen por el lixiviado de composta, obtenido de composta comercial. El lixiviado se obtiene a partir de una mezcla de 450 mL de agua desionizada, 200 mL de composta comercial, KCl en concentración 50 mM. La mezcla se deja en agitación durante 24 h, para posteriormente retirar el sobrenadante y añadir al reactor.

- Se tapa y sella el reactor con silicón para evitar fugas de gas.
- Se valida el electrodo de referencia contra otra referencia y se coloca en el reactor.
- Se conecta el reactor con el potencióstato y se programan las técnicas electroquímicas: Potencial a circuito abierto, espectroscopía de impedancia electroquímica, voltamperometría de barrido lineal y voltamperometría cíclica.
- Se deja correr el experimento con las técnicas programadas hasta finalizar.
- Se programa la técnica de OCV hasta que el voltaje de celda se estabilice.

Fase 2: Aplicación de la concentración de lactosa

- Una vez preparado el ánodo se prosigue a la siguiente fase de la metodología.
- Seleccionar de manera aleatoria un ensayo o experimento.
- Se adiciona la concentración de lactosa predeterminada (6, 8 o 10 g L⁻¹) al reactor bioelectroquímico.
- Se caracteriza física y químicamente el lixiviado de composta con mediciones de pH, conductividad, temperatura y demanda química de oxígeno (DQO).
- Se aplica el voltaje de 0.05 V vs Ag/AgCl / KCl (3.5 M) por medio del potencióstato empleando la técnica cronoamperometría.
- Se programa la técnica electroquímica: cronoamperometría.
- Se corre el experimento por duplicado.

Fase 3: Análisis durante operación

- De acuerdo con los resultados obtenidos de la fase anterior, se analizan cada una de las pruebas.
- Se cuantifica la densidad de corriente, la carga eléctrica producida y los cambios de DQO para calcular la eficiencia coulombica (cálculos en anexo 1).
- Se realiza una comparación y se determinan las condiciones de concentración de lactosa medida como DQO que resultó en la mayor producción de energía (corriente y/o biogás) y de remoción de DQO.

Prueba como control

Se realiza una prueba como control en la que se congela el medio líquido proveniente del reactor así como también el electrodo a 4°C y posteriormente se esterilizan a 125°C por 15 minutos en autoclave. Con el fin de inhibir los microorganismos presentes y no ocurra generación de corriente durante la prueba.

8.2 Materiales y condiciones experimentales

8.2.1 Reactor

El experimento se lleva a cabo en un reactor de una cámara de vidrio, la tapa está equipada con 6 puertos de muestreo para gases, alimentación o tomas de muestras, la capacidad de la cámara es de 1 L.

8.2.2 Electrodo

Como ánodo que es el material soporte para la biopelícula se usan trozos de fieltro de carbono (Grupo Rooe, Méx.) de 2 cm x 2 cm unidos con alambre de titanio y con un área proyectada total de 0.152 m². El cátodo es una malla de acero inoxidable con un área superficial de 13 cm x 20 cm. Las conexiones externas de ambos electrodos se realizan con alambre de titanio (Alfa Aesar). Como electrodo de referencia se usa Ag/AgCl / KCl (3.5 M).

8.2.3 Sustrato/inóculo

El inóculo y sustrato que se usa para el proyecto es lixiviado de composta, obtenido de composta comercial. El lixiviado se obtiene a partir de una mezcla de 450 mL de agua desionizada, 200 mL de composta comercial, KCl en concentración 50 mM. La mezcla se deja en agitación durante 24 h, para posteriormente retirar el sobrenadante y añadirlo al reactor.

8.2.4 Condiciones de operación

Los reactores son operados a temperatura ambiente, sin agitación, con alimentación en lote por distintos periodos en el rango de días. Se realizan experimentos con voltaje aplicado al ánodo con un valor de 0.05 V vs Ag/AgCl / KCl (3.5M).

8.3 Análisis fisicoquímicos

Las técnicas que a continuación se mencionan se realizan al inicio y final de cada uno de los ensayos.

pH

El pH se mide en el medio líquido de cada uno de los ensayos utilizando el equipo marca OAKTON pH 700.

Conductividad y temperatura

La conductividad y temperatura se miden en el medio líquido de cada uno de los ensayos utilizando el equipo marca HACH pocket proTM tester.

Demanda química de oxígeno (DQO)

La DQO se determina en cada uno de los ensayos utilizando el método de reflujo cerrado (kit HACH) utilizando el reactor DQO DRB200, el que se utilizan tubos con dicromato de potasio y ácido sulfúrico en un rango de 0-1500 mg L⁻¹. Se preparan las diluciones de la muestra en este caso se utiliza la dilución 1:10. Previamente al proceso de preparación de la muestra se programa el digestor a una temperatura de 150 °C. Una vez preparadas las diluciones en cada uno de los tubos se coloca 2 mL de muestras diluidas, procurando añadir por las paredes sosteniendo el tubo HACH inclinado, se cierran los tubos y se agitan 3 veces por inversión (usando guantes de nitrilo) y se someten a digestión durante 2 horas a una temperatura de 150°C. Al finalizar la digestión se dejan enfriar a 120 °C, verificar que los tubos estén bien tapados y se agitan 3 veces por inversión, finalmente se dejan enfriar a temperatura ambiente. Por último, se mide la concentración de DQO con el espectrofotómetro DR1900. Todas las pruebas son analizadas por duplicado, los resultados muestran el promedio de las mediciones.

8.4 Análisis electroquímicos

Las técnicas electroquímicas que se mencionan a continuación se realizan utilizando un potenciostato/galvanostato BioLogic VSP-CHAS (Science Instruments) de dos canales, los datos se procesan con el software Ec-Lab V11.10, con un arreglo de tres electrodos para todas las técnicas. El orden que siguen las técnicas electroquímicas al inicio y final de cada uno de los ensayos se puede observar en la figura 7.

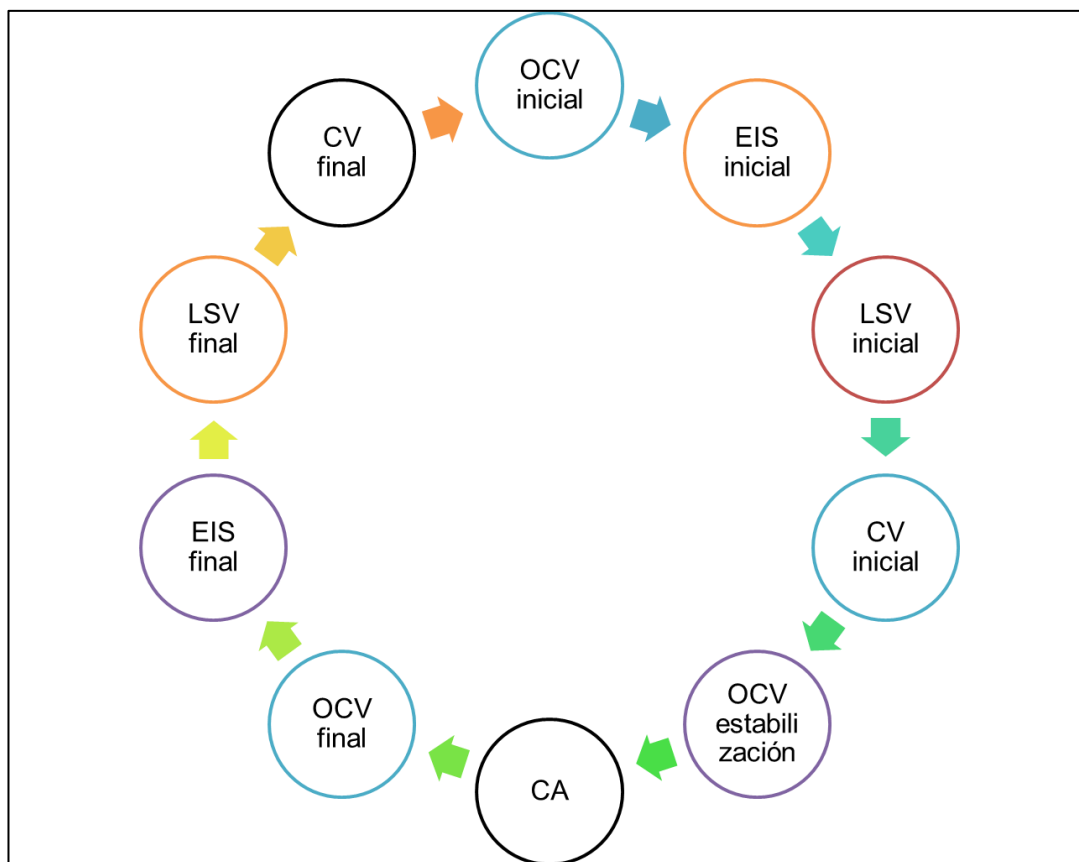


Figura 7. Secuencia de las técnicas electroquímicas durante todos los ensayos.

Potencial a circuito abierto (OCV)

Se programa la técnica de OCV a cada uno de los ensayos por un periodo de dos horas haciendo un registro de voltaje cada 10 minutos.

Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)

Se programa la técnica de EIS para evaluar cada uno de los ensayos con una frecuencia de 10 mHz a 100 kHz con una amplitud de onda de 10 mV.

Voltamperometría de barrido lineal (LSV)

La técnica de LSV se programa para analizar cada uno de los ensayos con una amplitud de voltaje de 0 a 1 V con una velocidad de barrido de 5 mV s^{-1} .

Voltamperometría cíclica (CV)

La técnica de CV se realiza en 3 ciclos consecutivos con una ventana de barrido de potencial de 1.0 V a -1.0 V iniciando del valor de OCV, con una velocidad de barrido de 5 mV s^{-1} .

Cronoamperometría (CA)

Se aplican 0.05 V al electrodo de trabajo indicado, en el reactor como el ánodo y la corriente es registrada cada hora durante el tiempo de duración en cada uno de los ensayos.

Volumen de producción de gas

Para el registro de los gases se utiliza el método de la probeta invertida, con lo cual se cuantifica el volumen producido por el reactor.

9.- Resultados y discusión

La etiqueta para cada uno de los reactores describe la variable para cada una de las pruebas. La R corresponde al número de repetición (1 o 2), la CO y el número que le sigue es la concentración de lactosa añadida al reactor.

R1-CO...6, 8 y 10 g L ⁻¹

9.1 Comportamiento fisicoquímico

9.1.1 Efectos de pH en el sistema

El pH del sustrato es un factor importante para el buen desempeño del reactor. Como puede observarse en la tabla 6, en todas las pruebas se presentó una disminución de pH a excepción de la prueba R1-CO6. Se observó que el pH en los sistemas disminuyó a través del tiempo acercándose al valor de la neutralidad. Este comportamiento posiblemente ocurrió por la acción del metabolismo microbiano, además el pH neutro es la condición ideal para el crecimiento y actividad metabólica de los microorganismos. Se ha reportado que a pH 7 las bacterias electroquímicamente activas pueden oxidar compuestos orgánicos así como una producción efectiva de hidrógeno en reactores de cámara simple (Rani et al., 2020).

El pH observado en cada una de las pruebas indica que fue el adecuado para el crecimiento de la biopelícula en el ánodo, debido a que el pH del medio debe estar en valores cercanos a la neutralidad ya que los ánodos microbianos rara vez aceptan condiciones extremas. Además se ha reportado que los valores de pH de una o dos unidades debajo de 7 pueden llegar a inhibir la biopelícula electroactiva (Rousseau et al., 2020). En el presente estudio, en ninguna de las pruebas se observó un valor de pH menor a 7, por lo que se considera que las reacciones químicas y bioquímicas ocurrieron en las mejores condiciones de operación..

La reacción de reducción del agua que ocurrió en el cátodo dio lugar a la evolución del hidrógeno. En un reactor de cámara simple, el CO₂ producido en el ánodo puede combinarse con el hidrógeno producido en el cátodo para producir CH₄ y H₂O. Además de lo anterior, el hidrógeno puede llegar a combinarse con otros compuestos. Uno de ellos son las reacciones que ocurren en el medio durante la degradación de la materia orgánica, como es la formación de ácidos orgánicos de cadena corta como por ejemplo ácido fórmico, acético y láctico (Paz-Mireles et al., 2019) que en concentraciones elevadas pueden originar la disminución de pH,

es decir, la acidificación en el medio. Sin embargo, los resultados obtenidos en el presente estudio no se observó una acidificación en el medio, por lo que se asume que no ocurrió una formación adicional de dichos ácidos orgánicos.

Por otra parte todos los valores finales de pH y temperatura se encuentran dentro del rango permisible para descargas de aguas residuales de acuerdo a la normatividad mexicana. A pesar de que la temperatura incrementó al tiempo final no se vio afectada para cumplir con las normas de calidad de aguas residuales.

9.1.2 Efecto de la conductividad eléctrica

La conductividad eléctrica está asociada a la resistencia que tiene una solución acuosa para transportar corriente eléctrica, dicha resistencia depende de la presencia de iones, su concentración o fuerza iónica y la temperatura a la que se encuentre. Así un incremento de la conductividad representa un aumento de la movilidad de iones provocando la disminución de la resistencia interna en el sistema, lo que a su vez conlleva a un aumento de generación de corriente (Leicester et al., 2020). Las pruebas que presentaron mayor incremento de conductividad eléctrica fueron las R1-CO10 y R2-CO10, pero fueron las pruebas con menores densidades de corriente así como los de menores porcentajes de remoción de DQO como se describirá en las siguientes secciones. Este resultado difiere del desempeño esperado con alta conductividad del medio, posiblemente el reactor se vio afectado por la temperatura ambiente durante el tiempo de operación, lo cual impidió una mayor densidad de corriente.

En general todas las pruebas presentaron un incremento de la conductividad eléctrica al final de operación del reactor a excepción de la prueba R2-CO8 (ver tabla 6), lo que indica que la movilidad de iones fue alta reduciendo la resistencia en el medio. Además, la temperatura ambiente de la estación del año pudo ser un factor importante durante el tiempo de operación del reactor como se mencionó anteriormente. Posiblemente la temperatura ambiente en el periodo en que se realizaron los ensayos facilitó la movilidad de iones originando una densidad de corriente mayor a 500 mA m^{-2} en las pruebas R2-CO6 R1-CO8 y R2-CO8. Asimismo, en la prueba R2-CO8 la conductividad disminuyó pero fue la prueba con mayor remoción de DQO (97.4 %) y una de las que mayor producción de corriente presentó.

9.1.3 Efecto de la temperatura

La temperatura es un factor muy importante para el desarrollo y crecimiento de los microorganismos además regula la velocidad de reacciones dentro del sistema. La temperatura del sistema presentó un incremento en las primeras 4 pruebas, mientras que en la prueba R1-CO8 la temperatura se mantuvo y en la prueba R2-CO8 se presentó un ligero decremento (tabla 6). Por otra parte, mantener una temperatura moderada es un factor crucial para el crecimiento y desarrollo de la mayoría de los microorganismos (Wang et al., 2017), así que las temperaturas de 19.6 °C a 25.7 °C indican que fue un rango adecuado para que se llevaran a cabo las reacciones microbianas dentro del reactor. La variación de temperatura registrada al tiempo inicial y final es aceptable ya que durante el proceso de digestión anaerobia se trata de evitar los cambios abruptos de temperatura ya que pueden afectar la población microbiana (Horan et al., 2017).

Tabla 6. Resultados iniciales y finales de los análisis fisicoquímicos.

Reactor	Fecha de instalación y días de operación	pH de la muestra del líquido		Conductividad eléctrica de la muestra (mS/cm)		Temperatura de la muestra (°C)	
		inicial	final	inicial	final	inicial	final
R1-CO6	Marzo (15 días)	7.6	7.8	14.18	15.75	20.7	21.5
R2-CO6	Marzo-Abril (25 días)	7.8	7.2	10.5	12.03	22.5	25.7
R1-CO8	Abril-Mayo (20 días)	7.8	7.5	10.9	11.2	23.4	23.5
R2-CO8		7.7	7.4	11.72	11.32	25.6	24.5
R1-CO10	Noviembre-Diciembre (9 días)	8.1	7.1	10.7	14.6	16.5	19.6
R2-CO10		7.7	7	9.9	13.4	16.1	19.7

9.1.4 Remoción de demanda química de oxígeno

Las celdas de electrólisis microbianas poseen la capacidad de remover DQO independientemente de la producción de biogás. La prueba R2-CO8 fue la que presentó mayor remoción de DQO seguida de la prueba R2-CO6 con valores mayores al 90% (tabla 7). Mientras que para la mayor concentración de lactosa, la eficiencia de remoción en las pruebas disminuyó (53 % y 47 % para R1-CO10 y R2-CO10, respectivamente). Se observó que las mayores eficiencias de remoción ocurrieron en el rango de los 15 a 25 días de operación del reactor; sin embargo, esto puede cambiar en cuanto a las estaciones del año en función de la temperatura como se discutió anteriormente.

Rani et al., (2020) emplearon un sustrato complejo (combinación de aguas residuales lácteas con lixiviados de vertederos) reportado remociones del 60 % al 88% en un reactor de una cámara sin membrana inoculado con lodo líquido para obtener biogás. Las eficiencias de remoción obtenidas en el presente estudio son alentadoras ya que son superiores al 90 %, considerando que el sustrato es una mezcla compleja, similar al trabajo reportado por Rani et al., (2020). Por lo cual, la mezcla de lixiviados de composta con lactosa podrían ser parte de los antecedentes para futuras investigaciones de aguas residuales de la industria láctea debido a que la lactosa es uno de los principales componentes de esta agua residual. Por otra parte, el acetato es el sustrato modelo para los microorganismos electroactivos, por lo cual la transformación metabólica de lactato conduce a una condición favorable en el medio de los reactores instalados, lo cual deberá ser investigado en trabajos futuros.

En los estudios realizados también se observó que los reactores alimentados solo con lactosa tuvieron un mejor rendimiento comparado con los reactores alimentados con una mezcla de acetato y lactosa en ensayos adicionales (ver anexo 2), ya que el porcentaje de remoción de estos últimos estuvo por debajo de 40 %; sin embargo, los reactores alimentados solo con lactosa presentaron remociones de DQO en un rango de 47 % a 97.4 %.

Durante el proceso bioelectroquímico es importante determinar que la degradación del sustrato y la producción de corriente sean causadas por los microorganismos presentes en el medio. Por lo cual se realizó una prueba como control, durante la operación de este control sin adición de lactosa, no hubo producción de gas pero se alcanzó una densidad de corriente de 88 mA m^{-2} con una remoción de DQO del 92.7 % (ver anexo 3). La producción de corriente en el reactor

control fue baja (88 mA m^{-2}) comparada con la muestra de mejor desempeño el R1-CO8 (625 mA m^{-2}).

Parot et al., (2008) realizaron un control en el que usaron lixiviados de composta y acetato esterilizado; los autores no registraron producción de corriente en un periodo de 14 días confirmando así que la producción de corriente proviene de los microorganismos electroquímicamente activos presentes en la composta. La corriente observada en el control del presente trabajo pudo ser originada por los microorganismos que quedaron adheridos al ánodo, por lo que es recomendable utilizar electrodos nuevos para realizar este tipo de control en futuras investigaciones.

Tabla 7. Concentraciones iniciales y finales de DQO y porcentajes de remoción.

Reactor y tiempo de operación	Demanda química de oxígeno (mg L^{-1})		
	inicial	final	% remoción
R1-CO6 15 días	5950±198	440±14.1	92.6
R2-CO6 25 días	11950±353.5	535±21.2	95.5
R1-CO8 20 días	9710±353.5	850±70.7	91.2
R2-CO8 20 días	12490±28.2	325±35.3	97.4
R1-CO10 9 días	11,735 ± 2779	5,515 ±92	53
R2-CO10 9 días	12,420 ±1810	6,655 ±361	47

9.2 Comportamiento electroquímico

Para la evaluación de la actividad bioelectroquímica del sistema se realizaron las técnicas electroquímicas de potencial a circuito abierto (OCV), espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), voltamperometría de barrido lineal (LSV) y voltamperometría cíclica (CV), todas estas técnicas se realizaron al tiempo inicial y final de cada una de las pruebas y la técnica de cronoamperometría (CA) a lo largo de cada prueba.

9.2.1 Potencial a circuito abierto

La técnica de OCV proporciona información acerca del potencial del ánodo en el sistema sin adición de voltaje. Se realizaron OCVs iniciales y finales por un periodo de dos horas antes de realizar las técnicas de EIS, LSV y CV. Los potenciales iniciales de los ánodos en los reactores R1-CO10 y R2-CO6 fueron positivos (0.25 V *vs* Ag/AgCl) mientras que potenciales más negativos se registraron en los ánodos de los reactores R1-CO6 y R1-CO8, correspondiendo a -0.32 V *vs* Ag/AgCl y -0.48 V *vs* Ag/AgCl respectivamente (figura 8). Sin embargo la prueba R1-CO8 fue la que generó la mayor corriente (625 mA m⁻²) y en la prueba R1-CO6 la máxima corriente generada fue de 30 mA m⁻². Mientras que en el reactor R2-CO10 la corriente generada fue de 40 mA m⁻² y el R2-CO8 de 550 mA m⁻² respectivamente.

En las celdas de combustible microbianas se espera que el bioánodo adquiera valores de potencial negativo (Cercado et al. 2010), mientras que el potencial de ánodo en celdas electrolíticas es teóricamente positivo (Bard & Faulkner, 2001); por lo tanto la falta de correspondencia con reportes experimentales y conceptos teóricos sugiere que ocurrieron diferentes tipos de interferencias, posiblemente durante el tiempo de operación ocurrió desprendimiento de la biopelícula del ánodo, además de la influencia debida a la concentración de lactosa y temperatura ambiental en cada etapa experimental.

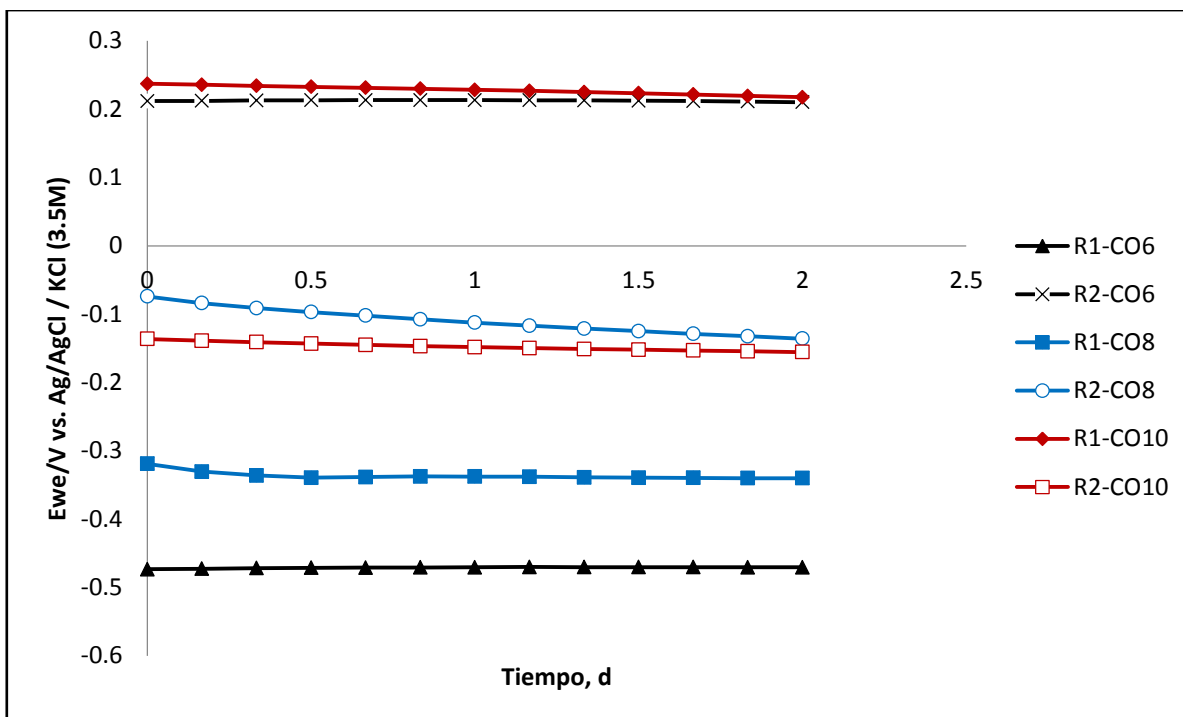


Figura 8. Potencial a circuito abierto producido al tiempo inicial.

La técnica de OCV fue realizada al tiempo final por lo que los potenciales del ánodo en cada una de las pruebas fueron más negativos comparados con los potenciales iniciales. A excepción de las pruebas R1-CO6 y R1-CO8, ya que éstas presentaron potenciales menos negativos (-0.05 V vs Ag/AgCl) en comparación al tiempo inicial.

En las pruebas restantes los potenciales fueron más negativos, este comportamiento ocurrió posiblemente por el desarrollo de los microorganismos adheridos al electrodo de trabajo, es decir, a la formación de un bioánodo y a que seguramente prevalecieron los microorganismos. En la figura 9 se pueden observar los potenciales al tiempo final de cada una de las pruebas, los potenciales más negativos se encontraron en las pruebas R2-CO6 y R2-CO8 con un valor de -0.3 V vs Ag/AgCl seguido de la muestra R2-CO10 con un valor de -0.21 V vs. Ag/AgCl. Además, como se mencionó anteriormente fueron los ensayos con mayor generación de corriente a excepción de los ensayos con concentración de 10 g L⁻¹.

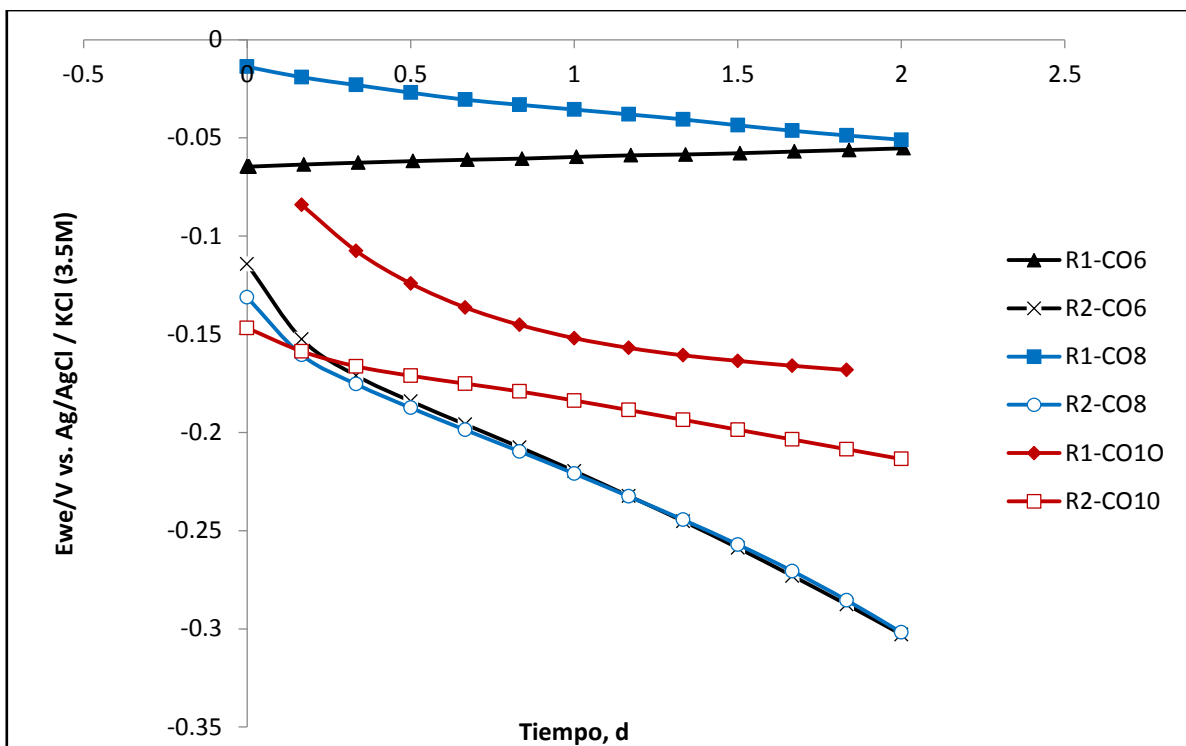


Figura 9. Potencial a circuito abierto al término de la técnica de cronoamperometría.

9.2.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica.

La técnica de espectroscopía de impedancia electroquímica proporciona información acerca de la resistencia a la transferencia de carga de la biopelícula al electrodo de trabajo. Los análisis se realizaron mediante los diagramas de Nyquist durante el tiempo inicial así como después de aplicar la técnica de cronoamperometría. En cuanto a los diagramas de Nyquist al tiempo inicial de cada una de las pruebas, se realizaron en condiciones similares sin embargo para ninguna de las concentraciones realizadas por duplicado se obtuvieron resultados similares. Adicionalmente, en la prueba R2-CO10 no fue posible obtener el diagrama de Nyquist debido a la inestabilidad en el sistema. La divergencia en los diagramas de Nyquist pudo haberse debido a inestabilidad en las conexiones eléctricas externas del sistema, motivo por el cual no se incluyó esta medición para el R2-CO10 en la figura 10. Las pruebas con menor y mayor resistencia a la transferencia de carga fueron R1-CO8 (1.2 Ω) y R2-CO8 (2.75 Ω) respectivamente; sin embargo, ambas pruebas contenían la misma concentración de lactosa en la mezcla de lixiviado de composta.

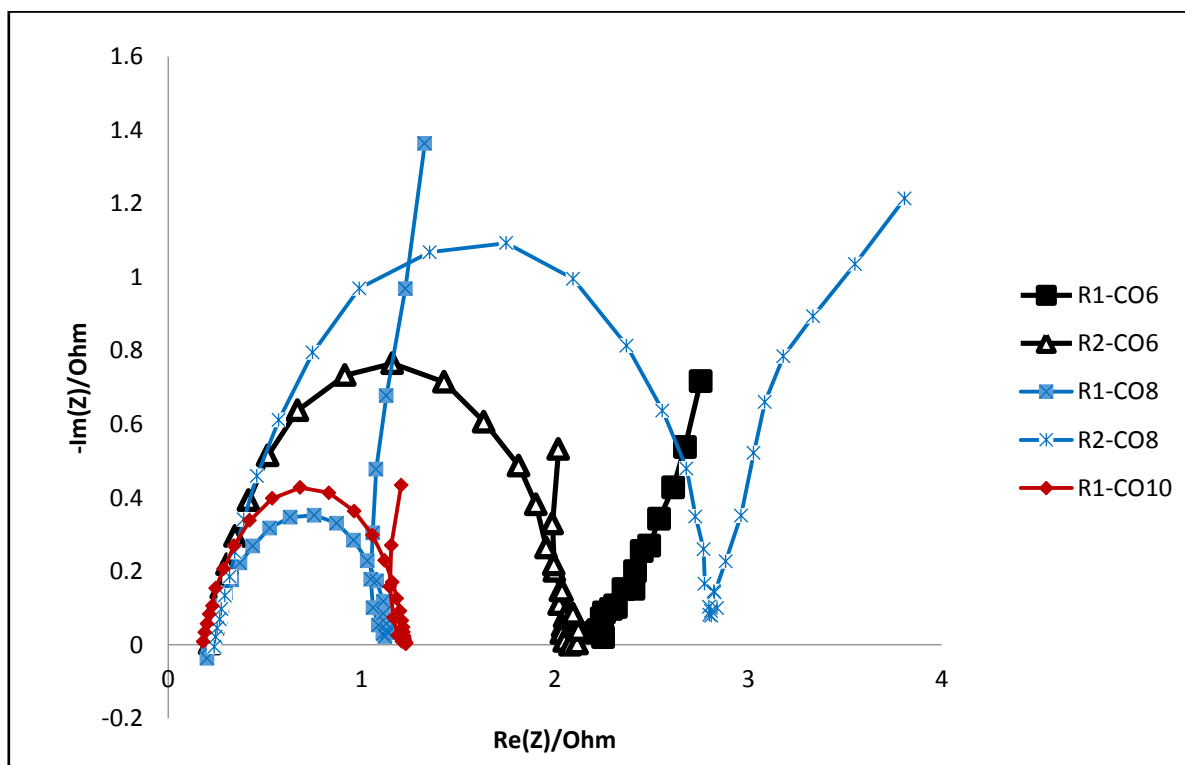


Figura 10. Diagramas de Nyquist. Comparación de la distribución de las resistencias al tiempo inicial.

Las pruebas con menor resistencia a la transferencia de carga fueron las R1-CO10, R2-CO10, R1-CO6 y R1-CO8 con valores menores a 1.5 Ω . Mientras que la prueba R2-CO8 fue la que obtuvo la mayor resistencia a la transferencia de carga con un valor de 3.6 Ω (figura 11). Marsili et al., (2008) realizaron un estudio sobre la caracterización electroquímica de la biopelícula en el que realizaron la técnica de EIS sin y con electrodos colonizados con *Geobacter sulfurreductoras* en un reactor de una cámara con agitación. En el electrodo colonizado disminuyó la resistencia a la transferencia de carga, no obstante, se comprobó que el proceso de transferencia de electrones de las bacterias era dependiente del voltaje aplicado.

Por otra parte, en el presente estudio se observó un aumento de este tipo de resistencia al comparar el tiempo inicial con el tiempo final. Lo anterior sugiere que hubo poco desarrollo de la biopelícula de microorganismos electroquímicamente activos y/o que la biopelícula sobre el electrodo alcanzó un grosor tal que, al contrario de favorecer la transferencia de carga en la interfase electrodo-electrolito, representó un obstáculo para dicho proceso.

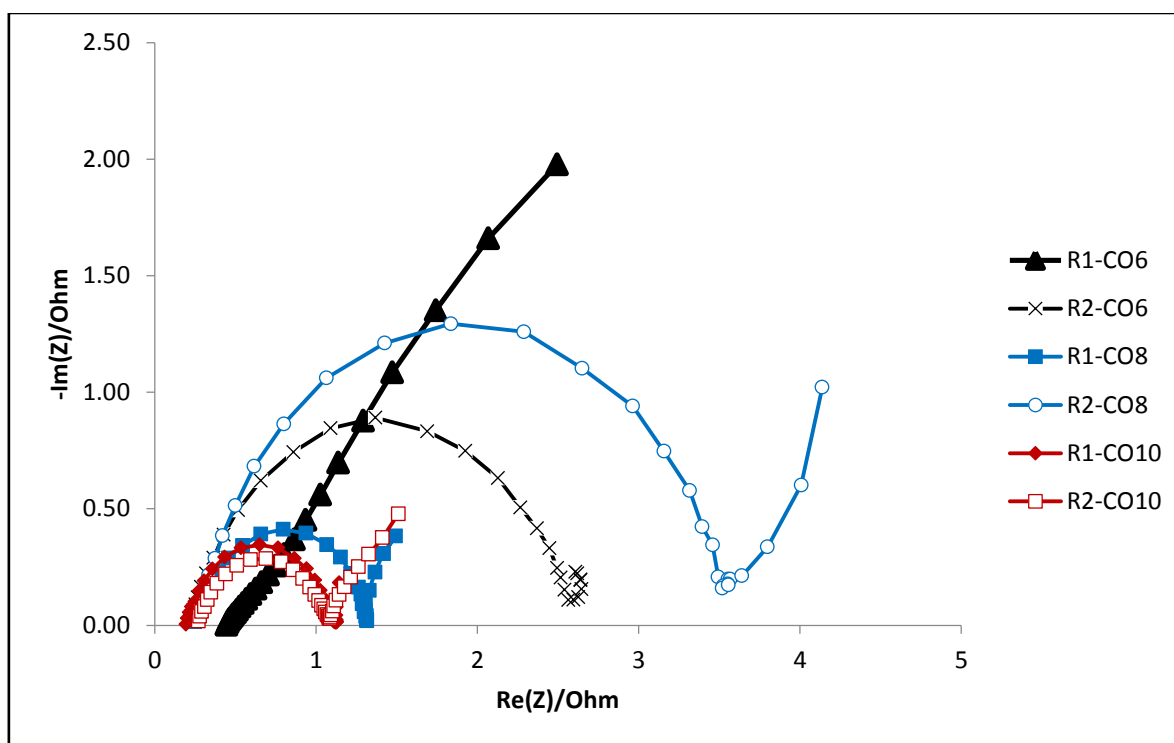


Figura 11. Diagramas de Nyquist. Comparación de la distribución de las resistencias en los ánodos al tiempo final. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.

9.2.3 Voltamperometría de barrido lineal

La técnica de voltamperometría de barrido lineal tiene la característica de que el potencial que se va aplicando tiene que variar linealmente con el tiempo, se mide corriente contra potencial. Los análisis se realizaron al tiempo inicial y después de finalizar la técnica de cronoamperometría. En los análisis al tiempo inicial no se espera una cantidad elevada de densidad de corriente debido a que el ánodo se encuentra sin biopelícula adherida. La prueba R1-CO10 presentó la densidad de corriente máxima de 2000 mA m^{-2} en el potencial límite de 1 V vs Ag/AgCl . Sin embargo, fue una de las pruebas con menor porcentaje de remoción de materia orgánica. Por otra parte en la prueba R1-CO8 se observó un pico de oxidación de 1700 mA m^{-2} en 0.5 V vs Ag/AgCl . La prueba con menor densidad de corriente fue la R1-CO6, posiblemente por ser la prueba con menor concentración de lactosa medida como DQO ($5,950 \text{ mg L}^{-1}$) (figura 12). No obstante, mediante la técnica de OCV al tiempo inicial, la prueba R1-CO6 fue una de las que mostraron los potenciales más negativos ($-0.48 \text{ V vs Ag/AgCl}$). Aunque fue una de las pruebas con menor generación de corriente (30 mA m^{-2}), el porcentaje de remoción de materia orgánica estuvo por arriba del 90 %.

Ghasemi et al., (2019) evaluaron las distintas catálisis para explicar los potenciales en mallas de acero inoxidable modificadas de electrodos de cátodos para uso en CEMs. Los autores utilizaron reactores de una cámara con agua residual de la industria láctea como sustrato y lodo anaeróbico como inóculo. Demostraron mediante la técnica LSV que el electrodo modificado con polianilina/grafeno tuvo la mayor densidad de corriente, 164 A m^{-3} aproximadamente más del 50 %, en relación con el electrodo modificado con platino en un potencial de 1 V vs Ag/AgCl . La alta densidad de corriente del electrodo de polianilina/grafeno se le atribuye a la alta conductividad de la polianilina y el área específica del grafeno, lo cual pudo haber incrementado la transferencia de electrones.

La alta densidad de corriente (2000 mA m^{-2}) al tiempo inicial en el presente estudio pudo ser ocasionada por el alta área superficial de material de electrodo usado como lo reportan Ghasemi et al., (2019), el sustrato, así como el lixiviado de composta ya que estos contienen microorganismos electroquímicamente activos que pudieron ocasionar la corriente generada.

Por otra parte, la prueba R2-CO10 presentó un comportamiento anómalo con un pico máximo de generación de corriente de 3328 mA m^{-2} en un potencial de $-0.13 \text{ V vs Ag/AgCl}$ el cual se

encuentra fuera del rango de producción biológica de corriente, por lo cual no se incluyó en esta sección.

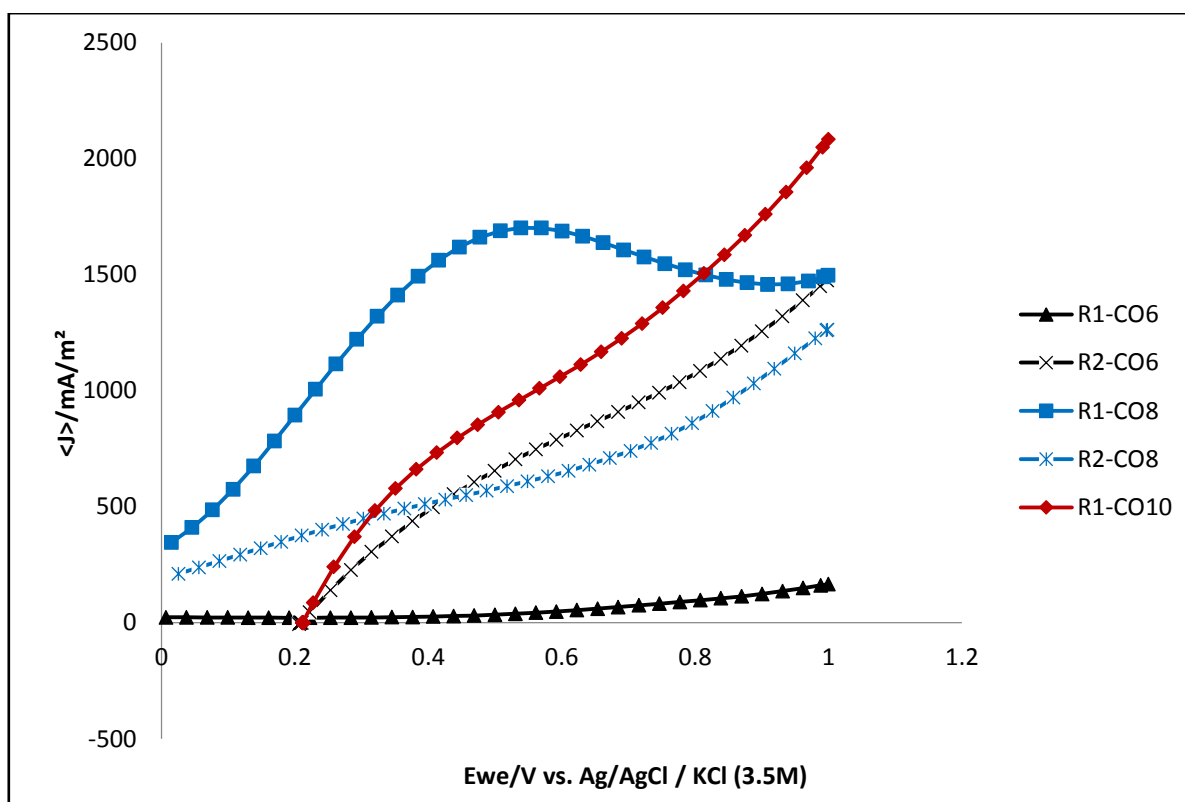


Figura 12. Voltamperogramas al tiempo inicial de cada una de las pruebas alimentadas con lactosa. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.

En los análisis de voltamperometrías finales la prueba R1-CO8 fue la que produjo la mayor densidad de corriente iniciando en 200 mA m^{-2} hasta 2700 mA m^{-2} en el potencial límite de 1 V vs Ag/AgCl , seguida de la prueba R1-CO10 en la que se observó que la densidad de corriente inició en 965 mA m^{-2} alcanzando una corriente máxima de 2500 mA m^{-2} en el potencial límite de 1 V vs Ag/AgCl . La máxima densidad de corriente de la prueba R1-CO10 fue mayor en relación a la prueba R2-CO10 en donde se observó que la densidad de corriente inició en 500 mA m^{-2} alcanzando 1050 mA m^{-2} también en el potencial límite 1 V vs Ag/AgCl , además en esta prueba se observó un pico de oxidación en $0.25 \text{ V vs Ag/AgCl}$.

La única prueba que inició en cero fue R1-CO6 alcanzando una densidad de corriente máxima de 250 mA m^{-2} hasta el potencial límite, mientras que las pruebas restantes iniciaron por arriba

de los 200 mA m^{-2} . Lo anterior posiblemente ocurrió debido a que el ánodo se encontraba con mayor densidad de microorganismos electroquímicamente activos que se encontraban en la biopelícula adherida al ánodo, otra opción sería, porque cambió el potencial mixto y empezó a polarizar en un potencial donde ya se llevaban a cabo reacciones de transferencia de carga (figura 13).

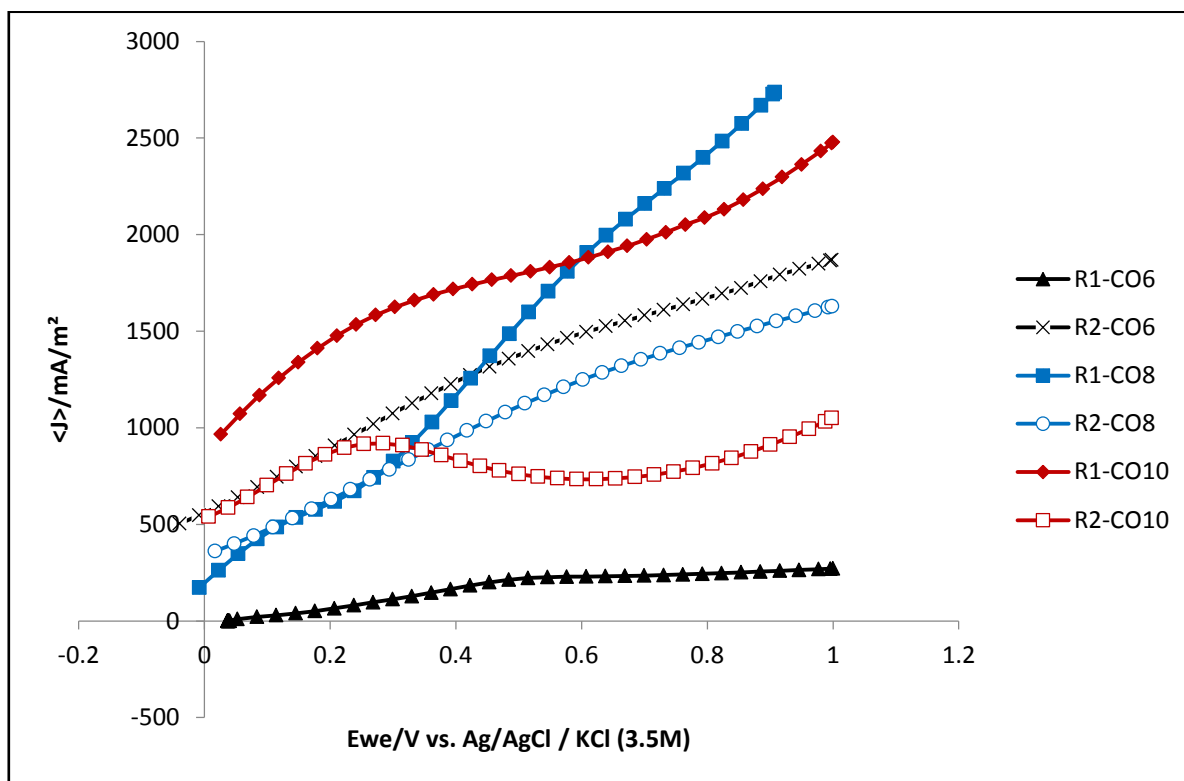


Figura 13. Voltamperogramas de cada una de las pruebas al tiempo final de la experimentación. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.

En la figura 13 se puede apreciar que todos los voltamperogramas son distintos a pesar de realizar los duplicados en condiciones similares, esto podría deberse a la cantidad de microorganismos electroquímicamente activos que se encontraban adheridos al ánodo al finalizar los ensayos, así como a la heterogeneidad del ánodo empacado dentro del reactor, ya que por ser de gran área y operar en modo lote, se crearon fases o estratos a lo largo de su eje. Los gradientes de sustrato disuelto, la sedimentación de partículas sólidas, así como la posición de los trozos de fieltro muy probablemente fue diferente entre los duplicados de reactores aun cuando se realizaron las pruebas simultáneamente.

9.2.4 Voltamperometría cíclica

Las CVs se estudian para determinar los procesos de oxidación y reducción que involucran transferencia de carga a través de la biopelícula. Se realizaron CVs iniciales y finales en condiciones similares programando 3 ciclos para cada prueba. El voltamperograma inicial de la prueba R1-CO6 no presentó picos redox sin embargo al tiempo final se observó un ligero incremento de corriente debido al desarrollo de los microorganismos en el electrodo (figura 14A). En el voltamperograma final de la prueba R2-CO6 se observó una disminución de la densidad de corriente posiblemente originada por el desprendimiento de la biopelícula en el electrodo. Aunque se observó una pareja redox al tiempo inicial en el análisis final hubo una separación muy amplia entre los picos, con un pico de oxidación en 0.6 V vs Ag/AgCl y 1600 mA m^{-2} y un pico de reducción en $-0.8 \text{ V vs Ag/AgCl}$ y -1600 mA m^{-2} lo que indica un proceso no reversible (figura 14B).

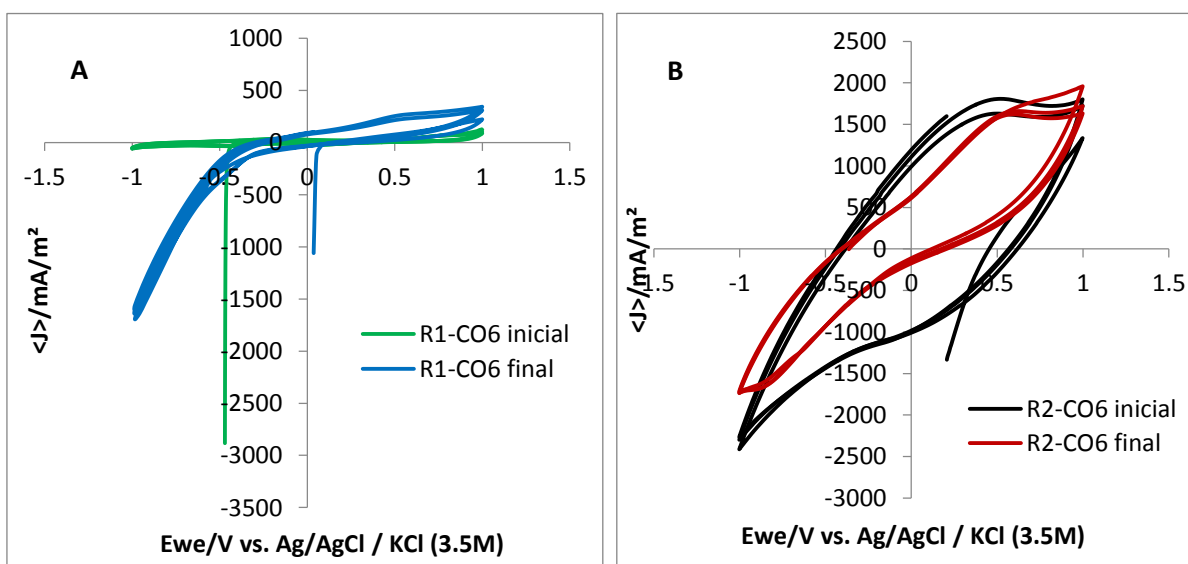


Figura 14. Voltamperogramas de los dos reactores repetición 1 (A) y repetición 2 (B).

Electrodos de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con 6 g L^{-1} de lactosa.

En las curvas de voltamperometría cíclica se espera que al tiempo final se incremente la corriente en comparación con el tiempo inicial debido al desarrollo de la biopelícula sobre el electrodo. Pero en algunos casos la corriente final fue menor que la corriente inicial, como se observa en la figura 15. El voltamperograma inicial de la prueba R1-CO8 presentó una pareja redox con un pico de oxidación en 0.5 V vs Ag/AgCl y 1600 mA m^{-2} detectado también con la

técnica de LSV (figura 12) y un pico de reducción en $-0.4 \text{ V vs Ag/AgCl}$ y 1450 mA m^{-2} . Y en el voltamperograma inicial de la prueba R2-CO8 se identificó una pareja redox con un pico de oxidación de 950 mA m^{-2} en 0.4 V vs Ag/AgCl y un pico de reducción de -500 mA m^{-2} en 0.1 V vs Ag/AgCl , sin embargo la corriente también disminuyó al tiempo final. Las parejas redox detectadas al tiempo inicial se atribuyen a la rápida degradación del sustrato en el medio, llevada a cabo por los microorganismos ya que se utilizó el ánodo empacado de los ensayos previos, en tanto que durante el tiempo de operación se fue agotando el sustrato, motivo por el cual al tiempo final ya no se detectaron las señales redox. Igualmente, es posible que haya tenido lugar una reacción de reducción de oxígeno disuelto en el medio atrapado en las fibras del fieltro de carbón al inicio de la operación, lo que también resulta en una señal de reducción (figura 15).

Dou, et al., (2018) evaluaron el efecto de la biopelícula y el voltaje externo en el desempeño de los sistemas bioelectroquímicos usando como inóculo biomasa suspendida. Mediante la técnica de CV obtuvieron resultados similares a los del presente estudio para las pruebas con 8 g de lactosa; dichos autores atribuyeron la pareja redox encontrada al tiempo inicial a la degradación del sustrato por la comunidad microbiana.

Por otra parte, aunque la técnica de CV proporciona información útil para identificar los procesos redox de transferencia de carga, se requieren de análisis complementarios para definir a que se deben esas reacciones que ocurren en la interfase electrodo-electrolito.

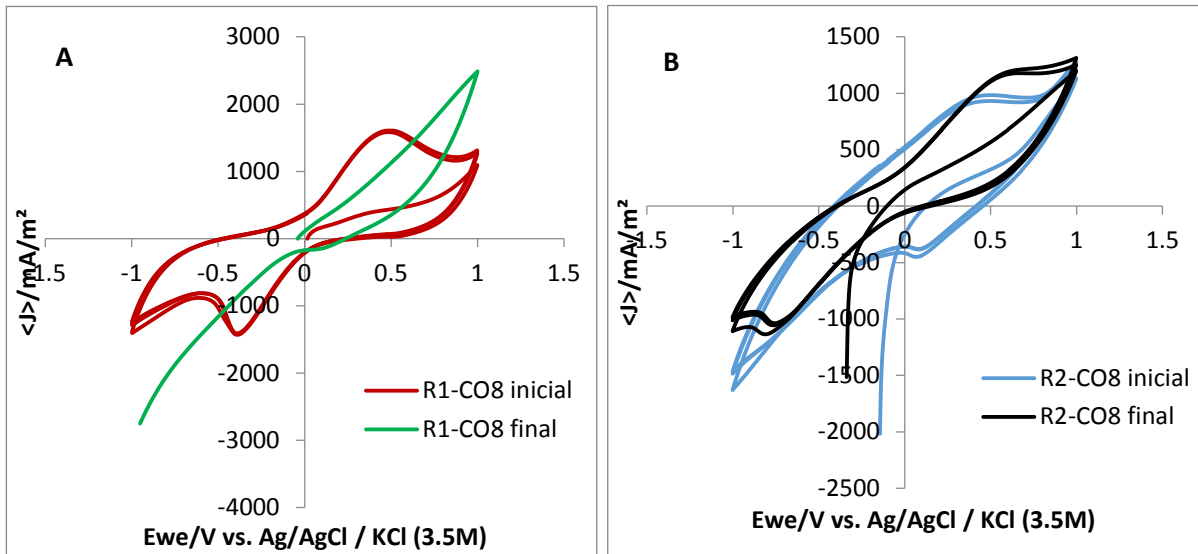


Figura 15. Voltamperogramas de los dos reactores repetición 1 (A) y repetición 2 (B). Electrodo de fieltro de carbón en lixiviados de composta adicionado con 8 g L^{-1} de lactosa.

Por otra parte, los voltamperogramas se presentaron sin cerrar el ciclo de barrido debido a que la técnica se interrumpía posiblemente por la alta generación de corriente que estaba circulando en el sistema, bien por la capacidad de registro de corriente del propio equipo (figura 16A, R2-CO10 figura 16B y R1-CO8 figura 16A). En la prueba R2-CO10 se identificó una pareja redox cuasirreversible al tiempo final con un pico de oxidación en 0.3 V vs Ag/AgCl y 1700 mA m^{-2} y un pico de reducción en -0.6 V y -1900 mA m^{-2} . Sin embargo estos picos no fueron encontrados al tiempo inicial, lo que sugiere que hubo una formación de biopelícula con una capacidad de transferir electrones extracelulares al electrodo en presencia de sustrato en el tiempo final, las señales redox se originaron por componentes que se formaron durante la cronoamperometría tanto químicos como bioquímicos proveniente de los microorganismos estimulados por el potencial aplicado (Choi et al., 2017; Cercado-Quezada et al., 2010).

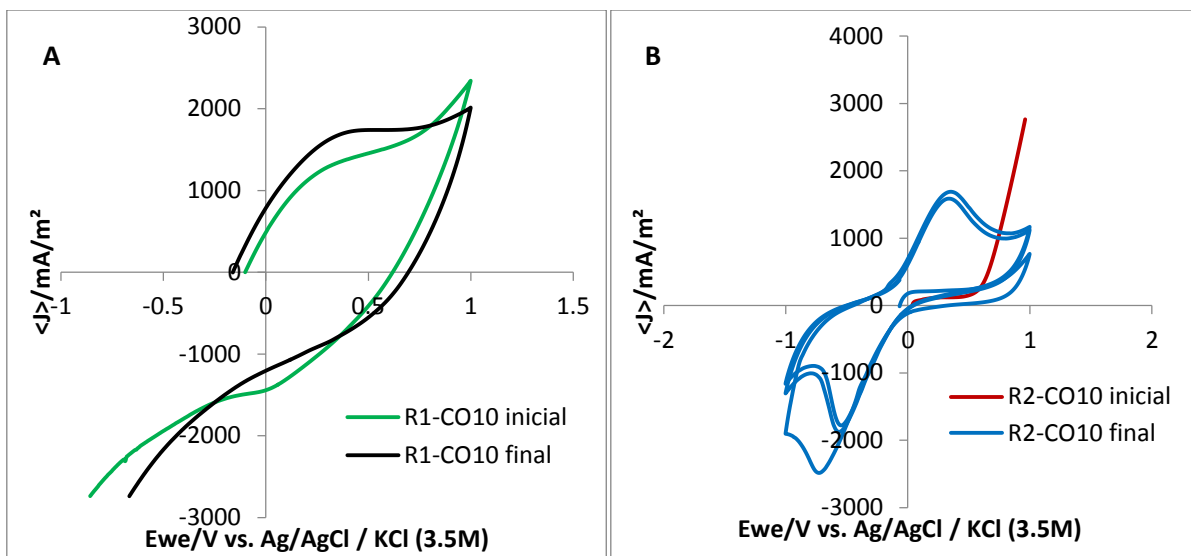


Figura 16. Voltamperogramas de los dos reactores repetición 1 (A) y repetición 2 (B). Los ciclos fueron interrumpidos debido a limitaciones técnicas intrínsecas del equipo y medición. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con 10 g L^{-1} de lactosa.

9.2.5 Producción de densidad de corriente

La cronoamperometría permite evaluar el desempeño del sistema en cuanto a la producción de corriente. En la figura 17 se observa que la prueba con densidad de corriente más alta fue la R1-CO8 con 625 mA m^{-2} en el día 12, y fue la prueba que mayor producción de biogás se observó (52 mL) en un periodo de 20 días, como se describe en la sección 9.3. Lo anterior concuerda con Kadier et al., (2016) quienes señalan que la generación de corriente está directamente relacionada con la producción de hidrógeno, metano o el producto de valor agregado que se desee obtener, de acuerdo a la ley de Faraday de la electrólisis. Esta indica que la reducción de protones solo es posible debido a la cantidad de electrones que viajan a través del circuito externo, por lo que cuanto mayor sea el número de electrones atravesando el circuito externo mayor es la producción del compuesto de interés. Los autores señalan que también el uso de ánodos de gran área superficial así como los espacios reducidos entre los electrodos ayudan a incrementar las densidades de corriente.

El segundo ensayo con el mejor desempeño fue el R2-CO6 el cual arrojó una corriente máxima de 600 mA m^{-2} en el día 14. La fase de adaptación en esta prueba fue de 5 días, periodo más largo que los 2 días del ensayo R1-CO8. El ensayo R2-CO6 además de una elevada densidad de corriente también presentó el segundo mejor porcentaje de remoción de DQO el cual estuvo en el orden de 95.5 %.

En tres de las pruebas (R2-CO6, R1-CO8 y R2-CO8) se observa claramente una primera fase de inicio o latencia en el que la densidad de corriente se mantiene baja, lo cual está relacionado con la adaptación de los microorganismos al medio. Posteriormente se encuentra la segunda fase (exponencial) en el que la densidad de corriente va en aumento hasta alcanzar un máximo. Esto se debe al crecimiento y desarrollo de la población microbiana electroactiva que se encuentra adherida al ánodo. Finalmente la densidad de corriente va disminuyendo, indicando que la población microbiana también decrece, o bien por término del ciclo de vida de una parte de la comunidad microbiana en la biopelícula. Esto a su vez podría deberse a la disminución del sustrato de fácil asimilación, otra opción sería que el sustrato disponible en el medio fue consumido (Kushagra et al., 2020), lo cual concuerda con las mediciones de DQO removido superiores al 90 %.

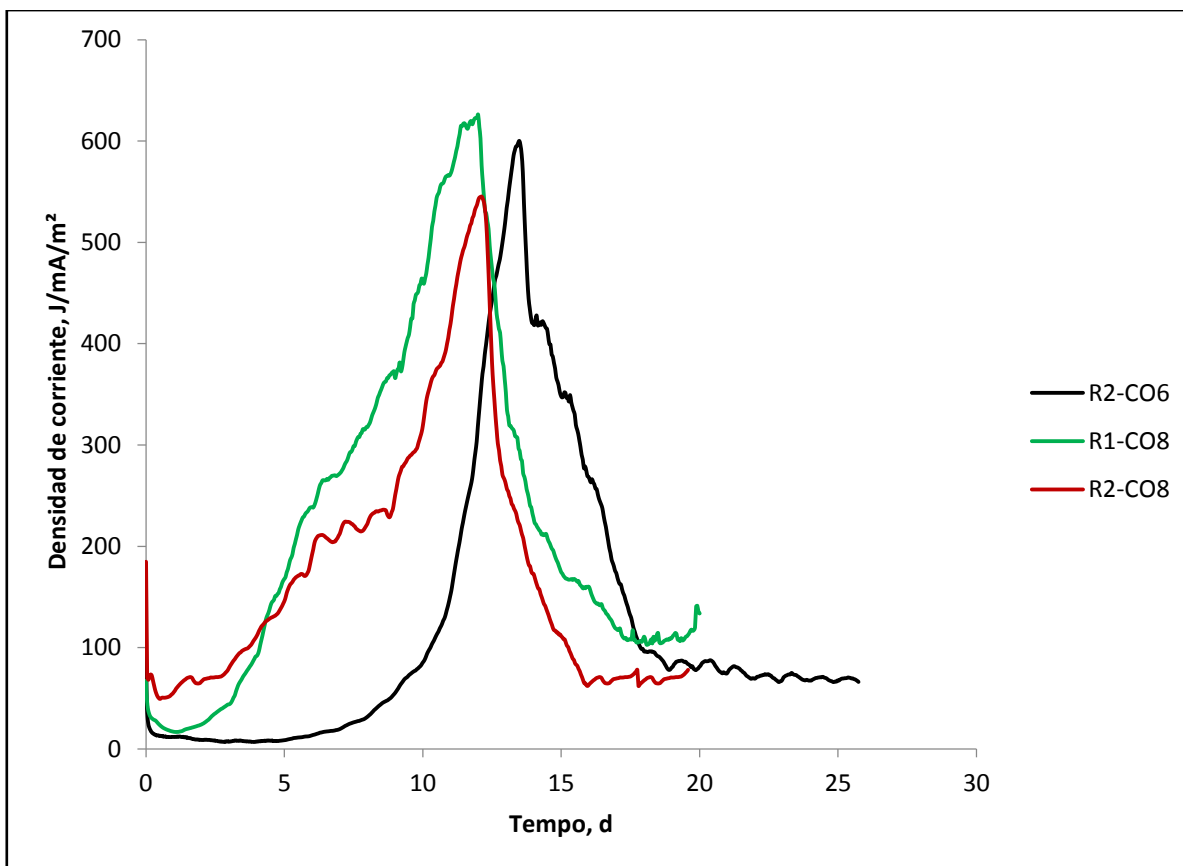


Figura 17. Ensayos con mayores densidad de corriente a través del tiempo con voltaje aplicado de 0.05 V vs Ag/AgCl. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa.

Por otro lado, en la figura 18 las pruebas R1-CO10 y R2-CO10 prácticamente no se observó una corriente estable en las curvas, lo cual podría ser atribuido a la alta concentración de sustrato empleado en los ensayos pudiendo inhibir la generación de corriente. Otro factor a considerar es la temperatura ambiente en la que estuvo operando el reactor debido a que las temperaturas estuvieron variando de 16° C a 20 °C, por lo que posiblemente esta también fue una de las causas para que la corriente máxima se mantuviera en valores comparativamente bajos en el orden de 30 a 56 mA m⁻². Por otra parte las pruebas R1-CO6 y R2-CO6 a pesar de operar en condiciones iguales de concentración de lactosa, la producción de corriente entre ambas fue divergente.

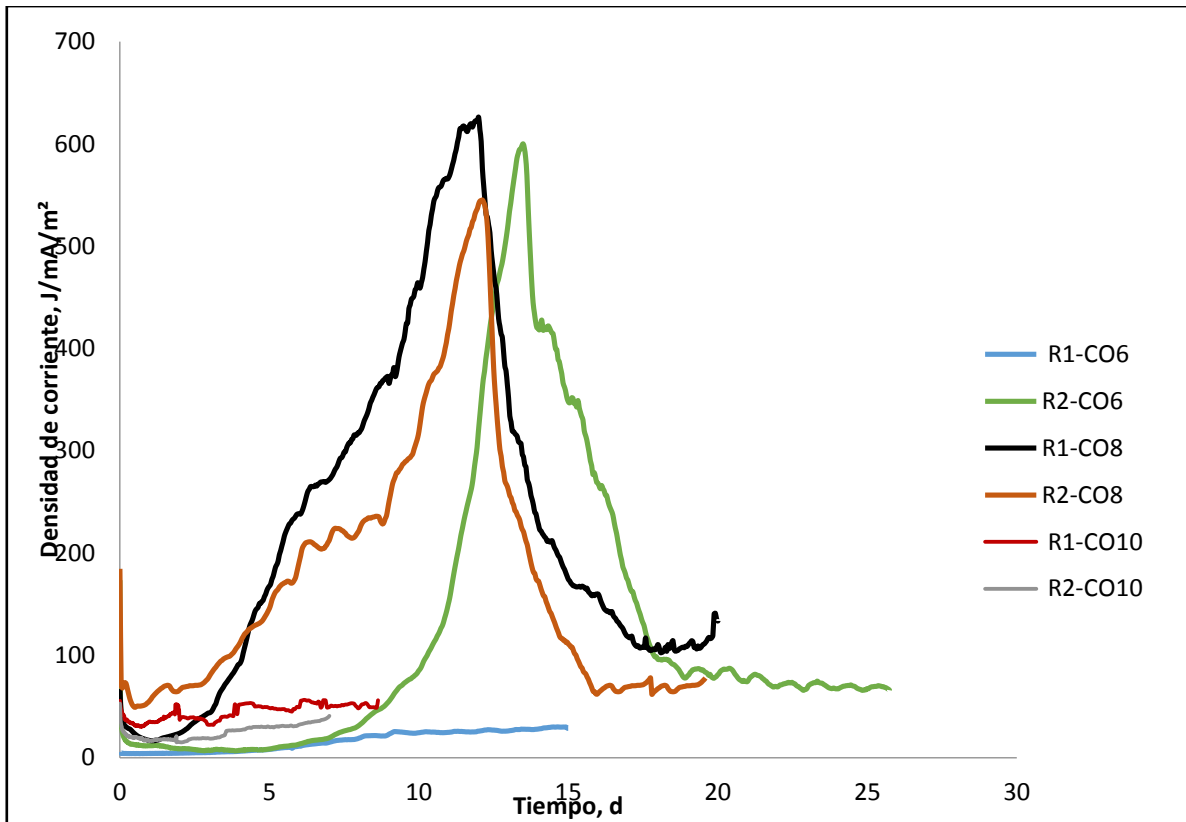


Figura 18. Cronoamperogramas obtenidos de todas las pruebas a través del tiempo experimental. Electrodo de fieltro de carbón en lixiviado de composta adicionado con diferentes concentraciones de lactosa y con voltaje aplicado de 0.05 V vs Ag/AgCl

Las pruebas R1-CO6 y R2-CO6 fueron los ensayos con el mayor tiempo para el inicio de la producción de corriente, en esta condición de concentración de lactosa solo la prueba R2-CO6 presentó una evolución con aumento de corriente. En la prueba que no se incrementó la corriente posiblemente fue debido a la baja concentración inicial de sustrato debido a que fue la prueba con la concentración inicial de DQO ($5,950 \text{ mg L}^{-1}$) más baja durante el tiempo experimental.

9.3 Producción de gases

La medición de la producción de biogás se realizó por el método de la probeta invertida, como se aprecia en la figura 19.



Figura 19. Instalación anexa al birreactor para colección de biogás por el método de la probeta invertida.

En la figura 20 se aprecia la acumulación del biogás que se colectó durante el tiempo experimental. Como se puede observar, solo se obtuvo producción de biogás en 2 de 6 pruebas realizadas. La prueba R1-CO8 produjo 52 mL de biogás en 6 días, también fue la prueba con mayor generación de corriente (625 mA m^{-2}) alcanzando su máxima corriente en el día 12; mientras que la prueba R1-CO10 solo produjo 10 mL en el mismo lapso de tiempo, sin embargo la corriente generada en esta prueba se mantuvo menor a 60 mA m^{-2} . Posiblemente la temperatura ambiente durante la operación del reactor fue una de las causas debido a que el rango de temperatura fue de $16 \text{ }^{\circ}\text{C}$ a $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$, pudiendo haber inhibido el desarrollo de los microorganismos.

Cabe resaltar que para ambas pruebas R1-CO8 y R1-CO10 se realizaron por duplicado; sin embargo, en las repeticiones no se produjeron biogás como tampoco en las pruebas con 6 g de lactosa, en la que no se observó producción de biogás. Un comportamiento similar fue reportado por Segundo-Aguilar et al., (2021), en donde no se obtuvo producción de biogás en las pruebas con bajo contenido de biomasa.

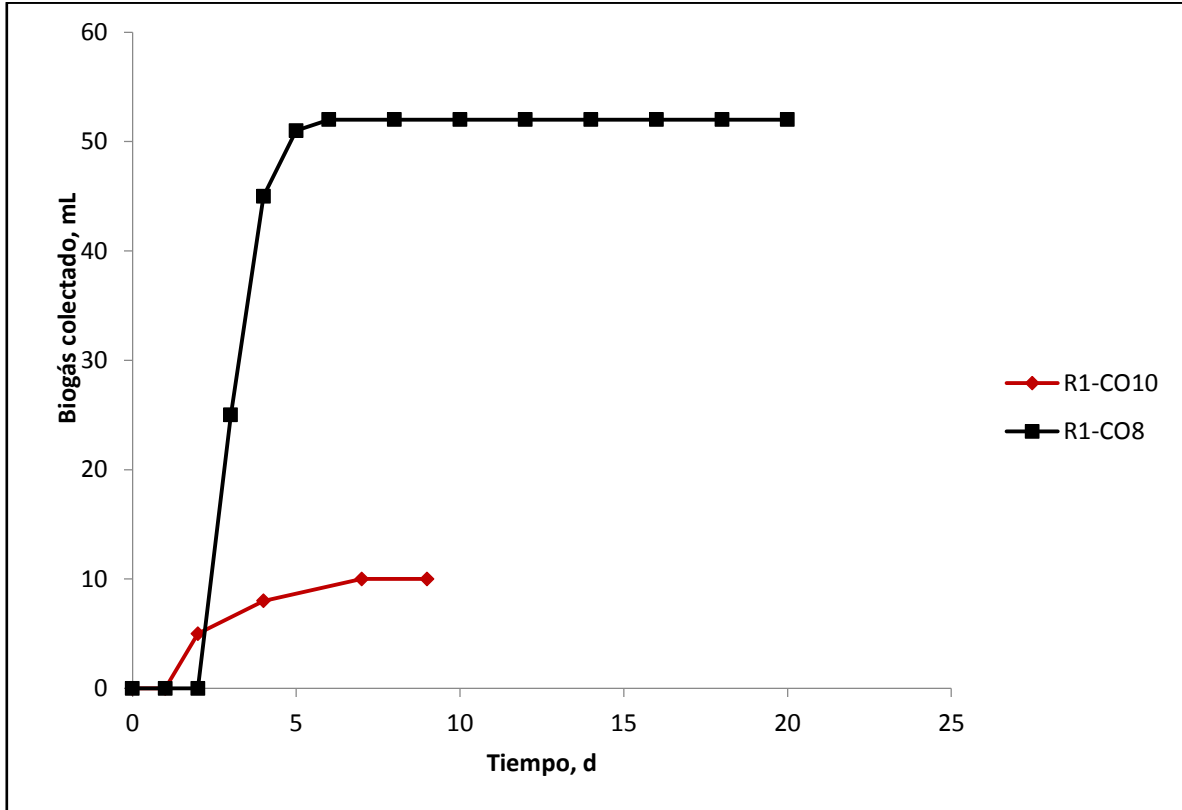


Figura 20. Biogás colectado a diferentes concentraciones de lactosa durante el tiempo experimental en un reactor instalado con electrodos de fieltro de carbón en lixiviado de composta a potencial de 0.05 V vs. Ag/AgCl.

9.4 Desempeño general del sistema

Eficiencia coulombica

El desempeño de los sistemas fue evaluado mediante los siguientes parámetros: eficiencia coulombica, carga experimental, carga teórica, remoción de DQO, rendimiento de biogás, así como la eficiencia energética (tabla 8). La eficiencia coulombica es un parámetro calculado con base en la recuperación total de carga entre la carga proveniente del sustrato (Cerillo et al., 2017).

Las eficiencias coulombicas obtenidas en el presente trabajo se encuentran en un rango de 1.8 % a 43 % estos resultados son alentadores considerando que el sustrato es una mezcla compleja. El mayor porcentaje de eficiencia coulombica (43.1%) y de densidad de corriente se obtuvieron en la prueba R1-CO8 mientras que el mayor porcentaje de remoción de DQO se obtuvo en la prueba R2-CO8, sin embargo, esta prueba apenas obtuvo una eficiencia coulombica de 18.1%. La prueba R2-CO6 fue la segunda con mejor desempeño en eficiencia coulombica con un valor de 39.5 %, mientras que en las pruebas R1-CO10, R2-CO10 y R1-CO6 los valores de EC fueron menores a 5.1 %.

Los autores Yasri et al. (2019) mencionan que las eficiencias coulombicas en sistemas bioelectroquímicos utilizando como sustratos acetato, glucosa y butirato fueron de 60%, 28% 8-15 %, respectivamente. Sin embargo, estos no son sustratos complejos como los utilizados en el presente estudio, por lo que los resultados obtenidos son alentadores. Además, los porcentajes de eficiencia coulombica obtenidos en esta investigación se encuentran por encima de los valores reportados por Paz-Mireles et al., (2019) quienes tambien utilizaron lixiviados de composta como fuente de inóculo adicionando lactato, etanol y una mezcla de acetato, propionato y butirato, o solo acetato. Los autores mencionados reportaron con dichos sustratos una eficiencia coulombica de 8.05 % a 32.70 %. Aunque otros trabajos reportan eficiencias coulombicas de 121% a 154% en reactores de una cámara utilizando agua residual de la industria láctea (sintética) enriquecida con acetato (Hou et al., 2015), es de esperarse que la adición del acetato al medio promueva la electroactividad de la comunidad microbiana presente en el reactor, y por lo tanto la transferencia de electrones incrementando así la eficiencia coulombica y la densidad de corriente.

En el aspecto electroquímico la forma de evaluar el desempeño entre sistemas es a través de la eficiencia coulombica por lo que los resultados obtenidos en el presente estudio son alentadores; además, pueden ser mejorados en futuras investigaciones si se realizan cambios en el sistema considerando las aportaciones hasta el momento como el control de temperatura y la concentración más favorable de lactosa.

Carga teórica y experimental

La carga teórica es la cantidad de electrones producidos acorde al sustrato consumido los cuales podrían ser transferidos al electrodo de trabajo y transportarse mediante el circuito externo desde el ánodo hacia el cátodo. Mientras que la carga experimental es la cantidad de electrones que fueron transferidos efectivamente y se obtiene mediante la integral de la corriente generada a través del tiempo (Paz-Mireles., 2016).

La mayor carga experimental se obtuvo en la prueba R1-CO8, que fue la prueba que presentó mayor producción de corriente; sin embargo, la cantidad de electrones transferidos fue menos de la mitad de la carga teórica (ver tabla 8). La carga teórica para todas las pruebas fue muy superior a la carga experimental, esto indica la alta resistencia que se presentó en la interfase electrodo-biopelícula, además de la posible pérdida de carga por el flujo hacia otras reacciones metabólicas al interior y/o exterior de las células microbianas.

La eficiencia energética

La eficiencia energética es un parámetro importante a considerar debido a que en los sistemas bioelectroquímicos se requiere de un suministro de energía externa en forma de voltaje aplicado, por lo cual es necesario identificar si el gasto de energía supera los beneficios o no, mediante la energía que se genera. La eficiencia de energía fue calculada en las pruebas en las que se recolectó gas con base en el voltaje suministrado; los resultados obtenidos indican que la eficiencia energética fue baja, de 0.06 % y 0.14 % en las pruebas en donde se colectó biogás; además, la eficiencia disminuyó con la disminución de la cantidad de lactosa añadida a la mezcla de lixiviado de composta. Paz-Mireles et al. (2019) reportan eficiencias energéticas en un rango de 0 % a 32 % utilizando lixiviados de composta con lactato y etanol así como una mezcla de acetato-propionato y butirato; mientras que Rani et al. (2020) reportan eficiencias energéticas en un rango de 78 % a 271%, éstos últimos mencionan que la eficiencia

energética fue disminuyendo conforme aumentaban la concentración de lixiviados en el agua residual. Claramente, la producción de biogás en el reactor bioelectroquímico fue muy limitada como para generar una ventaja energética. Las condiciones favorables son alta concentración de biomasa, temperatura alrededor de 35 °C y posiblemente un medio mezclado, como fue mencionado en la sección de introducción.

Los parámetros de evaluación del desempeño descritos en la tabla 8 son importantes en los sistemas bioelectroquímicos para aplicaciones futuras, por lo que se han efectuado diversos estudios para la mejora de dichos parámetros, sin embargo la mayoría de los estudios reportados han empleado sustratos modelo o de fácil degradación. Existen pocas referencias sobre el comportamiento de los sistemas bioelectroquímicos con efluentes reales o sustratos complejos. Debido a lo anterior, los resultados obtenidos en el presente trabajo son de interés, ya que la mezcla de lixiviado de composta con lactosa podrían ser de utilidad como un antecedente para investigaciones futuras sobre la obtención de energía a partir de efluentes de la industria lactoalimentaria (ver sección de recomendaciones).

Tabla 8. Desempeño general del sistema.

Desempeño del sistema						
Parámetros	R1-CO6	R2-CO6	R1-CO8	R2-CO8	R1-CO10	R2-CO10
Máxima densidad corriente (mA m ⁻²)	30	600	625	550	56	40
Carga experimental (C)	3,271.58	42,026.70	59,869.50	42,476.80	5,299.31	2,653.89
Carga teórica (C)	178,973.64	106,326.47	138,914.27	234,748.00	104,686.22	90,309.96
Eficiencia coulombica (%)	1.8	39.5	43.0	18.0	5.0	2.9
Remoción de DQO (%)	92.6	95.5	91.2	97.3	53	47
Rendimiento de biogás (m ³ /m ³ d)	0	0	4	0	1.58	0
Consumo de energía (kW h mL)	0	0	288.46	0	60.48	0
Eficiencia energética (%)	0	0	0.06	0	0.14	0

10.- Conclusiones

Considerando todos los parámetros, en este estudio se infiere la influencia que tiene la concentración de lactosa sobre la producción de corriente, así como el rendimiento respecto a la producción de energía en términos de densidad de corriente y biogás producido en el sistema bioelectroquímico. Con las tres concentraciones probadas de lactosa (6, 8 y 10 g L⁻¹), se puede concluir que la más adecuada fue 8 g L⁻¹ debido a que fue la prueba con mayor remoción de DQO, además de generar la mayor corriente, así como la mayor producción de biogás.

Al evaluar y analizar los lixiviados de composta con lactosa se comprobó que contienen microorganismos electroquímicamente activos, ya que en todas las mezclas probadas generaron corriente, sin embargo se observó que a mayor concentración de lactosa se obtuvo menor producción de corriente, aunque también podría deberse a la temperatura ambiente durante el tiempo de operación del reactor, por lo que debe considerarse una concentración óptima de lactosa en el desempeño del reactor bioelectroquímico.

En la mezcla con 10 gramos de lactosa, la corriente se mantuvo en el rango de 30 mA m⁻² a 56 mA m⁻² con una eficiencia coulombica de 2.9 % a 5.0 %, un rendimiento de biogás 1.58 m³/m³d y una eficiencia energética de 0.14 %, mientras que la mezcla con 8 gramos de lactosa la corriente fue de 550 mA m⁻² a 625 mA m⁻², la eficiencia coulombica de 18.0 % a 43.0 %, un rendimiento de biogás de 0 a 4 m³/m³d con una eficiencia energética de 0.06 %, sin embargo, la mezcla con 6 gramos de lactosa la corriente fue de 30 mA m⁻² a 600 mA m⁻² con una eficiencia coulombica de 1.8 % a 39.5 %, aunque para esta concentración de lactosa no fue posible la recolección de biogás.

Con base en todo lo anterior, se concluye que el uso del reactor bioelectroquímico de una cámara operado con una mezcla compleja como sustrato es una tecnología atractiva para futuras aplicaciones con efluentes reales de elevadas cargas orgánicas o composición compleja como son los efluentes de las industrias lácteas, ya que uno de los componentes principales de este tipo de agua residual es la lactosa y ha quedado demostrada la viabilidad de su uso como fuente de sustrato para producción de corriente eléctrica principalmente y de biogás.

11.- Recomendaciones

Se recomienda para futuros trabajos realizar ensayos con las concentraciones de lactosa usada con diferentes voltajes aplicados y con 0.05 V *vs* Ag/AgCl con el fin de comparar los resultados obtenidos en el presente estudio, debido a que en este solo se evaluó el desempeño del reactor con 0.05 V *vs* Ag/AgCl aplicado al ánodo. Aunque se obtuvieron resultados favorables, se sugiere realizar estas pruebas con el fin de mejorar los resultados, aumentar la eficiencia energética, así como la remoción de materia orgánica.

Se recomienda operar el reactor a periodos mayores de tiempo con el fin de incrementar la eficiencia coulombica, energética, así como la remoción de materia orgánica. Por otra parte se podría determinar la concentración de sólidos volátiles en el reactor debido a que en el presente trabajo no fue posible determinarlo así como realizar ensayos con temperatura controlada (chaquetas de calentamiento o baño de recirculación) para evaluar los efectos de este parámetro durante el tiempo de operación del sistema y hacer una comparación con el presente estudio.

Para la técnica de espectroscopía de impedancia electroquímica se recomienda proponer un circuito equivalente que tome en cuenta las resistencias en el sistema o la constante de tiempo de la biopelícula, para inferir si no creció lo suficiente o creció de más. Esto con el fin de realizar los cálculos en cuanto a esta técnica electroquímica.

Por otro lado, en investigaciones posteriores se podrían emplear aguas residuales de la industria láctea reales para analizar el efecto de sus características, en microorganismos autóctonos y nutrientes presentes, sobre la producción de corriente así como sobre la remoción de materia orgánica en el reactor bioelectroquímico de ánodo empacado con recirculación a fin de evitar la formación de estratos y zonas heterogéneas.

12.- Referencias bibliográficas

- Abdelsalam, E., Samer, M., Attia , Y., Abdel-Hadi, M., Hassan, H., & Badr, Y. (2016). Comparison of nanoparticles effects on biogas and methane production from anaerobic digestion of cattle dung slurry. *Renewable Energy*, 592-598.
- Aguilar González, G. B.-M. (2016). Estado actual de los sistemas bioelectroquímicos: Factibilidad de su uso para aumentar la producción ruminal de propionato. Querétaro.
- Amani, T., M. N., & T. S. (2010). Anaerobic digestion from the viewpoint of microbiological, chemical, and operational aspects — a review. *NRC Research Press*, 255–278.
- Aqiang Ding, Yang, Y., Sun, G., & Wua, D. (2016). Impact of applied voltage on methane generation and microbial activities in an anaerobic microbial electrolysis cell (MEC). *Chemical Engineering Journal*, 260-265.
- Arango Ruíz , Á., & Garcés Giraldo, L. (2007). Tratamiento de aguas residuales de la industria láctea. *Producción más limpia*, 23-30.
- Ashok, J., Pati, S., Hongmanorom, P., Tianxi, Z., Junmei, C., & Kawi, S. (2020). A review of recent catalyst advances in CO₂ methanation processes. *Catalysis Today*, 1-19.
- Asunis , F., De Gioannis, G., Dessi, P., Isipato, M., N. L. Lens, P., Muntoni, A., y otros. (2020). The dairy biorefinery: Integrating treatment processes for cheese whey valorisation. *Journal of Environmental Management*, 1-15.
- Baek, G., Kim, J., Lee, S., & Lee, C. (2017). Development of biocathode during repeated cycles of bioelectrochemical conversion of carbon dioxide to methane. *Bioresource Technology*, 1201-1207.
- B. Tartakovsky, M.-F. Manuel, V. Neburchilov, H. Wang, & S.R. Guiot. (2008). Biocatalyzed hydrogen production in a continuous flow microbial fuel cell with a gas phase cathode. *Journal of Power Sources*, 291-297.
- Bajracharya, S., Aryal, N., De Wever, H., & Pant, D. (2019). Bioelectrochemical Syntheses. En *An Economy Based on Carbon Dioxide and Water* (págs. 327-358). Springer.
- Bajracharya, S., Srikanth, S., Mohanakrishna, G., Zacharia, R., PBTB Strik, D., & Pant, D. (2017). Biotransformation of carbon dioxide in bioelectrochemical systems: State of the art and future prospects. *Journal of Power Sources*, 256-273.
- Bard, A., & Faulkner, L. (2001). *Electrochemical methods: Fundamentals and Applications*. Estados Unidos: John Wiley & Sons.
- Bo, T., Zhu, X., Zhang, L., Yong, T., He, X., Li, D., y otros. (2014). A new upgraded biogas production process: Coupling microbial electrolysis cell and anaerobic digestion in single-chamber, barrel-shape stainless steel reactor. *Electrochemistry Communication*, 67-70.

- Burkhardt, M., & Busch, G. (2013). Methanation of hydrogen and carbon dioxide. *Applied Energy*, 74-79.
- Cai, W., Han, T., Guo, Z., Varrone, C., Wang, A., & Liu, W. (2016). Methane production enhancement by an independent cathode in integrated anaerobic reactor with microbial electrolysis. *Bioresource Technology*, 13–18.
- CANILEC. (2018). *Estadísticas del sector lácteo*.
- Carrera Chacón, R. (2018). *Tratamiento de aguas residuales y producción de hidrógeno con un sistema bioelectroquímico asistido con dos diferentes membranas*. Chihuahua.
- Cercado-Quezada, B., Delia, M.-L., & Bergel, A. (2010). Testing various food-industry wastes for electricity production in microbial fuel cell. *Bioresource Technology*, 2748–2754.
- Cerrillo, M., Viñas, M., & Bonmatí, A. (2017). Start-up of electromethanogenic microbial electrolysis cells with two different biomass inocula for biogas upgrading. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 2-33.
- Chae, K.-J., Choi, M.-J., Kim, K.-Y., Ajayi, F., Chang, I.-S., & Kim, I. (2010). Selective inhibition of methanogens for the improvement of biohydrogen production in microbial electrolysis cells. *International journal of hydrogen energy*, 1 3 3 7 9 – 1 3 3 8 6.
- Choi, K.-S., Kondaveeti, S., & Min, B. (2017). Bioelectrochemical methane (CH₄) production in anaerobic digestion at different supplemental voltages. *Bioresource Technology*, 826-832.
- Chuen Chan, P., Alves de Toledo, R., In Iu, H., & Shim, H. (2018). Effect of Zinc Supplementation on Biogas Production and Short/Long Chain Fatty Acids Accumulation During Anaerobic Co-digestion of Food Waste and Domestic Wastewater. *Waste and Biomass Valorization*, 3885-3895.
- Dou, Z., Dykstra, C., & Pavlostathis, S. (2018). Bioelectrochemically assisted anaerobic digestion system for biogas upgrading and enhanced methane production. *Science of the Total Environment*, 1012–1021.
- Eggers, B. (2010). *Use of Electrochemical Techniques for Corrosion Measurement and Monitoring*. San Antonio, USA.
- Elakkiya, E., & Matheswaran, M. (2013). Comparison of anodic metabolisms in bioelectricity production during treatment of dairy wastewater in Microbial Fuel Cell. *Biore source Technology*, 407–412.
- Feng, Y., Zhang, Y., Chen, S., & Quan, X. (2014). Enhanced production of methane from waste activated sludge by the combination of high-solid anaerobic digestion and microbial electrolysis cell with iron–graphite electrode. *Chemical Engineering Journal*, 787–794.

- Flores Rodríguez , C., C. Nagendranatha , R., & Booki , M. (2019). Enhanced methane production from acetate intermediate by bioelectrochemical anaerobic digestion at optimal applied voltages. *Biomass and Bioenergy*.
- Flores-Rodríguez, C., & Min, B. (2019). Enrichment of specific microbial communities by optimum applied voltages for enhanced methane production by microbial electrosynthesis in anaerobic digestion. *Bioresource technology*, 1-9.
- Ghasemi, B., Yaghmaei, S., Abdi, K., Mardanpour, M., & Haddadi, S. (2019). Introducing an affordable catalyst for biohydrogen production in microbial electrolysis cells. *Journal of Bioscience and Bioengineering*, 1-10.
- Gómez Vidales, A., Omanovic, S., & Tartakovsky, B. (2019). Combined energy storage and methane bioelectrosynthesis from carbon dioxide in a microbial electrosynthesis system. *Bioresource Technology Reports*.
- Grazia , L. (2016). Process analysis of biological Sabatier reaction for bio-methane production. *Chemical Engineering Journal*, 490–498.
- Guo, X., Liu, J., & Xiao, B. (2013). Bioelectrochemical enhancement of hydrogen and methane production from the anaerobic digestion of sewage sludge in single-chamber membrane-free microbial electrolysis cells. *International journal of hydrogen energy*, 1342- 1347.
- Guo, Z., Thangavel, S., Wang, L., He, Z., Cai, W., Wang, A., y otros. (2016). Efficient Methane Production from Beer Wastewater in a Membraneless Microbial Electrolysis Cell with a Stacked Cathode: The Effect of the Cathode/Anode Ratio on Bioenergy Recovery. *Energy & Fuel*, 615-620.
- Hatti-Kaul, R., Mamo, G., & Bo, M. (2016). *Advances in Biochemical Engineering/Biotechnology*. Lund, Suecia: Springer.
- Horan, N., Yaser, A., & Wid, N. (2017). *Anaerobic Digestion Processes Applications and Effluent Treatment*. Malasia: Springer.
- Hou, Y., Zhang, R., Luo, H., Liu, G., Kim, Y., Yu, S., y otros. (2015). Microbial electrolysis cell with spiral wound electrode for wastewater treatment and methane production. *Process Biochemistry*, 1103-1109.
- Hou, Y., Zhang, R., Luo, H., Liu, G., Kim, Y., Yu, S., y otros. (2015). Microbial electrolysis cell with spiral wound electrode for wastewater treatment and methane production. *Process Biochemistry*, 1103-1109.
- Hou, Y., Zhang, R., Luo, H., Liu, G., Kim, Y., Yu, S., y otros. (2015). Microbial electrolysis cell with spiral wound electrode for wastewater treatment and methane production. *Process Biochemistry*, 1103-1109.

- Hou, Y., Zhang, R., Luo, H., Liu, G., Kim, Y., Yu, S., y otros. (2015). Microbial electrolysis cell with spiral wound electrode for wastewatertreatment and methane production. *Process Biochemistry*, 1103–1109.
- Jafari Mansoorian, H., Hossein Mahvi, A., Jonidi Jafari, A., & Khanjani, N. (2016). Evaluation of dairy industry wastewater treatment and simultaneous bioelectricity generation in a catalyst-less and mediator-less membrane microbial fuel cell. *Journal of Saudi Chemical Society*, 88-100.
- Jeong Shin, H., A. Jung, K., Woo Nam, C., & Moon Park, J. (2017). A genetic approach for microbial electrosynthesis system as biocommodities production platform. *Bioresource Technology*, 1421-1429.
- Jourdin, L., Sousa, J., Stralen, N., & P.B.T.B. Strik, D. (2020). Techno-economic assessment of microbial electrosynthesis from CO₂ and/or organics: An interdisciplinary roadmap towards future research and application. *Applied Energy*, 1-16.
- Kadier, A., Simayi, Y., Abdesahian, P., Azman, N. F., Chandrasekhar , K., & Sahaid Kalil, M. (2016). A comprehensive review of microbial electrolysis cells (MEC) reactor designs and configurations for sustainable hydrogen gas production. *Alexandria Engineering Journal*, 427-443.
- Kim, I., Yang, E., Choi, M.-J., & Chae, K.-J. (2015). Bioelectrochemical Production of Hydrogen from Organic Waste. En R. L., Z. Fang, J. Smith, & X. Qi , *Production of Hydrogen from Renewable Resources* (págs. 249-281). Dordrecht: Springer.
- Koblah Quashie, F., Feng, K., Fang, A., Agorinya, S., Antwi, P., Tetteh Kabutey, F., y otros. (2020). Efficiency and key functional genera responsible for simultaneous methanation and bioelectricity generation within a continuous stirred microbial electrolysis cell (CSMEC) treating food waste. *Science of the total environment*, 1-10.
- Krieg, T., Madjarov, J., F. M. Rosa, L., Enzmann, F., Harnisch, F., Holtmann, D., y otros. (2018). Reactors for Microbial Electrobiotechnology. En F. Harnisch, & D. Holtmann, *Bioelectrosynthesis* (págs. 231-271). Cham: Springer.
- Kushagra, A., Bazal, D., Kumar Pradhan, A., Ghosh, P., Ghosh, S., & Pandey, A. (2020). Two-terminal DC mode measurements for sensing of growth phases of multi-species microbial population in nutrient broth. *Sensing and Bio-Sensing Research*, 1-5.
- Leicester, D., Amezaga, J., & Heidrich, E. (2020). Is bioelectrochemical energy production from wastewater a reality? Identifying and standardising the progress made in scaling up microbial electrolysis cells. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 1-15.
- Liao, Q., Chang, J.-s., Herrmann, C., & Xia , A. (2018). Biofuel Production from Bioelectrochemical Systems. En *Bioreactors for Microbial Biomass and Energy Conversion* (págs. 435-461). Singapore: Springer.

- Liebetrau, J., Strauber, H., Kretzschmar, J., Denysenko, V., & Nelles, M. (2017). Anaerobic Digestion. En K. Wagemann, & N. Tippkötter, *Biorefineries* (págs. 281-299). Cham: Springer.
- Liu, H., & Hu, H. (2012). Microbial Electrolysis: Novel Biotechnology for Hydrogen Production from Biomass. En P. C. Hallenbeck, *Microbial Technologies in Advanced Biofuels Production* (págs. 93-105). Boston: Springer.
- Liu, Y., Li, Y., Gan, R., Jia, H., Yong, X., Yong, Y.-C., y otros. (2020). Enhanced biogas production from swine manure anaerobic digestion via in-situ formed graphene in electromethanogenesis system. *Chemical Engineering Journal*, 1-10.
- Lorenzo Acosta, Y., & Obaya Abreu, M. (2005). La digestión anaerobia. Aspectos teóricos. Parte I. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 35-48.
- Marsili, E., Rollefson, J., Baron, D., Hozalski, R., & Bond, D. (2008). Microbial Biofilm Voltammetry: Direct Electrochemical Characterization of Catalytic Electrode-Attached Biofilms. *Applied and environmental microbiology*, 7329–7337.
- Mejía Sánchez, G. (1996). *Digestión anaerobia*. Merida: Universidad Autónoma de Yucatán.
- Metcalf, & Eddy. (1991). *Wastewater Engineering Treatment Disposal Reuse*. Madrid: McGraw Hill International.
- Molaey, R., Bayrakdar, A., Önder Sürmeli, R., & Çalli, B. (2018). Anaerobic digestion of chicken manure: Influence of traceelement supplementation. *Engieneering in life sciences*, 143-150.
- Morán, R. M. (2016). Domestic wastewater treatment in parallel with methane production in an microbial electrolysis cell. *Renewable Energy*, 442-448.
- Moreno, J., Moral, R., García-Morales, J., Pascual, J., & Bernal, M. (2014). *De residuo a recurso. El camino hacia la sostenibilidad*. México, D.F.: Grupo mundi prensa.
- Moreno, R., San-Martín, M., Escapa, A., & A. (2016). Domestic wastewater treatment in parallel with methane production in a microbial electrolysis cell. *Renewable Energy*, 442-448.
- O. Hamdan, M., A. N. Hejase, H., M. Noura, H., & A. Fardoun, A. (2014). The Effect of Internal Parameters on Biohydrogen Production in Batch Microbial Electrolysis Cell Reactor. En *ICREGA'14 - Renewable energy: Generation and applications* (págs. 11-22). Emiratos Arabes: Springer.
- Ozkan, S., Kauffmann, J.-M., & Zuman, P. (2010). Electroanalytical Techniques Most Frequently Used in Drug Analysis. En F. Scholz, *Electroanalysis in Biomedical and Pharmaceutical Sciences* (págs. 45-81). Alemania: Springer.
- Parot, S., Délia, M.-L., & Bergel, A. (2008). Acetate to enhance electrochemical activity of biofilms from garden compost. *Electrochim*, 2727-2742.
- Parra Huertas, R. A. (2015). Digestión anaeróbica: mecanismos biotecnológicos en el tratamiento de aguas residuales y su aplicación en la industria alimentaria. *Producción mas limpia*, 10(02),

URL: http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552015000200014.

- Paz-Mireles, C. L. (2016). *Efecto de la composición de mezclas de metabolitos procedentes de la fermentación oscura para su uso*. San Luis Potosí: Tesis de maestría.
- Paz-Mireles, C., Razo-Flores, E., Trejo, G., & Cercado, B. (2019). Inhibitory effect of ethanol on the experimental electrical charge and hydrogen production in microbial electrolysis cells (MECs). *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 106-113.
- Poolman, B. (1993). Energy transduction in lactic acid bacteria. *FEMS Microbiology Reviews*, 125-148.
- R. Beegle, J., & P. Borole, A. (2018). Energy production from waste: Evaluation of anaerobic digestion and bioelectrochemical systems based on energy efficiency and economic factors. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 343-351.
- Rani, G., Nabi, Z., Banu, J., & Yogalakshmi, K. (2020). Batch fed single chambered microbial electrolysis cell for the treatment of landfill leachate. *Renewable energy*, 168-174.
- Rousseau, R., Etcheverry, L., Roubaud, E., Basséguy, R., Délia, M.-L., & Bergel, A. (2020). Microbial electrolysis cell (MEC): Strengths, weaknesses and research needs from electrochemical engineering standpoint. *Applied Energy*, 1-18.
- Santamaría Freire, E., Álvarez Calvache, F., Santamaría Díaz, E., & Zamora Carrillo, M. (2015). Caracterización de los parámetros de calidad del agua para disminuir la
- Segundo-Aguilar, A., González-Gutiérrez, L., Climent Payá, V., Feliu, J., Buitrón, G., & Cercado, B. (2021). Energy and economic advantages of simultaneous hydrogen and biogas production in microbial electrolysis cells as a function of the applied voltage and biomass content. *Sustainable energy & fuel*, 1-15.
- SEMARNAT. Consultado 16/05/20: URL: <http://www.paot.org.mx/centro/ine-semarnat/gacetas/GE27.pdf>.
- Sevcan, A. (2017). Anaerobic digestion. En S. Lakhveer , & K. Vipin Chandra , *Waste biomass management A holistic aproach* (págs. 1-14). Cham: Springer.
- Sharma, M., & M. Sarma, P. (2018). Microbially Mediated Electrosynthesis Processes. En *Microbial Fuel Cell* (págs. 421-442). Springer.
- Sharma, S., Kuila, A., & Sharma, V. (2019). Generating Bioelectricity from Different Organic Residues Using Microbial Fuel Cell. En P. S. M. , & R. Kumar Gaur, *Plant Biotechnology: Progress in Genomic Era* (págs. 231-244). Banasthali, Rajasthan: Springer.
- Shuler, M., & Kargi, F. (2002). *Bioprocess Engineering*. Upper Saddle River: Prentice Hall PTR.

- Siegert, M., D. Yates, M., F. Call, D., Zhu, X., Spormann, A., & E. Logan, B. (2014). Comparison of Nonprecious Metal Cathode Materials for Methane Production by Electromethanogenesis. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering.*, 910-917.
- Sun, R., Zhou, A., Jia, J., Liang, Q., Liu, Q., Xing, D., y otros. (2015). Characterization of methane production and microbial community shifts during waste activated sludge degradation in microbial electrolysis cells. *Bioresource Technology*, 68–74.
- Tenca, A., D. Cusick, R., Schievano, A., Oberti, R., & E. Logan, B. (2013). Evaluation of low cost cathode materials for treatment of industrial and food processing wastewater using microbial electrolysis cells. *International journal of hydrogen energy*, 1859-1865.
- Thompson, J. (1979). Lactose Metabolism in *Streptococcus lactis*: Phosphorylation of Galactose and Glucose Moieties In Vivo. *Journal of bacteriology*, 774-785.
- Tirado Armesto, D. F., Gallo García, L. A., Acevedo Correa, D., & Mouthon Bello, J. A. (2016). Biotratamientos de aguas residuales en la industria láctea. *Producción más limpia, II(1)*, 171-184.
- Villano, M., Ralo, C., Zeppilli, M., Aulenta, F., & Majone, M. (2016). Influence of the set anode potential on the performance and internal energy losses of a methane-producing microbial electrolysis cell. *Bioelectrochemistry*, 1-6.
- Vivanco, E., Yaya, R., & Chamy, R. (2005). *Manual técnico sobre tecnologías biológicas anaerobias aplicadas al tratamiento de aguas y residuos industriales*. Consultado el 29 de septiembre del 2020:
URL:http://www.cyted.org/sites/default/files/tratamiento_anaerobio_de_aguas_residuales.pdf.
- W. Hickey, M., J. Hillier, A., & Jago, G. (1986). Transport and Metabolism of Lactose, Glucose, and Galactose in Homofermentative Lactobacilli. *Applied and environmental microbiology*, 825-831.
- Wang, Y.-Z., Zhang, L., Xu, T., & Ding, K. (2017). Influence of initial anolyte pH and temperature on hydrogen production through simultaneous saccharification and fermentation of lignocellulose in microbial electrolysis cell. *International journal of hydrogen energy*, 22663-22670.
- Weiwei Caia, T. H. (2016). Methane production enhancement by an independent cathode in integrated anaerobic reactor with microbial electrolysis. *Bioresource Technology*, 13-18.
- Yasri, N., P.L. Roberts, E., & Gunasekaran, S. (2019). The electrochemical perspective of bioelectrocatalytic activities in microbial electrolysis and microbial fuel cells. *Energy Reports*, 1116–1136.
- Zhang, Z., Song, Y., Zheng, S., Zhen, G., Lu, X., Kobayashi, T., y otros. (2019). Electro-conversion of carbon dioxide (CO₂) to low-carbon methane by bioelectromethanogenesis process in microbial electrolysis cells: The current status and future perspective. *Bioresource Technology*, 339–349.

- Zhen, G., Zheng, S., Lu, X., Zhu, X., Mei, J., Kobayashi, T., y otros. (2018). A comprehensive comparison of five different carbon-based cathode materials in CO₂ electromethanogenesis: Long-term performance, cell-electrode contact behaviors and extracellular electron transfer pathways. *Bioresource Technology*, 382-388.
- Zhao, F., C. T. Slade, R., & R. Varcoe, J. (2009). Techniques for the study and development of microbial fuel cells: an electrochemical perspective. *Chemical Sciences*, 1-54.
- Zhen, G., Lu, X., Kobayashi, T., Kumar, G., & Xu, K. (2016). Promoted electromethanosynthesis in a two-chamber microbial electrolysis cells (MECs) containing a hybrid biocathode covered with graphite felt (GF). *Chemical Engineering Journal*, 1146-1155.

13.- Producción científica

- Presentación de un póster en el evento virtual de la Federación Europea de Biotecnología, llevada a cabo los días 10 al 14 de mayo del 2021. Producción de energía en un reactor bioelectroquímico.

URL: <https://www.efbiotechnology.org/efb2021/abstract>

- 2do simposio anual de materiales “energía, industria y medio ambiente” celebrado los días 28 y 29 de mayo del 2021. Producción de energía en un reactor bioelectroquímico. Presentación de póster.
- XIX Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería, los días 27 de septiembre al 1° de octubre del 2021. Producción de energía en un reactor bioelectroquímico. Presentación de póster.



The European Federation of Biotechnology

Certify that

Juana Rueda

has presented an poster in the

EFB2021 Conference

Held on May 10 - 14 2021

Prof. Jeff Cole

President of the European Federation of Biotechnology



Capítulo estudiantil
SMMater – CIDETEQ

OTORGA EL PRESENTE

RECONOCIMIENTO

A

Rueda-Ramírez, Juana; González Gutiérrez, Linda Victoria; Rivera Iturbe, Fernando Felipe; Cercado-Quezada, Bibiana.

Por su destacada participación en el **CONCURSO DE CARTELES** del **2do Simposio Anual de Materiales “Energía, Industria y Medio Ambiente”** con el trabajo titulado:

Producción de Energía en un Reactor Bioelectroquímico

Celebrado los días 27 y 28 de mayo del 2021, en modalidad remota en la plataforma Zoom.

Dra. Julieta Torres González
Directora General de CIDETEQ.

Dr. J. Manuel Mora Hernández
Coordinador de Capítulos Estudiantiles de la
SMMater.

M. en E.Q. Jesús A. Pérez García
Presidente del Capítulo Estudiantil SMMater –
CIDETEQ.



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.



Capítulo estudiantil
SMMater – CIDETEQ



**Sociedad Mexicana de
Biotecnología y Bioingeniería**



**XIX CONGRESO NACIONAL
DE BIOTECNOLOGÍA Y BIOINGENIERÍA**

**MODALIDAD
VIRTUAL**

27 SEPTIEMBRE - 1º OCTUBRE, 2021


OTORGA LA PRESENTE

CONSTANCIA A:

Juana Rueda-Ramírez, Linda V. González, Fernando F. Rivera, Bibiana Cercado Quezada

Por la presentación del e-póster:
Producción de energía en un reactor bioelectroquímico

en el XIX Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería,
27 de septiembre - 1º de octubre, 2021


Dr. Jaime Ortega López
PRESIDENTE SMBB


Dra. Romina Rodríguez Sanoja
PRESIDENTA COMITÉ ORGANIZADOR


Dr. Alvaro R. Lara
PRESIDENTE COMITÉ CIENTÍFICO

14.- Anexos

Anexo 1. Cálculos del rendimiento del sistema

- **Eficiencia de remoción de DQO**

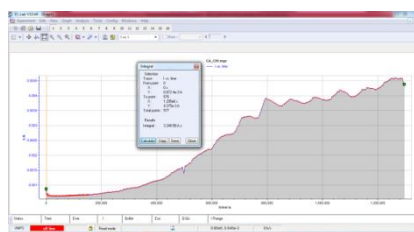
$$\text{Eficiencia DQOr (\%)} = \left(\frac{DQO_i - DQO_f}{DQO_i} \right) \times 100$$

$$\text{Eficiencia DQOr (\%)} = \frac{9710 - 850}{9710} \times 100 = 91.2 \%$$

- **Carga experimental**

$$C_{exp} = \int_{t=0}^t I dt$$

59,869.5 A x s



- **Carga teórica**

$$C_{teo} = \frac{FbV\Delta DQO}{M}$$

M=peso molecular del O₂, 32 g/mol

I=corriente, A

F=Constante de Faraday, 96,485 C/mol

b=Número de electrones transferidos por mol de O₂, 8

V=Volumen reactor, L

ΔDQO =DQO removido, g/L

$$C_{teo} = \frac{(96485)(0.65)(8)(8.86)}{32} = 138,914.27 \text{ A x s}$$

M	32
F	96485
b	8
V	0.65
DQO	8.86

- **Eficiencia coulombica**

$$EC (\%) = \frac{C_{exp}}{C_{teo}} * 100 = \frac{59,869.5}{138,914.27} \times 100 = 43.09 \%$$

- **Eficiencia energética**

$$n_e(\%) = \frac{mol_{CH_4} * \Delta G^\circ_{CH_4}}{V_{ap} * Q_{exp}} * 100 = \frac{mol * \left(\frac{J}{mol}\right)}{V * C} = \frac{J}{J}$$

		ENTALPIA	V app	Q exp
mol de ch4(R1-CO10)	0.00044615	-817.97	0.05	5299.31
mol de ch4(R1-CO8)	0.00231998			59869.5

$$n_e(\%) = \frac{(0.00231998)(-817.97)}{0.05 * 59,869.5} * 100 = -0.06339375$$

- **Consumo de energía por recuperación de CH₄**

$$E_{cons/CH_4} = \frac{V_{ap} * I_{m\acute{a}x} * (t_f - t_i)}{V_{CH_4}} = \frac{kW h}{mL}$$

$$E_{cons/CH_4} = \frac{0.05 * 625 * (480)}{52} = 288.46$$

	R1-CO8
I (A)	625
V	0.05
(t),h	480
mL	52

- **Rendimiento de biogás**

$$r_{CH_4} = \frac{V_{CH_4}}{Vt} = \frac{m^3}{m^3 * d}$$

$$r_{CH_4} = \frac{V_{CH_4}}{Vt} = \frac{0.000052}{0.00000065(20)} = 4$$

Anexo 2. Operación del reactor con acetato y lactosa como sustratos

En los siguientes apartados se dan a conocer los resultados obtenidos de los análisis fisicoquímicos así como los resultados de los análisis electroquímicos de la operación del reactor con acetato y lactosa como sustratos. Cabe destacar que durante todo el experimento las condiciones de operación fueron diferentes para los dos reactores, un reactor (RC) se le implementó un voltaje de 0.8 V mientras que el (RS) fue empleado como control sin adición de voltaje en el proceso electroquímico.

Caracterización fisicoquímica

Efecto del pH en el sistema

El pH es un indicador del rendimiento y estabilidad de un sistema de digestión anaerobia. Se observó que el pH inicial disminuyó a través del tiempo de un valor 8.3 a un valor 6.9. Esto se debe al proceso ocurrido durante la digestión anaerobia, ya que durante la etapa de metanogénesis se requiere un pH que no afecte el crecimiento de los microorganismos, además se puede mantener el pH con ayuda de los electrodos y el suministro del voltaje (Koblah Quashie et al., 2020).

Efecto de la conductividad

La conductividad es el flujo de iones a través de una solución, así una disminución de la conductividad representa la disminución de la movilidad de iones provocando el aumento de la resistencia en el sistema lo que con lleva a la disminución de generación de densidad de corriente (Leicester et al., 2020). La conductividad de la prueba con voltaje presentó una ligera disminución, iniciando en un valor de 9.6 mS/cm para finalizar en un valor de 9.0 mS/cm. La adición de la mezcla de acetato y lactosa al lixiviado de composta representa un medio complejo por lo que la conductividad al tiempo inicial fue mayor, este comportamiento pudiera deberse a la actividad de los microorganismos degradando la materia orgánica que se encuentra en el medio así como el consumo de las especies iónicas por mismos.

Efecto de la temperatura

La temperatura es un factor importante para el desarrollo y actividad bacteriana, la temperatura del sistema presentó una disminución iniciando en un valor de 20.4 °C y finalizando en 19.7 °C. Las bacterias metanogénicas que se encuentran inmersas en el proceso de descomposición presentan diferentes velocidades de degradación de la materia orgánica en función de la temperatura. De acuerdo al rango de temperatura obtenido en el experimento las bacterias psicrófilas (hasta los 25 °C, bajo grado de actividad metanogénica) son las que se desarrollan en estas condiciones (Horan et al., 2017; Vivanco et al., 2005).

Remoción de la demanda química de oxígeno

Durante la operación del RC y RS la DQO disminuyó en un 34 % - 36 % esta disminución se debe a la descomposición del sustrato llevado a cabo por los microorganismos presentes dentro del reactor y la degradación abiótica (tabla 9). Otros trabajos reportan remociones de DQO en el rango de 41% a 83.6 % a diferentes voltajes aplicados (Flores Rodríguez et al., 2019). La baja remoción de DQO en la presente investigación fue posiblemente ocasionada por utilizar un sustrato complejo, y la inhibición de la actividad microbiana por el voltaje aplicado. La mayor remoción se registró en el reactor sin voltaje aplicado, el cual tenía menor concentración de sustrato/inóculo.

Tabla A1. Resultados de los análisis fisicoquímicos de la operación del reactor con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.

Reactor	pH		Conductividad (mS)		Temperatura (°C)		Demanda química de oxígeno (mg L ⁻¹)		
	inicial	final	inicial	final	inicial	final	inicial	final	% remoción
RC	8.3	6.9	9.6	9.0	20.4	19.7	7590 ±834	4988 ±34	34
RS	8.1	6.5	9.3	8.4	20.2	19.8	6785 ±1068	4324 ±25	36

Caracterización electroquímica

Para la evaluación de la actividad bioelectroquímica del sistema se realizaron las técnicas electroquímicas de potencial a circuito abierto (OCV), espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), voltamperometría de barrido lineal (LSV) y voltamperometría cíclica (CV), todas estas técnicas se realizaron al inicio de las pruebas y la cronoamperometría (CA) a lo largo de la experimentación.

Potencial a circuito abierto

La técnica de OCV proporciona información acerca del potencial del ánodo en el sistema sin adición del voltaje. Se realizaron OCVs iniciales por un periodo de dos horas antes de realizar las técnicas de EIS, LSV y CV. El potencial del RC corresponde al bioánodo desarrollado y fue de -0.23 V, mientras que el potencial del RS fue de -0.28 V (figura 21).

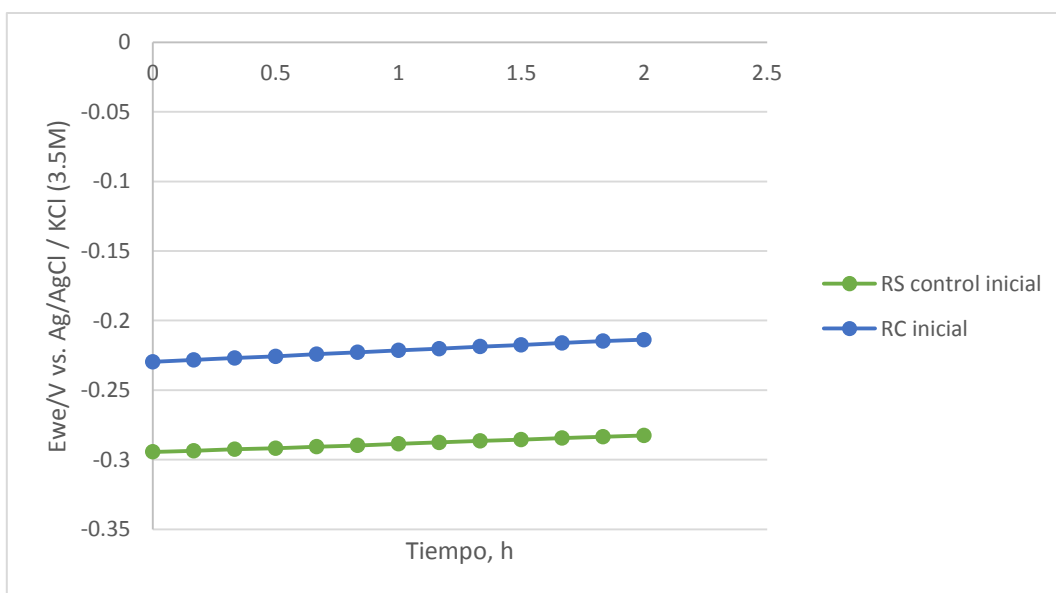


Figura 21. OCVs del RC y RS al tiempo inicial.

Espectroscopía de impedancia electroquímica

La resistencia a la transferencia de carga del RC fue mayor en comparación con el RS mientras que la resistencia óhmica del RS fue menor comparado con el RC (figura 22). Es normal indicar que al inicio del experimento las resistencias a la transferencia de carga proporcionen valores elevados debido a la falta de microorganismos adheridos al electrodo de trabajo, sin

embargo dicha resistencia a la transferencia de carga disminuiría a través del tiempo ya que los microorganismos facilitarían la transferencia de electrones en la interfase electrodo-electrolito.

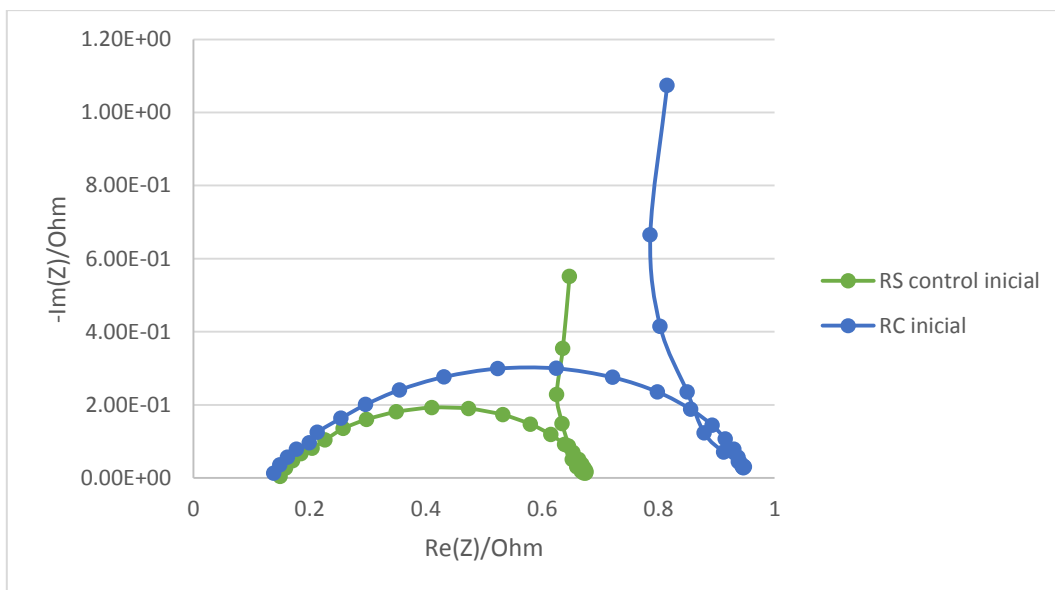


Figura 22. Espectros de Nyquist. Comparación del reactor RC y RS al tiempo inicial con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.

Voltamperometría de barrido lineal

Se realizó un barrido en una ventana de potencial de 0 a 1.0 V, los reactores RS y RC permanecieron en densidades de corrientes similares hasta 0.3 V enseguida fueron aumentando la densidad de corriente hasta alcanzar una corriente máxima de 2800 mA m⁻² en el potencial límite de barrido (1 V vs. Ag/AgCl) como se observa en la figura 23.

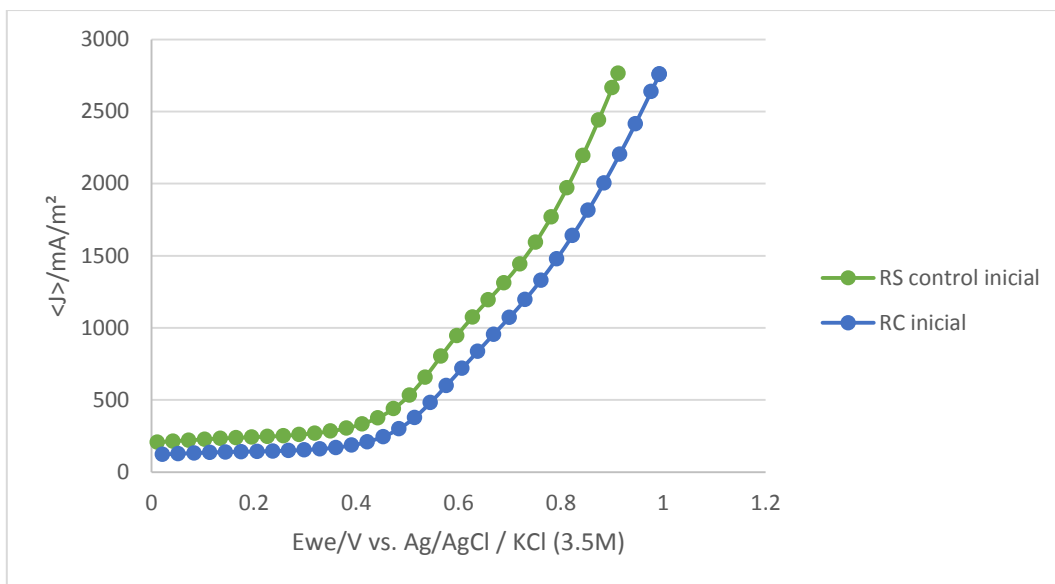


Figura 23. Voltamperogramas. Comparación entre el RS y RC iniciales, con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.

Voltamperometría cíclica

La voltametría cíclica se determinó mediante tres ciclos consecutivos en cada reactor para visualizar posibles diferencias ocasionadas por el barrido de potencial. En ambos reactores durante el primer ciclo se observa un comportamiento diferente a los dos siguientes, los cuales son semejantes entre sí. En los dos reactores se puede apreciar señales redox cercanas, lo que indica que el sistema podría ser cuasi-reversible; el RC presenta un pico máximo de oxidación de corriente de 1500 mA m^{-2} en un potencial de 0.65 V y un pico de reducción de corriente de -500 mA m^{-2} en un potencial de 0.25 V (figura 24).

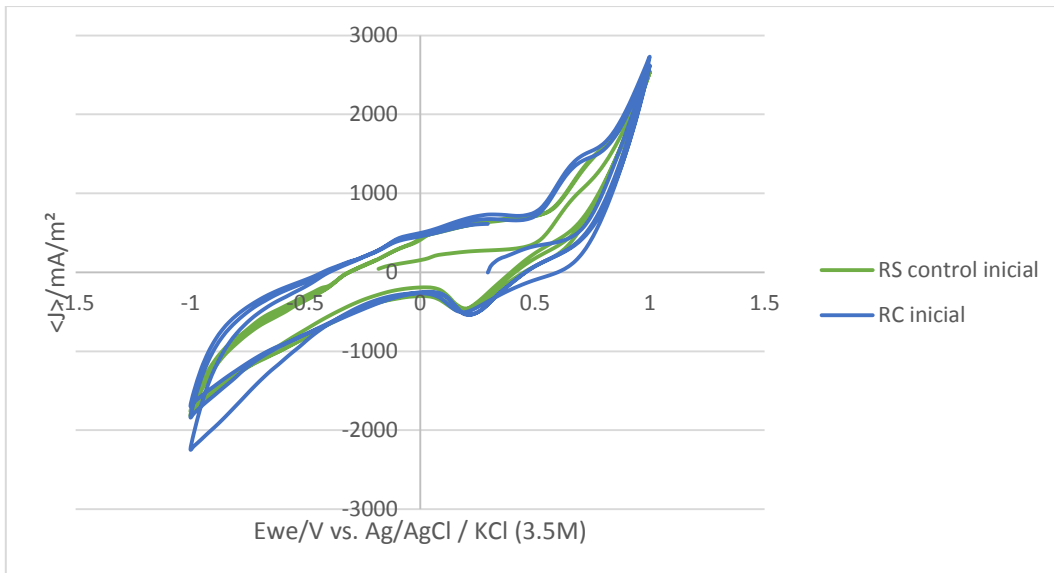


Figura 24. Voltamperogramas. Comparación entre el RS y RC al tiempo inicial, con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa.

Cronoamperometría

La técnica de cronoamperometría se realizó para evaluar la generación de corriente y la técnica de OCV (figura 26) como control, a lo largo de la experimentación en el que se evaluó acetato y lactosa como fuente de carbono.

Se aplicó un potencial fijo al ánodo en el reactor RC durante 6 días. El cronoamperograma muestra el desempeño en la generación de corriente en el que se aplicó un voltaje de 0.8 V vs Ag/AgCl, presentando una densidad de corriente inicial de 155 mA m⁻² relacionada con la corriente transiente la cual enseguida fue decayendo debido a la estabilización. Se observó un aumento hasta alcanzar la máxima densidad de corriente, 60 mA m⁻² en el día 3.2. Finalmente la corriente se mantuvo entre de 40 mA m⁻² como se ilustra en la figura 25.

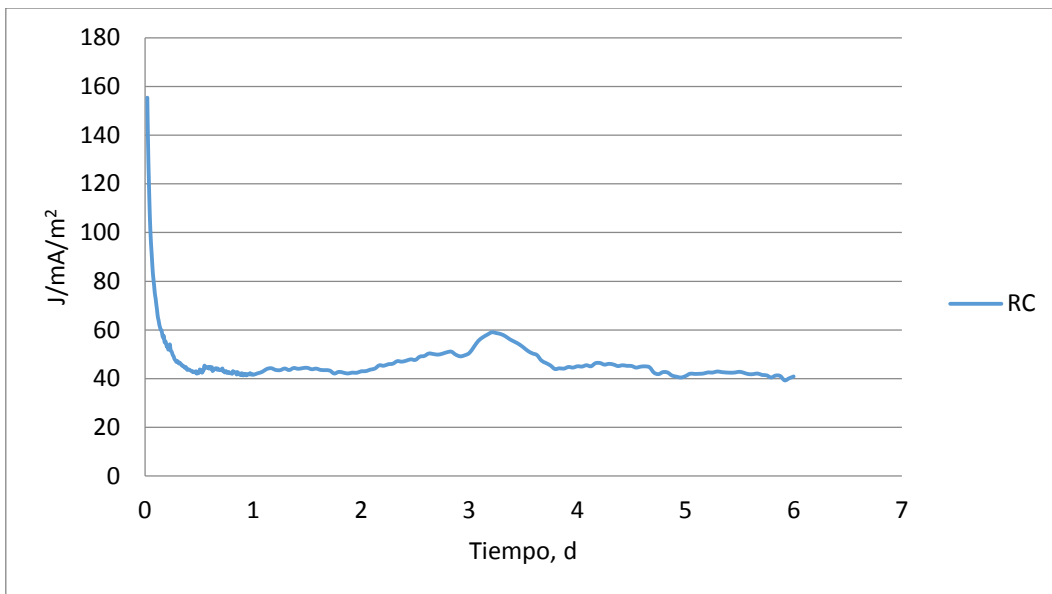


Figura 25. Densidad de corriente generada empleando 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa como sustratos.

Potencial a circuito abierto

Se determinó OCV en el control con el objetivo de identificar el potencial del bioánodo en el cual se lograba estabilizar el sistema. Se pueden observar tres fases, en la primera fase el potencial aumentó hasta -0.1 V en el día 2, enseguida se observó una caída de potencial hasta -0.44 V en el día 2.8, al final se presentó un ligero aumento a -0.41 V logrando la estabilización a partir del día 3.5, la cual permaneció hasta el día 6 (figura 26).

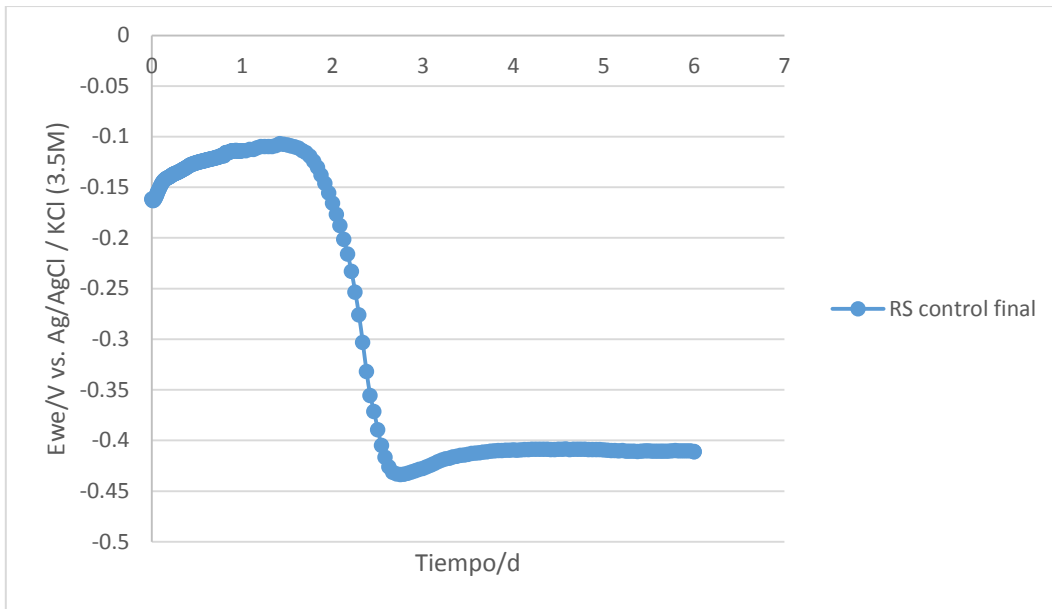


Figura 26. OCV final del RS control sin voltaje aplicado. Durante la operación del reactor con 0.82 g de acetato y 6 g de lactosa como fuente de carbono.

Anexo 3. Resultados de la prueba empleada como control.

En la tabla A2 se aprecian los resultados iniciales y finales de la prueba empleada como control de actividad microbiana, y los porcentajes de remociones obtenidas en las pruebas, así como la generación de corriente que se obtuvo aun habiendo esterilizado el lixiviado de composta y el electrodo de trabajo (figura 27). De lo anterior se realizaron por duplicado en el que en la tabla aparece como blanco 1 y blanco2.

Tabla A2. Caracterización inicial y final de la prueba empleada como control.

Muestras	pH		Conductividad (mS/cm)		Temperatura (°C)		Demanda química de oxígeno (mg L ⁻¹)		
	inicial	final	inicial	final	inicial	final	inicial	final	% remoción
BLANCO 1	7.85	8.4	14.66	15.88	24.1	24.7	13255	1190	91
BLANCO 2	7.87	7.9	15.92	15.85	24.1	24.7	13520	760	94.3

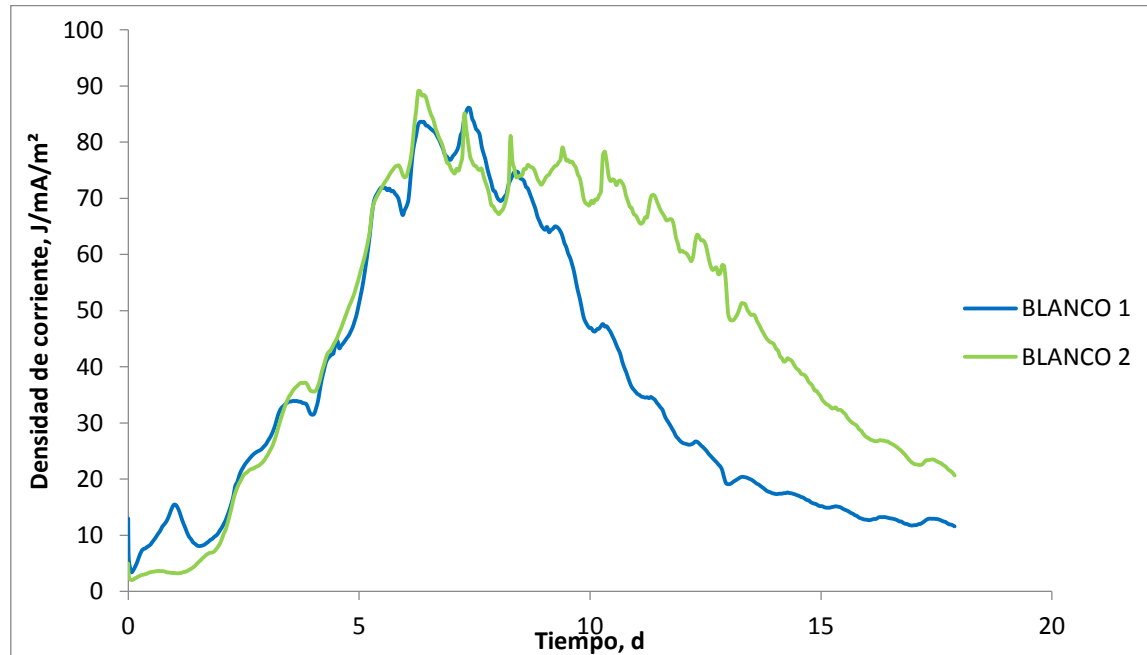


Figura 27. Generación de corriente de las muestras empleadas como control.