



Medio Ambiente
Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales



IMTA
INSTITUTO MEXICANO
DE TECNOLOGÍA DEL AGUA



**COORDINACIÓN DE GOBERNANZA DEL AGUA
Y FORTALECIMIENTO DE CAPACIDADES**

**SUBCOORDINACIÓN DE POSGRADO Y
EDUCACIÓN CONTINUA**

T E S I S

**USO DE CELDAS DE COMBUSTIBLE APILADAS PARA LA GENERACIÓN
DE ELECTRICIDAD USANDO VINAZAS COMO ANOLITO**

que para obtener el grado de

**Maestra en Ciencias y Tecnología del Agua
(Sistemas Ambientales)**

presenta

Alejandra Alexia Andrea Salazar Caballero

Tutor: Dra. Petia Mijaylova Nacheva



Medio Ambiente

Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales



IMTA

INSTITUTO MEXICANO
DE TECNOLOGÍA DEL AGUA



FG 09 Autorización para la publicación de la Tesis

Con fundamento en los artículos 21 y 27 de la Ley Federal del Derecho de Autor y como titular de los derechos morales y patrimoniales de la obra titulada "USO DE CELDAS DE COMBUSTIBLE APILADAS PARA LA GENERACIÓN DE ELECTRICIDAD USANDO VINAZAS COMO ANOLITO", otorgo de manera gratuita y permanente al Instituto Mexicano de Tecnología del Agua la autorización para la publicación de la obra en cualquier medio, incluido el electrónico, y la divulguen entre su personal, estudiantes, repositorios o terceras personas, sin que pueda percibir por tal divulgación una contraprestación.

Alejandra Alexia Andrea Salazar Caballero

Jiutepec, Morelos a 29 de enero de 2025



Medio Ambiente
Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales



IMTA
INSTITUTO MEXICANO
DE TECNOLOGÍA DEL AGUA



COMITÉ TUTORAL

Dra. Petia Mijaylova Nacheva

Dr. Edson Baltazar Estrada Arriaga

Dra. Tania Gutiérrez Macías

Dr. Carlos David Silva Luna

Dra. Elizabeth Ernestina Godoy Lozano

Directora de tesis

Dra. Petia Mijaylova Nacheva

Jiutepec, Morelos, México, enero, 2025
Instituto Mexicano de Tecnología de Agua

Agradecimientos

Agradezco profundamente a la Dra. Petia Mijaylova Nacheva su guía y apoyo para el desarrollo y conclusión de esta investigación. A todo el comité tutorial le agradezco sus atenciones y paciencia, así como sus sugerencias realizadas que complementaron y afinaron este trabajo de investigación. Muchas gracias...

Dr. Edson Baltazar Estrada Arriaga

Dra. Tania Gutiérrez Macías

Dr. Carlos David Silva Luna

Dra. Elizabeth Ernestina Godoy Lozano

Agradezco a la Mtra. Gabriela Ramírez por brindar su tiempo para atender dudas y por su orientación sobre las técnicas del laboratorio, a la Lic. Areli Gómez por su apoyo y disposición para la realización de la fase experimental en el laboratorio, y a la Mtra. Mariana Rivera por su gran ayuda para la extracción de ADN de la biomasa recolectada.

Agradezco al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) su apoyo para mi formación académica en la maestría.

Por último, pero no menos importante, le agradezco al Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA) y al personal del posgrado del IMTA sus atenciones y su constante apoyo para lograr un desarrollo profesional y personal en sus estudiantes. A todos mis compañeros que me ayudaron en la realización del experimento y a resolver dudas de diferentes índoles, les estoy agradecida.

Dedicatoria

A mis amados padres que siempre me han apoyado y brindado su invaluable cariño, ya que sin ellos no hubiera llegado hasta aquí. Su constante aliento para llegar cada vez más lejos y ser mejor persona es un gran tesoro para mí.

A mi querido hermano que siempre me ha dado el ejemplo de ser una persona trabajadora e independiente.

A mi abuelita Vivis y tía Aydeé, que siempre me han dado su cariño y me han motivado a realizar nuevos retos. A mi tío Manuel, y mis primos David y Karen, y Manuelito y Anabely, que me han acompañado y dado su apoyo.

A la memoria de mi abuelita Purificación que sé que está en algún lugar viéndome y deseándome lo mejor para mi desarrollo profesional y como mujer.

A la memoria de mi abuelito Manuel que le hubiera gustado estar en estos momentos.

A mis tías Georgina y Rosalinda, mis primas Geo, Montse y Kass, y mi primo Asa.

A mis amigos Aarón, Valeria, Milena, Caterina y Francesco, quienes a la distancia y cercanía me han brindado su apoyo.

A mis compañeros y compañeras del área de Sistemas Ambientales Tania, Guillermo, Viridiana, Selene, Edgar y Vanessa, y del laboratorio Gabriela, Wilver, Dr. Manuel, Mariana y Areli, con quienes tuve convivencias de muchas enseñanzas y me brindaron una mano cuando la necesité.

A mi gato Tuf.

Índice

Resumen	1
Abstract	3
Introducción	5
1. Planteamiento del problema	8
1.1. Justificación	11
1.2. Hipótesis	11
1.3. Objetivos	12
1.3.1. Objetivo general	12
1.3.2. Objetivos específicos	12
2. Marco Teórico	13
2.1. Celdas de Combustible Microbianas (CCM)	13
2.1.1. Desarrollo de las CCM	13
2.1.2. Composición de una CCM de dos cámaras	14
2.1.2.1. Cámara anódica	14
2.1.2.1.1. Materiales del ánodo	15
2.1.2.2. Cámara catódica	18
2.1.2.2.1. Materiales del cátodo	18
2.1.2.3. Membrana de Intercambio Protónico (MIP)	20
2.1.3. Configuración de las CCM: simple y apiladas	21
2.1.3.1. Cámara simple o de una cámara	21
2.1.3.2. Celdas apiladas	22
2.1.4. Factores bioelectroquímicos	27
2.1.4.1. Factores limitantes	30
2.1.4.2. Degradación anaerobia de la materia orgánica	32
2.1.4.2.1. Características de la degradación anaerobia	32
2.1.4.2.2. Etapas de la digestión anaerobia	34
2.1.4.3. Microorganismos electrogénicos	37
2.2. Mezcal	39
2.2.1. Proceso de producción	39
2.2.2. Vinazas	42
3. Metodología	44
3.1. Sistema experimental	45
3.1.1. Electroodos	51
3.1.2. Membrana de Intercambio Protónico (MIP)	51
3.1.3. Anolito y catolito	52
3.1.4. Obtención de datos y electrónica	53
3.2. Diseño experimental	54
3.3. Caracterización de la vinaza	55
3.4. Pruebas preliminares hidráulicas	57

3.5. Preparación del sustrato, inoculación, aclimatación y pruebas electroquímicas iniciales	57
3.6. Cierre del circuito y seguimiento de la fase experimental	60
3.7. Pruebas electroquímicas finales y caracterización de la biomasa	60
3.8. Análisis e interpretación de los resultados	61
4. Resultados	62
4.1. Caracterización de las vinazas de mezcal	62
4.2. Aclimatación	67
4.3. Desempeño bioelectroquímico de las celdas apiladas	71
4.3.1. Producción de corriente eléctrica en las CCM	71
4.3.2. Remoción de materia orgánica en las CCM	78
4.4. Curvas de polarización	85
4.5. Potencial a circuito abierto	90
4.6. Espectroscopia de impedancia electroquímica	95
4.7. Voltamperometría cíclica	107
4.8. Caracterización de microorganismos de la CCM 7	119
5. Conclusiones	131
6. Bibliografía	134
7. Anexos	147

Índice de Figuras

Figura 2.1. Esquema de una CCM de dos cámaras. Modificado de Logan et al. (2019).	15
Figura 2.2 Materiales de carbono para el ánodo: a) Papel de carbono, b) tela de carbono, c) malla de carbono, d) fieltro de carbono, e) placa de grafito, f) grafito granular, g) carbono vítreo reticulado (RVC), y h) cepillo de carbón (Scott y Hao Yu, 2016).	18
Figura 2.3. Esquema de una CCM de dos cámaras. Modificado de Revelo et al. (2013).	20
Figura 2.4 Configuración de las CCM de una cámara simple (Cárdenas et al., 2022)	21
Figura 2.5. Esquemas de celdas apiladas. a) Configuración hidrodinámica: a.1) dependiente, y a.2) Independiente. Modificado de Jain y Mungray, 2020; Minutillo et al., 2021. b) Conexión eléctrica: b.1) Serie y b.2) paralelo (Tremouli, 2021). c) Con deflectores. Modificado de Zhong et al., 2010.	24
Figura 2.6. Esquema de la digestión anaerobia, donde los números indican las bacterias que intervienen en cada etapa: Bacterias hidrolíticas y fermentativas = 1; Bacterias acetogénicas = 2; Bacterias homoacetogénicas = 3; Metanógenos hidrogenotróficos = 4; Metanógenos acetoclásticos = 5 (López et al., 2017).	36
Figura 2.7 Reacción química de fermentación, obtenido del Consejo Regulador del Tequila (2019).	40
Figura 3.1. Esquema de la metodología utilizada.	44
Figura 3.2. Esquema de la conexión eléctrica en paralelo de cada celda: a) 1 par de compartimentos, b) 3 pares de compartimentos, c) 5 pares de compartimentos y d) 7 pares de compartimentos.	46
Figura 3.3. Diseño de las CCM 1. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta, III. Vista interior y IV. Corte longitudinal: Interior de la celda.	47
Figura 3.4. Diseño de las CCM 3. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta, III. Vista interior y V. Corte transversal	48
Figura 3.5. Diseño de las CCM 5. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta y III. Vista interior.	49
Figura 3.6. Diseño de la CCM 7. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta y III. Vista interior.	50
Figura 3.7. Sistema de captura de datos.	53
Figura 3.8. Sistema experimental: CCM apiladas de a) 5 compartimentos, b) 3 compartimentos (CCM 3), y c) de 7 compartimentos junto con CCM de 1 compartimento.	54
Figura 4.1. Muestra de vinaza mezcalera sedimentada.	62
Figura 4.2. Obtención de vinazas: a) Vinaza cruda siendo colada, y b) Sólidos de gran tamaño (como fibra).	63
Figura 4.3. Segundo traspaso de la vinaza cruda de trabajo	65

Figura. 4.4. Voltajes obtenidos durante la aclimatación.	68
Figura 4.5. Voltajes promedio de las CCM 1, 3 y 5, y de sus respectivas réplicas, junto con la CCM 7 que operaron por 41 días en circuito cerrado.	72
Figura 4.6. Estudio de remoción de materia orgánica de los días 12 al 17 de operación.	79
Figura 4.7. Estudio de remoción de materia orgánica de los días 18 al 23 de operación.	80
Figura 4.8. Remoción de DQO, carbohidratos y proteínas de los días de operación 24 al 29.	82
Figura 4.9. Curvas de polarización de las celdas de 1 compartimento.	86
Figura 4.10. Curvas de polarización de celdas de 7 compartimentos: a) Celda completa; b) Cámara 3; c) Cámara 7, final.	87
Figura 4.11. Curvas de polarización de las celdas de 3 compartimentos: a) Celda completa; b) Cámara 1; c) Cámara 3, final.	88
Figura 4.12. Curvas de polarización de las celdas de 5 compartimentos: a) Celda completa; b) Cámara 1; c) Cámara 5, final.	89
Figura 4.13. OCP de las celdas de 1 compartimento al principio y final de la experimentación.	90
Figura 4.14. OCP de las celdas de 7 compartimentos: a) CCM apilada; b) Cámara 1; c) Cámara 4, d) Cámara 7, al principio y final de la experimentación.	92
Figura 4.15. OCP de las celdas de 3 compartimentos: a) CCM apilada; b) Cámara 1; c) Cámara 3, al principio y final de la experimentación.	93
Figura 4.16. OCP de las celdas de 5 compartimentos: a) CCM apilada; b) Cámara 1; c) Cámara 5, al principio y final de la experimentación.	94
Figura 4.17. EIS de las celdas completas, al principio y final de la experimentación. EIS inicial: I. Todas las celdas; III. Celdas de 3 a 7 cámaras. EIS final: II. Todas las celdas; IV. Celdas de 3 a 7 cámaras	97
Figura 4.18. EIS de las cámaras de las celdas de 3 compartimentos: I. Cámara 1, C1; II. Cámara 3, C3, al principio y final de la experimentación.	100
Figura 4.19. EIS de las cámaras de 5 compartimentos: I. Cámara 1, C1; II. Cámara 3, C3; III. Cámara 5, C5, al principio y final de la experimentación.	103
Figura 4.20. EIS de las cámaras de la celda de 7 compartimentos al principio y final de la experimentación: I. Cámara 1, C1; II. Cámara 4, C4; III. Cámara 7, C7; IV. EIS inicial de la Cámara C7.	105
Figura 4.21. VC de las celdas de 1 compartimento, en el día 0, día 4 y día 100.	108
Figura 4.22. VC de CCM completa de 7 compartimentos, con el electrodo de referencia en C1, en los días 0, 4 y 100.	109
Figura 4.23. VC de CCM completa de 7 compartimentos, con el electrodo de referencia en C7, en los días 0, 4 y 100.	110

Figura 4.24. Voltamogramas individuales de la CCM 7, de los compartimentos C1 (primera cámara), C4 (cámara del medio) y C7 (última cámara), en los días 0 y 100.	111
Figura 4.25. VC de CCM completa de 5 compartimentos, con el electrodo de referencia en a) C1 y b) C5, en los días 0, 4 y 100.	113
Figura 4.26. Voltamogramas individuales de las CCM 5, de los compartimentos C1 (primera cámara), C3 (cámara del medio) y C5 (última cámara), en los días 0 y 100.	114
Figura 4.27. VC de CCM completa de 3 compartimentos, con el electrodo de referencia en a) C1 y b) C3, en los días 0, 4 y 100.	116
Figura 4.28. Voltamogramas individuales de las CCM 3, de los compartimentos C1 (primera cámara), C2 (cámara del medio) y C3 (última cámara), en los días 0 y 100.	118
Figura 4.29. Filos de bacterias y arqueas identificadas	120
Figura 4.30. pH de las cámaras C1 y C7.	121
Figura 4.31. Clases de bacterias y arqueas identificadas	123
Figura 4.32. Ordenes de bacterias y arqueas identificadas.	124
Figura 4.33. Familias de bacterias y arqueas identificadas.	125
Figura 4.34. Géneros de bacterias identificadas.	128

Índice de Tablas

Tabla 2.1. Resultados de diferentes CCM apiladas.	26
Tabla 2.2. Características fisicoquímicas de las vinazas mezcaleras.	43
Tabla 3.1. Nomenclatura de las celdas utilizadas.	45
Tabla 3.2. Diseño experimental.	55
Tabla 3.3. Parámetros fisicoquímicos evaluados.	56
Tabla 3.4. Volúmenes y caudales de las celdas.	57
Tabla 3.5. Pruebas electroquímicas	59
Tabla 4.1 Resultados de sólidos de las VT.	63
Tabla 4.2. Caracterización fisicoquímica de vinaza de mezcal artesanal.	65
Tabla 4.3. Promedios de los parámetros bioelectroquímicos de los 41 días de operación en circuito cerrado.	74
Tabla 4.4. Resumen de los voltajes medidos en los diferentes ciclos de operación.	77
Tabla 4.5. Remociones promedio de DQO, proteínas, carbohidratos y SSV de los 41 días de operación en circuito cerrado.	79
Tabla 4.6. Nomenclatura de las cámaras de las CCM.	87
Tabla 4.7. Resistencias internas de celda completa de cada celda	98
Tabla 4.8. EIS de las cámaras de las celdas de 3 compartimentos, cámaras 1 y 3.	100
Tabla 4.9. EIS de las cámaras de 5 compartimentos, cámaras 1 y 5.	102
Tabla 4.10. EIS de las cámaras de la celda de 7 compartimentos, cámaras 1 y 7.	106
Tabla 4.11. Resistencias de transferencia de carga del día 87, prueba final electroquímica de EIS	122

Resumen

La producción del mezcal genera agua residual durante su destilación, la cual es la vinaza de mezcal. Esta es un desecho líquido que contiene grandes cantidades de materia orgánica, DQO entre 50,000 y 100,000 mg/L o incluso mayor, y tiene un pH ácido, como 3.5, ya que se fermenta de forma natural. Más de la mitad de sus componentes, como sales y sólidos, son solubles. Las vinazas, al contener una vasta cantidad de materia orgánica y nutrientes, frecuentemente se emplean como abono para los campos agrícolas, pero también pueden ser aprovechadas en las Celdas de Combustible Microbianas (CCM) para la generación de energía eléctrica y el tratamiento de agua residual. Las CCM generalmente tienen dos cámaras, anódica y catódica. En la primera se introduce la vinaza y la biomasa anaerobia desarrollada sobre los ánodos degrada la materia orgánica para que se liberen electrones hacia la superficie del ánodo y posteriormente se transfieran al cátodo por un circuito externo; los protones que se liberaron en la primera cámara, atraviesan la MIP para llegar a la cámara catódica en donde reaccionan con el aceptor de electrones para completar el circuito. Al observar que el voltaje producido por CCM de solo un compartimento de cámaras anódica y catódica no ha sido significativo para comercializar con esta tecnología, así que, se han propuesto las CCM apiladas como un área de oportunidad para elevar la producción de energía eléctrica. Así que, el propósito de la investigación presente fue evaluar las producciones de voltaje y las remociones de DQO en celdas apiladas de 3, 5 y 7 compartimentos de dos cámaras, y compararlas con las determinadas en las celdas de 1 compartimento. Las celdas operaron durante 41 días en circuito cerrado, con una resistencia de 1000 Ω , y en un flujo continuo. El anolito fue vinaza diluida al 8% para evitar la inhibición de las bacterias. El catolito empleado fue de tipo químico para tener un agente oxidante fuerte, el cual fue una solución de persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) 20mM. Los electrodos fueron de fieltro de carbón, de los cuales los cátodos se doparon con Pt para mejorar el transporte de los electrones. Las cámaras se dividieron mediante una membrana de intercambio protónico, MIP (Nafion 117, de la marca Dupont Co).

Al terminar el tiempo de operación, se obtuvo que la CCM de 7 compartimentos produjo el mayor voltaje ($0.540 \pm 0.154V$) y densidad de potencia, DP, (31.79 mW/m^2),

pero tuvo la menor eficiencia coulombica (EC) de $0.13 \pm 0.05\%$, aunque, no tuvo una diferencia significativa con la CCM de 5 compartimentos. La celda de 1 compartimento presentó una EC mayor, $0.23 \pm 0.07\%$, pero generó el potencial más bajo, de $2.93 \pm 4 \text{ mW/m}^2$ ($0.164 \pm 0.108 \text{ V}$). Como la celda de 7 compartimentos tuvo la mayor DP, se caracterizó su biomasa de cuatro compartimentos. Las arqueas metanogénicas se encontraron en menor proporción, con valores por abajo del 0.5%, en todas las cámaras. Del total de bacterias, entre el 4 y 10% perteneció al filo *Proteobacteria*, y entre el 29 y 34% fue del filo *Firmicutes*. El filo dominante fue *Bacteroidota*, con una concentración que representó entre el 58 y 61%, lo cual demostró que hubo una actividad electroactiva baja y que se llevaron a cabo otros procesos metabólicos como la fermentación natural de las vinazas mezcaleras.

Palabras clave: *electrogénicos, cámaras, electrones, bacterias, CCM apiladas*

Abstract

The mezcal production generates wastewater during the distillation stage, which is the mezcal vinasse. This is a liquid residue that contains a big amount of organic matter, COD is between 50,000 and 100,000 mg/L or even greater, and has an acid pH, 3.5, because it is continuously fermented. More than half of its compounds, like salts and solids, are highly soluble. The vinasses contain a vast amount of organic matter and nutrients, so they are frequently used as fertilizers for the crop fields, but they can also be utilized in the Microbial Fuel Cells (MFC) to produce voltage while they are receiving a treatment. Generally, the MFC have two chambers, anodic and cathodic. In the first one, the vinasse is introduced and the anaerobic biomass is formed at the anode to degrade organic matter, so the electrons can be delivered to the anodic surface and flow to the cathode by an external circuit; the protons that are transferred in the first chamber, they go through the PEM to enter to the cathodic chamber where they react with the electron acceptor in order to complete the circuit. It has been seen that the produced voltage by a MFC of one chamber hasn't been enough to make this technology commercial, so, it has been proposed the study of MFC stack as an opportunity area for generating more electrical energy. Because of this, the purpose of this investigation was to evaluate the voltage produced and the COD removal of the double-chamber MFC stack of 3, 5 and 7 compartments, and compare the results obtained with the ones of a double-chamber MFC. These fuel cells operated for 41 days in closed circuit, with a resistance of 1000 Ω , and in a continuous flow. The catholyte used was a solution of potassium persulfate ($K_2S_2O_8$) 20mM because it has a high redox potential. The electrodes were made of carbon felt, and the cathodes were doped with Pt to improve the transfer of electrons. The chambers were divided with a Proton Exchange Membrane (PEM), Nafion 117, Dupont Co.

At the end of the experiment, the MCF of 7 chambers produced the highest voltage ($0.540 \pm 0.154V$) and power density (PD), 31.79 mW/m^2 , but its coulombic efficiency (CE) was $0.13 \pm 0.05\%$, however, it didn't have a statistical significance with the MFC of 5 chambers. The double-chamber MFC had a higher CE, $0.23 \pm 0.07\%$, but it generated the lowest potential of $2.93 \pm 4 \text{ mW/m}^2$ ($0.164 \pm 0.108V$). Because the MFC

of 7 chambers produced the highest PD, its biomass was characterized, four compartments were chosen. The methanogenic archaea had the lowest concentrations, being less than 0.5%. From all the identified bacteria, between 4 and 10% belonged to the phylum Proteobacteria, and between 29 and 34% belonged to Firmicutes. The predominant phylum was Bacteroidota, between 58 and 61%, which indicated that the exoelectrogens activity was low and other metabolic processes happened, like the fermentation of the mezcal vinasses.

Keywords: *exoelectrogens, chambers, electrons, bacteria, stack MFC*

Introducción

En el presente trabajo de investigación se evaluó la generación de energía y la remoción de materia orgánica en celdas de combustible microbianas apiladas y se compararon los resultados obtenidos con respecto a los registrados con una CCM de cámara doble; todas tuvieron una cámara anódica y catódica que fueron separadas por una MIP, además de que las celdas operaron en circuito cerrado con una resistencia externa de $1,000 \Omega$ y con un flujo en continuo. La hipótesis planteada fue que las celdas apiladas de 3, 5 y 7 compartimentos generan un voltaje más elevado que las de 1 compartimento, lo cual finalmente se confirmó. El sustrato empleado consistió en vinazas de mezcal, las cuales presentaron un valor de DQO de $56,909 \pm 1,195 \text{ mg/L}$, el cual se considera una concentración elevada para este parámetro. El valor de DQO utilizado para la alimentación de las celdas osciló entre $3,000$ y $5,000 \text{ mgO}_2/\text{L}$ para prevenir la inhibición de las comunidades microbianas, sobre todo de las electroactivas. Conforme las CCM fueron alimentadas con dicha agua residual, estas generaron voltajes que superaron los 0.2 V ; se monitorearon diariamente para observar su comportamiento eléctrico e identificar la celda que produjo el mayor potencial, la cual fue la que tuvo el número más alto de cámaras anódicas, la CCM de 7 compartimentos.

Cada celda tuvo una réplica, excepto la de 7 cámaras, y se evaluó si hubo diferencias estadísticamente significativas entre ellas para definir si tuvieron un comportamiento igual o diferente y con ello definir los resultados para su interpretación en la sección 4. El desempeño de las CCM y de sus respectivas replicas no difirió, por lo que se promediaron los valores obtenidos en cuanto al voltaje producido, la eficiencia coulombica, y las remociones de DQO, proteínas, carbohidratos y SSV para obtener los datos finales promediados de cada CCM. Con base en estos, se compararon los comportamientos de todas las celdas en cuanto a la remoción de materia orgánica y generación de voltaje.

Para mejorar la producción de energía eléctrica en las celdas se empleó el catolito químico de persulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) a causa de su alto poder oxidante, de 2.12V aproximadamente, y se doparon los cátodos con Pt ya que este es un

electrocatalizador que aumenta el flujo de electrones para tener una mayor generación de voltaje. Los cátodos junto con los ánodos (electrodos) fueron de fieltro de grafito para que fueran biocompatibles con las biopelículas desarrolladas. Se les aplicó un tratamiento térmico para incrementar su área superficial. También, cada ánodo y cátodo estuvo separado mediante el uso de deflectores que formaron los compartimentos.

De las secciones 4.2 a la 4.8 se presentó la interpretación de resultados para tener un mayor entendimiento del funcionamiento de todas las celdas operadas. En la última sección, se presentó la taxonomía identificada de la biomasa obtenida mediante el gen secuencial 16S rRNA de la CCM que produjo el mayor potencial. Asimismo, en la sección 2 se presentó información sobre las CCM y sus configuraciones, los efectos generados al utilizar celdas apiladas, características de la digestión anaerobia, y el proceso de producción del mezcal y las vinazas.

Finalmente, con los resultados obtenidos, se encontró que la celda de 1 compartimento generó el menor voltaje de 0.164 ± 0.108 V (2.93 mW/m^2) pero tuvo la mayor eficiencia coulombica de $0.23 \pm 0.07\%$, mientras que la celda de 7 compartimentos produjo 0.540 ± 0.154 V y su EC fue de $0.13 \pm 0.05\%$. Esto demostró que los electrones liberados por los electrogénicos no llegaron al ánodo ya que se utilizaron para otros procesos metabólicos como la fermentación natural de las vinazas. Aunque no hubo una diferencia significativa entre las remociones de DQO entre dichas cámaras, esta fue mayor en la CCM de 1 cámara, $35.76 \pm 13.5\%$, que en la de 7 cámaras, $27.68 \pm 9.6\%$, lo cual indicó que conforme las bacterias electroactivas degradaron la materia orgánica, transfirieron electrones al ánodo. La taxonomía identificada de la biomasa de la celda de 7 compartimentos respaldó lo presentado ya que el filo de Bacteroidota predominó, 58-61%, mientras que Firmicutes y Proteobacteria se encontraron en menor proporción, 29-34% y 4-10%, respectivamente. Como los electrogénicos pertenecen a estos dos filos y las bacterias que degradan polisacáridos forman parte del primero, esto indicó que hubo una competitividad alta microbiana por la oxidación de azúcares para diferentes rutas metabólicas. Así que, se sugiere que para tener un mejor entendimiento sobre el potencial de las vinazas mezcaleras como sustrato en celdas apiladas con

deflectores y su interacción con las bacterias electroactivas, se debe monitorear cada compartimento en cuanto a la generación de voltaje y la remoción de DQO, así como sus condiciones ambientales mediante la medición de pH, temperatura y potencial de oxidación-reducción.

1. Planteamiento del problema

La tecnología empleada para la generación de energía eléctrica siempre está en cambio constante. El continuo y creciente uso de los combustibles fósiles sigue incrementándose. En la actualidad, el 81.25% de la demanda de energía primaria (fuente de energía disponible en la naturaleza) proviene de los combustibles fósiles (SENER, 2021). Aproximadamente el 61%, más de la mitad de la energía eléctrica producida, está basada en el uso de dicha materia prima (bp, 2022). A causa de lo anterior, hay una vasta cantidad de emisiones de CO₂, las cuales han ido aumentando con el paso de los años. En el 2020, de manera global se emitieron 32,078.5 millones de toneladas de dióxido de carbono, las cuales aumentaron un 5.6% en el 2021. De acuerdo con el *Informe Sobre la Brecha de Producción* (2021) publicado por el Programa del Medio Ambiente de las Naciones Unidas, se pronostica que para el 2030 los países extractores de hidrocarburos producirán 190% más de los combustibles fósiles. En México, la producción de CO₂ ha ido al alza. En 2020 se produjeron 357.7 millones de toneladas de dióxido de carbono, incrementando a 373.8 en 2022 (bp, 2022). En 2021, el 71.5% de la energía generada en el país provino de fuentes convencionales, siendo las que emplean petróleo, gas natural y carbón como combustibles (SENER, 2022).

Otro problema crítico es la generación de aguas residuales. En el 2020 en América Latina y el Caribe, el 59% de las aguas residuales domésticas se vertieron al medio natural sin un tratamiento previo (Saravia et al., 2022). De acuerdo con Vázquez, en el 2020 en México, el 47.5% de las aguas residuales colectadas recibieron tratamiento, y del total de las plantas que trataron caudales de 100 L/s en el país, el 54% operaron, pero de este porcentaje, el 25% funcionó adecuadamente. De las aguas residuales que se obtienen, los efluentes industriales son muy contaminantes ya que contienen sustancias químicas tóxicas como fenol, materia orgánica, sólidos y sales en concentraciones altas (Ahmed et al., 2022). La vinaza de mezcal es un efluente agroindustrial que presenta estas características, puesto que posee sólidos totales en gran proporción, de 45 a 96 g/L, y concentraciones elevadas de materia orgánica, de 35 a 122 g/L de DQO. El pH que tiene es de tipo ácido, siendo entre 3.5 y 5, y su temperatura de descarga es alta, de 70 a 90 °C. También, las vinazas mezcaleras al contener compuestos químicos como los fenólicos, las convierte en un residuo líquido recalcitrante, siendo complejo de tratar. A causa de esto, al disponer de

ellas directamente hacia el exterior, la composición del suelo sería alterada, p. ej., reducción de su porosidad, por lo que al haber cultivos cerca, serían afectados. Los cuerpos de agua sufrirían de eutrofización, el nivel del oxígeno disminuiría, y el crecimiento y desarrollo de las especies acuáticas serían alterados. Los microorganismos presentes en el suelo y agua serían inhibidos, ocasionando el desequilibrio del medio natural en el que se dispusieron las vinazas de mezcal (Robles-González *et al.*, 2018; Díaz *et al.*, 2020).

La industria del mezcal y la de tequila pertenecen al grupo de bebidas alcohólicas del sector agroalimentario, y son la segunda actividad económica más importante en el país después de la producción de cerveza (INEGI y Consejo Agropecuario de Jalisco, 2019). Con el paso de los años, la producción del mezcal aumentó en el país, puesto que del 2018 al 2022 hubo un incremento de 3,009,924 litros. La categoría de mezcal artesanal fue la más producida de las tres (ancestral, mezcal y artesanal), siendo el 88.92% del total. Del 2020 al 2022, el volumen de producción en el país aumentó 3.2%, y del 2020 a 2021, se registró un incremento en las exportaciones del 6.63%. Se pronostica que esta tendencia continuará en los años próximos, por ejemplo, en Europa cada vez se tiene más interés por el mezcal, y según el *Global Mezcal Market 2020-2025*, se espera que el mercado global del mezcal alcance los 1.06 mil millones de dólares en los tres años que restan para el 2025 (Sandoval y Carrillo, 2022). Desde 2011, año en que el Consejo Regulador del Mezcal (COMERCAM) empezó a registrar los datos de las exportaciones, estas han ido en aumento (COMERCAM, 2022). Con base en lo previo, el volumen de vinazas incrementará considerablemente ya que este es el residuo líquido que se obtiene de la producción del mezcal. Por cada litro de mezcal obtenido, se producen entre 8 y 14 litros de vinazas (Robles-González, 2018).

Las vinazas contienen una abundante cantidad de materia orgánica en forma de azúcares, por lo que pueden ser aprovechadas como un biocombustible para la generación de energía. Se ha comprobado que la digestión anaerobia es una opción viable, salvo que sus costos aumentan por el tratamiento que se le tiene que dar al biogás generado en el reactor anaerobio, con el propósito de obtener metano aprovechable para generar energía eléctrica. La digestión anaerobia ha mostrado buenos resultados, al grado que se aplica a escala comercial por empresas reconocidas a nivel mundial que se dedican al tratamiento de aguas y

lodos residuales, siendo algunas de estas PAQUES, Kurita y WATERLEAU (López et al., 2017).

Para producir energía a partir de las vinazas y de forma sostenible, menos contaminante y más económica, se puede proponer una tecnología nueva conocida como Celdas de Combustible Microbianas que permiten generar energía directamente del desecho por tratar, sin producir biogás. Las CCM no están totalmente desarrolladas y comercializadas ya que es una tecnología emergente y se necesita más investigación de los diferentes aspectos de su funcionamiento, sobre todo cuando se aplican a desechos líquidos y sólidos de difícil degradación. El voltaje producido por estas es menor al de las baterías y las celdas de combustible convencionales (Tan *et al.*, 2021); incluso para prender un LED que necesita entre 1.5 y 3.5 V (AutoSolar, 2024) no es suficiente el potencial obtenido, por ejemplo, una celda de doble cámara con una resistencia externa de 100 Ω operada por Mehravanfar y otros autores (2019) solo produjo 0.580 V. Aunque la configuración básica de una CCM sea de dos cámaras, anódica y catódica, también puede ser de una o más de dos cámaras o apiladas, y su comparación es una de las metas de esta investigación. Se están realizando investigaciones para solucionar las deficiencias que las CCM tienen, tanto en el aspecto económico como en el científico, para comprender mejor su principio de funcionamiento y elevar su eficiencia coulombica.

El funcionamiento de las CCM se basa en el metabolismo microbiano para generar electricidad, pero el conocimiento que se tiene de este es limitado (López *et al.*, 2017; Das, 2018); inclusive, los mecanismos mediante los cuales las células conservan energía son desconocidos o poco comprendidos (Revelo *et al.*, 2013). Esto se ve reflejado en las celdas apiladas, al tener varias cámaras, en cada una varía la actividad microbiana para la oxidación del sustrato, por lo que las rutas metabólicas van cambiando para la liberación de electrones y el transporte de estos hacia al electrodo. Arvin y colaboradores (2019) encontraron en una celda de electrólisis microbiana apilada de cuatro cámaras anódicas y catódicas que a lo largo de estas la materia orgánica fue degradándose, puesto que la remoción medida como DQO fue diferente en cada una. A causa de esto, el valor de densidad de corriente varió, ya que el último compartimento fue el que produjo más. Aunque no se demostró en dicho trabajo, otro factor que influye en el desempeño de las celdas apiladas es el voltaje inverso, el cual disminuye el

amperaje y voltaje totales producidos (Das, 2018), por lo que este tipo de configuración necesita ser estudiado para entender la causa de este fenómeno y su relación con las bacterias de la biomasa formada para poder descifrar cómo evitarlo o disminuir su impacto.

1.1. Justificación

Las Celdas de Combustible Microbianas es un sistema de generación energía que está en desarrollo y tiene el potencial para llegar a escala comercial. Esta se diferencia de las demás fuentes de generación porque funciona a temperatura ambiente, y a altas y bajas temperaturas, produciendo electricidad a través de la degradación de la materia orgánica (sustrato) hecha por microorganismos, habiendo pocas emisiones de CO₂ (Revelo *et al.*, 2013; Bazina *et al.*, 2023). Al operar de esta forma es una fuente de energía sustentable y limpia. No obstante, se necesita mejorar el desempeño eléctrico de las CCM porque su producción es relativamente baja, por lo que mediante la investigación que se realizará se buscará incrementar la generación de energía mediante los métodos de bioaugmentación selectiva en CCM apiladas. Simultáneamente con la generación de la energía en las CCM, se pueden introducir como combustible aguas residuales industriales de alta carga orgánica y lograr su tratamiento mediante la biomasa en las cámaras anódicas múltiples. En este estudio se usarán como combustible las vinazas mezcaleras por su contenido alto de materia orgánica.

Para obtener un buen desempeño eléctrico de las CCM, varios factores intervienen: tipo de separador, sustrato, el material de los electrodos, los microorganismos, entre otros (Tan *et al.*, 2021). Así que, los resultados que se obtengan contribuirán al entendimiento e incremento de la base de datos sobre la combinación y arquitectura utilizada al operar CCM de doble cámara apiladas y alimentadas con vinazas de mezcal ya que esta configuración prácticamente no se ha encontrado en la literatura. Además, la operación de celdas apiladas de doble cámara con deflectores que emplean como sustrato dicha vinaza no está registrado en la literatura, por lo que este es un experimento nuevo que aportará datos para la comprensión del funcionamiento de CCM apiladas.

1.2. Hipótesis

Las celdas de combustible microbianas (CCM) apiladas de 3, 5 y 7 pares de cámaras anódicas y catódicas permitirán incrementar la producción de

electricidad a partir de vinazas mezcaleras, en comparación con la obtenida en la CCM de solo una cámara anódica y otra catódica.

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo general

Evaluar la generación de energía y remoción de materia orgánica en celdas de combustible microbianas apiladas y compararlas con el funcionamiento de una celda de doble cámara, empleando como anolito vinazas de mezcal.

1.3.2. Objetivos particulares

- Estudiar el efecto del número de compartimentos de las CCM sobre la producción de electricidad y la remoción de materia orgánica.
- Analizar la influencia del número de compartimentos de las celdas apiladas sobre el desarrollo de la biomasa electrogénica en las cámaras anódicas.
- Investigar el comportamiento electroquímico de las biopelículas anódicas alimentadas con vinazas mezcaleras.
- Analizar la composición de la biomasa en la CCM que presentó el mayor voltaje.

2. Marco teórico

2.1 Celdas de combustible microbianas

Las celdas de combustible microbianas son sistemas bioelectroquímicos microbianos (SBM) que enlazan los conceptos de celdas electroquímicas y de reactores biológicos para investigar cómo las bacterias proveen electrones a partir de un sustrato determinado y cómo estos pueden llegar a los electrodos (ánodo y cátodo) y así generar energía eléctrica (Cercado, 2014). Estos sistemas pertenecen a la categoría de Celdas de Combustible Bióticas porque utilizan organismos vivientes (Das, 2018).

2.1.1 Desarrollo de las CCM

A finales del siglo XVIII, surge como disciplina científica la electroquímica, cuyo objetivo es estudiar las reacciones que ocurren en un circuito en el cual están conectados un material conductor y un electrolito, siendo este el que tiene carga y permite que haya un flujo de la energía eléctrica (González y Dzib, 2015). Su origen se le atribuye al desarrollo del concepto de “electricidad animal” que fue desarrollado por el médico Luigi Galvani (Costa, 2004; Martínez, 2011), el cual señaló que había una producción eléctrica inherente en los organismos (Martínez, 2011). Esto lo dedujo cuando observó las contracciones musculares de las ancas de una rana (electrolito) que estuvieron “en contacto con dos hilos metálicos diferentes unidos entre sí” (materiales conductores), demostrando la existencia del galvanismo, el cual consiste en “la producción de corriente eléctrica a partir del contacto de dos metales diferentes inmersos en un ambiente húmedo o solución acuosa” (González y Dzib, 2015).

Fue hasta el siglo XX, específicamente 1911, que la información obtenida de la bioelectricidad se utilizó para crear una Celda de Combustible Microbiana (Das, 2018) ya que la primera actividad registrada sobre la generación de energía eléctrica mediante una bacteria, que fue *Escherichia coli*, se le atribuyó al botánico Cresse Potter (Slate *et al.*, 2019). Dicho acontecimiento fue soportado años después en 1931 por el bacteriólogo Barnett Cohen a través de semiceldas de combustible microbianas conectadas en serie que produjeron 35 V y 2mA (Das, 2018). Antes de concluir la década de los noventa, las CCM trabajaban con mediadores externos para facilitar el transporte de electrones al electrodo con el propósito de incrementar

la cantidad de energía eléctrica generada (Anand, 2016). Sin embargo, esto se dejó de hacer a partir de 1999 porque se descubrió que no eran esenciales en las CCM, ya que podían ser costosos y tóxicos para los microorganismos, como el ferricianuro de potasio (Anand, 2016; Slate *et al.*, 2019). En dicho año, se desarrolló una generación nueva de CCM que no emplearía mediadores (Das, 2018).

En el 2004 empezó una investigación más intensa acerca de los sustratos que se pueden utilizar en las celdas, los materiales de los electrodos, los parámetros de operación y el diseño de las celdas para incrementar la cantidad de energía eléctrica producida (Cercado, 2014). Después, entre el 2007 y el 2010, “se propusieron modelos para predecir el desempeño de las celdas” (Cercado, 2014).

En la actualidad, se siguen haciendo estudios para comprender el funcionamiento del metabolismo de los microorganismos que transfieren los electrones producidos mediante la oxidación en el ánodo (Das, 2018) y así, incrementar la cantidad de energía eléctrica producida. Se siguen proponiendo materiales de menor costo como los electrodos, ya que hay algunos muy costosos como el platino que aumenta la eficiencia de las reacciones en las CCM (Cercado, 2014).

2.1.2 Composición de una CCM de dos cámaras

2.1.2.1 Cámara anódica

En la cámara anódica, las condiciones son anaerobias con el propósito de que vivan y se desarrollen las bacterias electrogénicas que producen electrones (por eso su nombre) y protones, H^+ , por cada electrón generado se obtiene un protón (Scott y Hao Yu, 2016). Los electrones son capaces de llegar al ánodo de manera indirecta, donde los exoelectrógenos son capaces de generarlos y enviarlos al ánodo, o puede ser de forma directa donde dichos microorganismos necesitan de nano cables para que se conecten directamente al ánodo o mediante mediadores como proteínas que pueden reemitir los electrones al electrodo. Estos se obtienen a partir de un anolito, que contiene el sustrato, donador de electrones, que es oxidado por bacterias electrogénicas (Zheng *et al.*, 2020). Los electrones obtenidos llegan al ánodo, terminal negativa, ya que es el aceptor de estas partículas, las cuales viajan a través de él hacia un circuito externo. Este tiene una carga que es una resistencia externa a través de la cual fluyen los electrones para llegar al cátodo y así producir energía eléctrica. Una CCM puede tener dos cámaras, una anódica y una catódica, que estén

separadas por una Membrana de Intercambio Protónico, Catiónico u de otro tipo, para la generación de voltaje, Fig. 2.1. Estas pueden operar como sistema por lotes o en modo continuo. Asimismo, el diseño de este tipo de CCM puede tener una configuración rectangular o cilíndrica, de placa plana, de flujo ascendente y CCM en miniatura ya que la geometría influye en la producción de energía eléctrica y en la remoción de contaminantes orgánicos contenidos en el influente utilizado (Slate *et al.*, 2019). Como producto de la reacción de oxidación de la materia orgánica por parte de la actividad microbiana en la cámara anódica, se puede generar dióxido de carbono (CO_2) (Parkash, 2016).

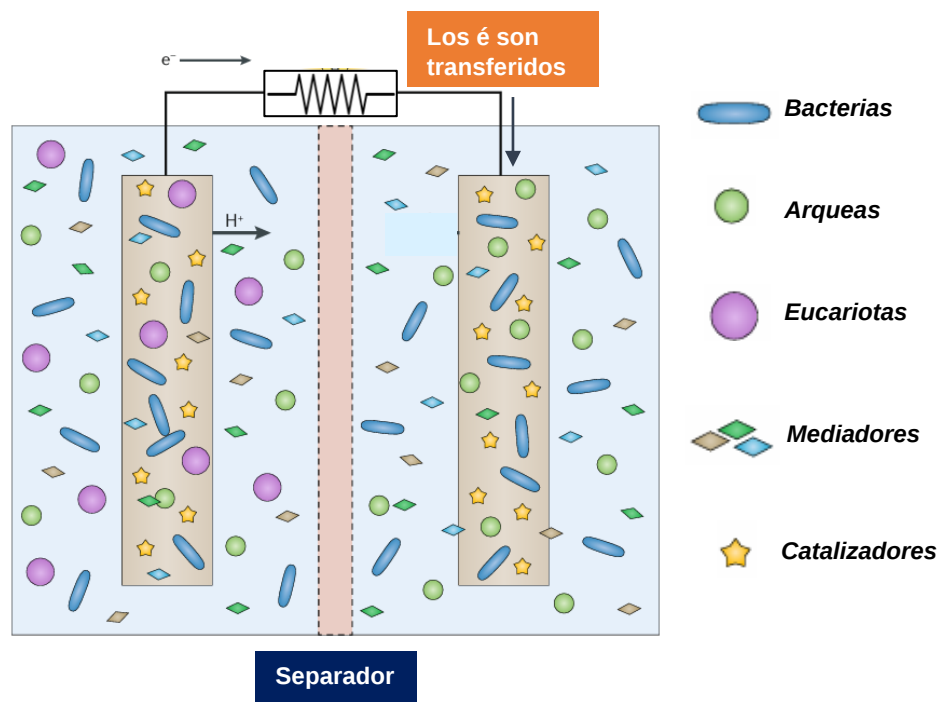


Figura 2.1. Esquema de una CCM de dos cámaras. Modificado de Logan *et al.* (2019).

2.1.2.1.1 Materiales del ánodo

El ánodo es el receptor final de electrones, por tanto, es necesario que el material del que esté fabricado sea compatible con los consorcios microbianos contenidos en el sustrato en el que estará sumergido el electrodo, ya que de este modo podrán formar una biopelícula sobre él. Una vez que suceda esto,

habrá una transferencia de electrones hacia el ánodo. Así que, los materiales que se empleen deben tener las siguientes características:

- a) Para que se adhieran los microorganismos a la superficie del ánodo, este debe tener una aspereza cercana a $6.3 \mu\text{m}$, ya que provee una mayor densidad de potencia con respecto a una superficie que ronde los $0.29 \mu\text{m}$. Si el ánodo tuviera una aspereza próxima a $12.5 \mu\text{m}$, podría causar que el ensuciamiento del electrodo aumentara, lo cual afectaría al desempeño de la CCM a largo plazo (Das, 2018; Deng, 2022). Al haber una porosidad superior a los 50 nm , el área de la superficie del ánodo sería más grande, lo cual ocasionaría que hubiera más espacio para que los microorganismos se fijaran, y se tuviera una posible disminución de las pérdidas óhmicas y aquellas causadas por las resistencias internas del sistema (Das, 2018).
- b) La conductividad del material empleado en la fabricación del ánodo permite la transferencia de electrones, por tanto, si el electrodo posee una conductividad baja habrá una resistencia óhmica mayor, la cual aumentará un poco más por la resistencia interna del material del ánodo, ocasionando una generación deficiente de energía eléctrica (Das, 2018).
- c) La biocompatibilidad del ánodo con los microorganismos es un factor que se debe tomar en cuenta para que se pueda generar una biopelícula sobre la superficie del ánodo y no se vea inhibido su crecimiento; las superficies rugosas ayudan para que suceda esta biocompatibilidad, puesto que estas contribuyen en la inoculación de la biomasa en el ánodo y permiten que los ciclos de operación de la CCM sean más largos (Das, 2018).
- d) El costo del material del ánodo deberá ser bajo y alcanzable, ya que de lo contrario no se podría emplear para una CCM, y además elevaría el costo final del proyecto realizado.

De acuerdo con Scott y Hao Yu (2016), se ha demostrado que las características de la superficie del material utilizado para el ánodo y la fuerza de atracción entre los microorganismos vivos son los factores fundamentales que afectan directamente la adhesión de las bacterias y la transferencia de electrones al ánodo.

En cuanto a los materiales empleados para fabricar el ánodo, los que están hechos de carbono son los más empleados, siendo algunos de estos la varilla de grafito, el fieltro de carbono, el papel de carbono, la tela de carbono, el cepillo de carbón, entre otros, Figura 2.2 (Das, 2018). Aunado a esto, entre

los materiales de carbono, unos presentan ventajas sobre otros, por ejemplo, para el cepillo de carbón que tiene una estructura de tipo 3D, se ha encontrado que produce mayor densidad de potencia (W/m^2 o mW/cm^2), respecto a los materiales de carbono que poseen estructuras de tipo planas, siendo papel, malla, lámina y fieltro (Scott y Hao Yu, 2016).

Esta selección de materiales ocurre por las características siguientes:

1. Proveer estabilidad química para la biopelícula.
2. Presentar una conductividad alta.
3. Poseer un área específica alta.
4. Presentar una biocompatibilidad buena.
5. Tener un costo bajo.

Aunque normalmente se utilicen los materiales de carbono, estos presentan resistencias internas altas en comparación con los metales (buenos conductores), por ejemplo, el papel de carbono, la fibra de grafito y la tela de carbón poseen resistencias internas de 0.8, 1.6 y 2.2 Ω/cm , respectivamente, mientras que la resistencia interna del cobre es de 0.1 Ω/cm (Scott y Hao Yu, 2016; Logan, 2008).

En cuanto a los metales, estos también se utilizan como ánodos siempre y cuando no sean corrosivos. El titanio y el acero inoxidable se emplean comúnmente en varias investigaciones, donde el segundo demostró que genera una densidad de potencia limitada pero que puede ser un material competitivo para crear bioánodos, mientras se utilice el inóculo adecuado y haya un control de la potencia generada (Scott y Hao Yu, 2016). Otro metal que se emplea es el cobre, Logan y Zhu (2013) llevaron a cabo un estudio para analizar el desempeño de este en comparación con los ánodos de carbono, y encontraron que generaba una densidad de potencia mayor que la producida por los otros materiales, aunque después fue disminuyendo hasta 2mW/m^2 . Los investigadores concluyeron que el cobre mostró ser un material corrosivo y tóxico para los microorganismos. Los metales nobles (p. ej. oro, platino y plata) reducen la resistencia interna de la celda y poseen una conductividad alta, pero tienen un costo elevado y generan una adhesión débil de los microorganismos (Scott y Hao Yu, 2016).

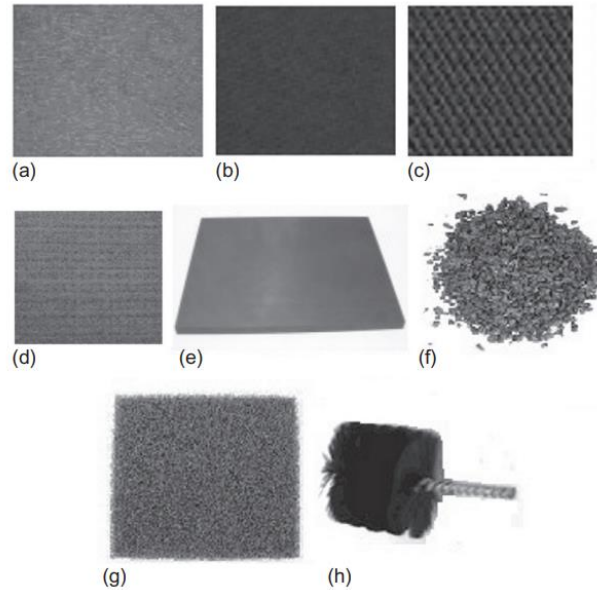
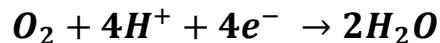


Figura 2.2 Materiales de carbono para el ánodo: a) Papel de carbono, b) tela de carbono, c) malla de carbono, d) fieltro de carbono, e) placa de grafito, f) grafito granular, g) carbono vítreo reticulado (RVC), y h) cepillo de carbón (Scott y Hao Yu, 2016).

2.1.2.2 Cámara catódica

Los electrones que viajan desde el ánodo hacia un circuito externo para llegar al cátodo (terminal positiva), producen una corriente eléctrica y un diferencial de voltaje; al ocurrir esto, se cierra el circuito ya que el cátodo es el destino final de dichas partículas (Cercado, 2014). Los protones obtenidos en la cámara anódica pasan a través de la Membrana de Intercambio Protónico antes de llegar al cátodo, donde se combinan con el oxígeno y los electrones para producir moléculas de agua, las cuales se generan a partir de una reacción de oxidación-reducción, Fig. 2.1 (Slate *et al.*, 2019; Das, 2018). El oxígeno es el agente oxidante que comúnmente se utiliza porque es muy abundante y tiene un potencial redox alto (Slate *et al.*, 2019). A continuación se muestra la reacción química de la reducción del oxígeno, la cual fue tomado de Slate *et al.* (2019):



2.1.2.2.1 Materiales del cátodo

En las CCM, el cátodo presenta dos tipos de diseño, siendo el primero el de cátodo de base acuosa. Este se usa en las CCM con dos cámaras, sumergiéndose en el electrolito de la cámara catódica. No obstante, la

disponibilidad de oxígeno disuelto en la solución acuosa limita el desempeño del cátodo, de modo que la reacción de oxidación-reducción no se lleva a cabo adecuadamente. Esto es a causa de que la solubilidad del oxígeno en el agua es baja, siendo 6 mg/L a 25°C (Scott y Hao Yu, 2016).

La segunda forma consiste en que el cátodo esté expuesto al aire, ya que de esta manera se provee oxígeno directamente a la cámara catódica para que ocurra la reacción de oxidación-reducción. Para esta configuración se necesita una capa de recubrimiento de difusión hidrofóbica con el propósito de que haya un flujo alto de entrada de oxígeno a la cámara catódica y para evitar que se filtre agua a través del cátodo aireado (Scott y Hao Yu, 2016).

Los materiales de carbono son más utilizados para los cátodos por las propiedades que presentan, puesto que son de bajo costo, tienen estabilidad química, poseen una conductividad alta y son biocompatibles, en caso de que se utilizaran biocátodos. Además, los materiales de carbono que tienen una porosidad alta generan mayor densidad de potencia que los que tienen una estructura plana ya que poseen un área superficial mayor. Para los cátodos que no emplean catalizadores, la tela de carbón, el papel de carbón y las hojas o placas de grafito son los materiales más empleados (Scott y Hao Yu, 2016).

Los cátodos de carbono ralentizan la oxidación-reducción, por lo que, para mejorar esta reacción y así mejore el desempeño de una CCM, se pueden incorporar catalizadores, como los de tipo abiótico (Das, 2018). Estos son materiales carbonosos, basados en metales, en particular los nobles, los cuales se colocan sobre un soporte de carbón. El platino es el más empleado porque “en medios neutros, facilita el mecanismo de transferencia de electrones con una producción muy baja de productos intermedios,” y se transfiere el doble de electrones con la mitad de las cantidades empleadas de los reactantes (Guadarrama, 2020). Asimismo, este es mayormente utilizado para dopar cátodos y tiene una actividad catalítica muy alta para que se lleven a cabo las reacciones redox (Sonmez *et al.*, 2024). En comparación con los materiales de carbono, estos transfieren dos o cuatro electrones mientras producen más reacciones intermedias, siendo un incremento del 50 al 70% (Guadarrama, 2020). Aun así, el carbón activado dopado con platino es el catalizador de cátodo estándar más recurrido en las CCM. Pero para que un catalizador abiótico sea efectivo debe proveer una

alta actividad catalítica, ser de larga duración, tener una alta conductividad para que se reduzcan las pérdidas por resistencias internas, ser de bajo costo y que se encuentre de manera abundante para que sea fácil adquirirlo. El platino es de alto costo y no es muy abundante, además de que es poco estable durante largos periodos de tiempo en operación. A causa de esto, se produjeron aleaciones de Pt con materiales abundantes del medio natural como la tierra roja, los cuales son de menor costo y tienen una mejor actividad catalítica que la del platino cuando está solo (Das, 2018).

2.1.2.3 Membrana de Intercambio Protónico (MIP)

Las cámaras anódica y catódica de las Celdas de Combustible Microbianas se pueden dividir mediante una Membrana de Intercambio Protónico (MIP) (Flimban *et al.*, 2019; Slate *et al.*, 2019; Parkash, 2016). Esta permite que los protones generados en la cámara anódica viajen a través de ella para llegar a la cámara catódica, “y previene la entrada de oxígeno de la cámara catódica a la anódica”, Fig. 2.3 (Flimban *et al.*, 2019). La MIP es la más utilizada por las características que presenta, como una resistencia interna baja, alta conductividad, puede permanecer largos periodos de tiempo inactiva sin afectar el desempeño de la CCM y tiene una permeabilidad selectiva de protones (Slate *et al.*, 2019; Flimban *et al.*, 2019). Nafion 117 es la MIP más empleada en las CCM por su selectividad de protones; también, se ha estudiado su influencia en las comunidades microbianas de Arquea y Eubacterias, de lo cual se ha encontrado que esta última no se ha visto afectada por dicha membrana, mientras que la otra es dependiente de la MIP. Sin embargo, la relación entre las comunidades microbianas y la MIP todavía no está muy definida y explicada (Das, 2018).

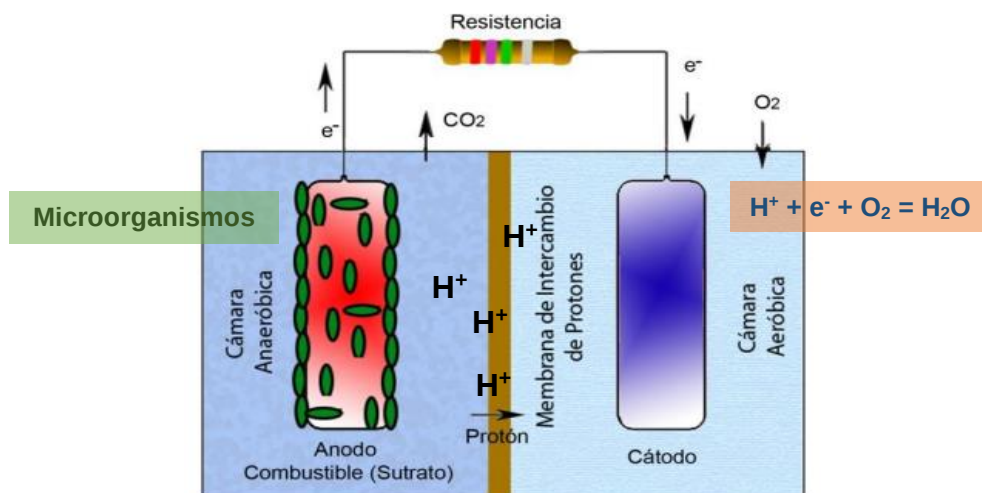


Figura 2.3. Esquema de una CCM de dos cámaras. Modificado de Revelo et al. (2013).

2.1.3 Configuración de las CCM: Simple y apiladas

2.1.3.1 Cámara simple o de una cámara

La CCM de cámara simple no opera con una cámara catódica ya que el cátodo está expuesto al aire de manera directa. Esto representa un aspecto benéfico en el ámbito económico ya que no se usa una segunda cámara y un aceptor de electrones, como el oxígeno. Al hacer uso de este gas, el consumo de energía es alto ya que se debe inyectar al catolito, en caso de que se utilice una CCM con dos cámaras (Slate *et al.*, 2019).

La estructura de este tipo de celda puede incluir una membrana (catiónica, protónica, entre otras) para separar los electrodos, pero también puede operar sin este componente. Aunque, es posible la difusión del oxígeno a la cámara anódica, lo cual afecta el rendimiento de la CCM. Por el contrario, si se emplea, la membrana se combina con el cátodo y se acomoda de modo que esté orientada hacia el ánodo para que en este espacio anaerobio suceda la reacción de oxidación-reducción, mediante la cual se obtienen electrones, protones y CO_2 como subproductos, Fig 2.4 (Rismani-Yazdi *et al.*, 2008; Cárdenas *et al.*, 2022). La carga negativa se mueve hacia un circuito externo, mientras que la positiva fluye a través de la MIP para llegar al cátodo y generar energía eléctrica (Cárdenas *et al.*, 2022). En esta celda hay una producción mayor de potencial que en las celdas convencionales, contienen líquidos en sus cámaras, por la cercanía espacial entre el electrodo y la membrana, y entre electrodos, ya que disminuye la resistencia óhmica (Scott y Hao Yu, 2016; Cárdenas *et al.*, 2022).

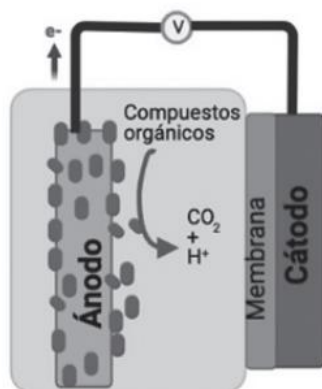


Figura 2.4 Configuración de las CCM de una cámara simple (Cárdenas *et al.*, 2022)

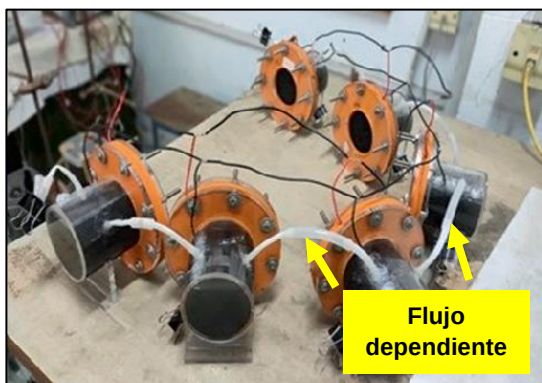
2.1.3.2 Celdas apiladas

Las celdas apiladas se componen de varias cámaras, o compartimentos, que se instalan de forma secuencial, una después de otra. La orientación puede ser vertical (flujo en cascada) u horizontal, y tener un arreglo de tipo paralelo o en serie (Flimban *et al.*, 2019). Al conectar las cámaras eléctricamente en serie se incrementa el voltaje y se mantiene la misma corriente, pero al tenerlas con un arreglo eléctrico en paralelo, aumenta la corriente y se mantiene el mismo voltaje, Figura 2.5. Un ejemplo es el experimento siguiente: cuatro celdas apiladas de dos cámaras y alimentadas en continuo utilizaron tela de carbón como electrodos, y generaron a circuito abierto 16.9 A/m² y 3.27 V en serie, y 4.45 A/m² y 0.82 V en paralelo (Zhang *et al.*, 2017, citado en Flimban *et al.*, 2019). También, el tipo de flujo empleado, continuo o por lotes, influye en el desempeño de la celda. Con el primero, el sustrato es suministrado de forma constante a la CCM, lo cual permite que siempre esté disponible para las bacterias ya que continuarán alimentándose y no serán inhibidas, de modo que la remoción de DQO y la generación de voltaje no se verán afectados por este factor. Esto cambia con un flujo por lotes ya que se debe realizar un monitoreo continuo del desempeño de la CCM porque si se terminara el sustrato, la biomasa desarrollada comenzaría a disminuir, lo que podría causar una menor degradación de la materia orgánica y la aparición del voltaje inverso, el cual ocasiona el que haya una producción de voltaje más baja (Mehraanfar *et al.*, 2019). Tremouli *et al.* (2021) demostraron que mediante dos celdas de cámara doble operadas en lotes y conectadas eléctricamente en serie, obtuvieron una remoción de DQO entre 84.8% y 89.8%, pero al utilizar el flujo continuo, la remoción fue entre 38.6% y 45%.

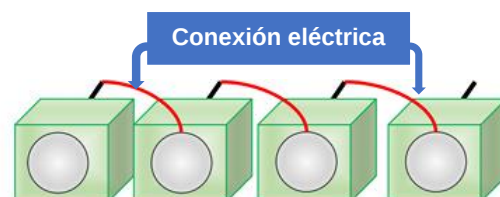
La configuración hidrodinámica del sustrato es otro factor influyente: una forma es que el agua residual aprovechada como combustible para la CCM fluya a lo largo de cada compartimento, se comparte el anolito, y otra es que cada uno lo reciba por separado, Figura 2.5. Al operar de la primera forma, el sustrato fluye a través de varios electrodos, de modo que es oxidado continuamente en cada cámara, y el TRH del sistema completo se divide entre el número total de compartimentos ya que en cada uno el influente se queda retenido un tiempo determinado, por lo que dicho parámetro se reduce, por ejemplo, si el TRH es de 1.5 días y se utilizan tres cámaras,

este sería de 0.5 d en cada una. Cuando se emplea la otra configuración, dicho tiempo se mantiene igual, es decir, los ánodos presentes al estar separados, el TRH es el mismo, tomando el ejemplo anterior, 1.5 días sería el TRH para cada compartimento. En uno solo, el sustrato es oxidado y de este mismo se obtiene el efluente que se caracteriza para calcular su remoción de materia orgánica (Jain y Mungray, 2020). Estos mismos autores (2020) encontraron que seis celdas de cámara simple conectadas eléctricamente en paralelo y con un arreglo dependiente, compartiendo el sustrato, generaron menor corriente, 1.2 mA, que la configuración donde era independiente, 2.4 mA, la cual presentó la mayor tasa de remoción de DQO. Así que, el TRH se vuelve una variable que influye en el desempeño de la celda, puesto que en este trabajo mencionado, los autores vieron que la celda dependiente recibió una menor cantidad de DQO ya que el sustrato estuvo en contacto con la biomasa en cada compartimento por 0.5 días, el TRH se dividió entre seis cámaras, pero, al emplear el arreglo independiente, cada una recibió una mayor cantidad de materia orgánica ya que interaccionó con las bacterias por 3 días, el TRH total utilizado. De igual forma, al operar CCM apiladas en las que se comparte el ánodo, se pueden utilizar deflectores ya que mediante estos la biomasa permanece un mayor tiempo en la celda, las fases de la digestión anaerobia se pueden separar porque suceden en diferentes compartimentos, y permite el que haya una mayor interacción entre las bacterias y el sustrato (Schalk *et al.*, 2018; Arvin *et al.*, 2019), Figura 2.5; más adelante se describen los resultados encontrados de algunas celdas que operaron con estos.

a.1)



a.2)



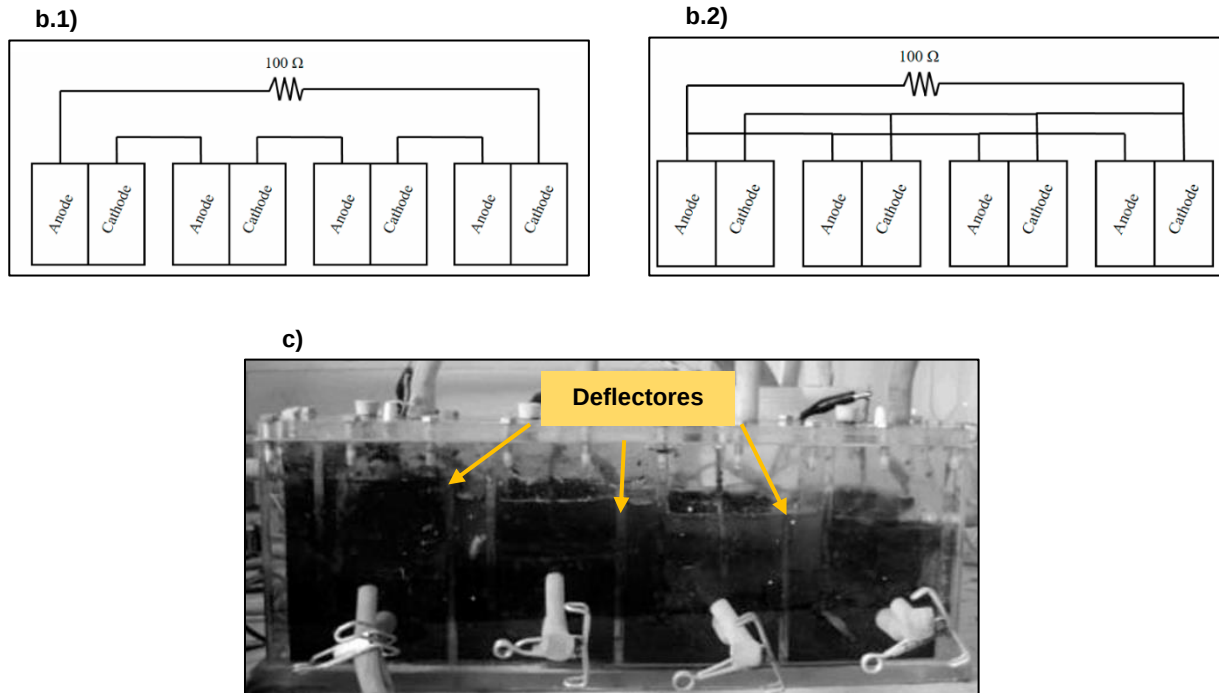


Figura 2.5. Esquemas de celdas apiladas. a) Configuración hidrodinámica: a.1) dependiente, y a.2) Independiente. Modificado de Jain y Mungray, 2020; Minutillo *et al.*, 2021. b) Conexión eléctrica: b.1) Serie y b.2) paralelo (Tremouli, 2021). c) Con deflectores. Modificado de Zhong *et al.*, 2010.

Si se deseara obtener un voltaje y corriente específicos, se tiene que definir el arreglo en serie o paralelo de las CCM apiladas, pero puede haber pérdidas cuando se conecten de forma secuencial cada celda de dos cámaras, por lo que la suma total del voltaje y de corriente de todas las celdas no será igual al de la celda apilada (Logan, 2008). No obstante, estos factores no son los únicos que influyen en el desempeño de las CCM apiladas, también es necesario tomar en cuenta la forma del reactor, el tipo de sustrato, el material del electrodo, el tipo de flujo, por lotes o en continuo, entre otros factores (Flimban *et al.*, 2018).

Aunque se elaboren diferentes diseños para incrementar la cantidad de voltaje, densidad de potencia y corriente producidos por las CCM apiladas, estas presentan un problema constante que es el voltaje inverso al realizar una conexión en serie de las celdas, lo cual causa una disminución en la densidad de potencia producida (Das, 2018; Kim *et al.*, 2017; Jain y Mungray, 2020). Este consiste en el cambio de polaridad del circuito. Cuando a una celda se le demanda una cantidad de energía que excede

la tasa de suministro de energía del sustrato, el potencial del ánodo incrementa, lo que ocasiona un cambio en la polaridad de la celda, generando así un voltaje inverso (Slate *et al.*, 2019). Cuando entre varias celdas, el voltaje de una de ellas cambia de positivo a negativo y los valores de las demás se mantienen positivos, ocurre el voltaje inverso (Kim *et al.*, 2017). Si este sucediera significa que hay un desequilibrio en las celdas, es decir, que alguna celda presenta una condición extrema en comparación con otra, como un bajo nivel de sustrato, fugas, el ensuciamiento de la membrana, obstrucciones causadas por los fluidos utilizados como el anolito, entre otros (Slate *et al.*, 2019; Scott y Yao Ho, 2016).

Las CCM apiladas pueden acomodarse de manera vertical y horizontal, siendo muy utilizado este último para construir celdas apiladas de dos cámaras con la forma de un paralelepípedo rectangular, u otras, como la cúbica. Las celdas apiladas tienen la configuración de una celda individual, siendo el ánodo y el cátodo, dos puertos que son el de entrada y de salida para el influente y efluente, y una MIP, u otro tipo de membrana, o incluso sin membrana. Una desventaja de las celdas apiladas operadas de manera horizontal es que se utilizan bombas para proveer la cantidad de sustrato necesario, por lo que hay un gasto de energía extra (Flimban *et al.*, 2018). El estudio de estas celdas se ha llevado a cabo de forma constante en el presente siglo, por lo que se pueden encontrar investigaciones actualizadas y variadas sobre estas celdas, Tabla 1.1., incluso surgieron configuraciones nuevas de celdas apiladas horizontales con deflectores. Este tipo de diseño ha presentado buenos resultados en cuanto a la remoción de DQO, obteniéndose valores de 70% para una conexión eléctrica en serie y 83% para una conexión eléctrica en paralelo (Jain y Mungray, 2020), y 78.80 % y 81.04% para una conexión eléctrica en serie y paralelo, respectivamente (Zhengfang *et al.*, 2015), Tabla 2.1. Sin embargo, la eficiencia coulombica ha sido muy baja, de 1.21% y 0.7% para una conexión en serie y paralelo, respectivamente (Zhengfang *et al.*, 2015). Esto indica que se necesitan realizar más investigaciones para mejorar el desempeño de la producción de energía de estas celdas.

Tabla 2.1. Resultados de diferentes CCM apiladas.

Configuración	No. De celdas	Sustrato	Ánodo	Cátodo	Membrana	I (mA/m ²)	VCA (mV)	DP (mW/m ²)	EC (%)	Remoción de DQO (%)	Referencia
Cámara simple con cátodo aireado (sistema por lotes)	6	Agua residual doméstica	Filtro de carbón	Filtro de carbón y es aireado	Membrana de tierra: Montmorillonita y tierra roja, recubierta con solución de Nafion	0.07 mA (p) 0.007 mA (s)	500 (p) 1000 (s)	1.6 W/m ³ (s) 1.9 W/m ³ (p)	0.16 (s) 1.38 (p)	70 (s) ~83 (p)	Jain y Mungray, 2020.
Cámara simple con cátodo aireado (sistema continuo)	6	Agua residual doméstica	Filtro de carbón	Filtro de carbón y es aireado	Membrana de tierra: Montmorillonita y tierra roja, recubierta con solución de Nafion.	1.2 mA (p y FHS) 2.4 mA (p y FHP)	527 (p y FHS) 789 (p y FHP)	4.37 W/m ³ (p y FHS) 6.99 W/m ³ (p y FHP)	4.87 (p y FHS) 14.26 (p y FHP)	~85 (p y FHS) ---- (p y FHP)	Jain y Mungray, 2020.
Doble cámara (C/D): Ánodo está compuesto por 6 cámaras anódicas	1	Melaza	Filtro de grafito	Tela de carbón	MIP	~11.5 (s)	571 (s)	3.4 (s)	-----	65.8 (s)	Shih-Hsien Chang et al., 2014.
Cámara simple con cátodo aireado (C/D): 6 pares de CAC	1	Influente que contiene sulfuro y una alta concentración de materia orgánica.	Filtro de carbón y grafito granulado	Papel de carbón con Pt	Sin membrana	2.87 mA (s) 3.29 mA (p)	2340 (s) ~600 (p)	200 (s) 270 (p)	-----	54.6 (Promedio de las 6 unidades)	Huipeng Lui et al., 2015.
Dos cámaras	2	Glucosa	Papel de carbón	Papel de carbón	MIP	1289.26 (s) 2069. (p)	1311 (s) 668 (p)	1024.79 (s) 958.68 (p)	-----	-----	Gurung y Oh, 2012.
Dos cámaras	3	Agua residual municipal enriquecida con acetato	Filtro de carbono	Filtro de carbono	MIC	1100 (s) 2500 (p)	~2090 (s) ~650 (p)	1287 ± 65 (s) 912 ± 76 (p)	-----	57.6 ± 2.04 (s) 82.1 ± 0.81 (p)	Mehravanfar, Mahdavi, y Gheshlaghi, 2019.
Cámara simple con cátodo aireado	4	Mezcla que contiene acetato de sodio, composta y una solución mineral.	Cepillo de fibra de carbono	Carbón activado recubierto con una capa de PTFE	Sin membrana	~0.22 mA (s) 0.602 mA (p)	~2400 (s) ~509 (p)	72 (s) 88 (p)	-----	-----	Minuttilo et al., 2021.

Cámara simple con cátodo aireado (C/D): 4 pares de CAC	1	Agua residual porcina	Filtro de carbón (grafito granulado en el fondo de la cámara)	Papel de carbón	Sin membrana	182.5 (s) 736 (p)	1963 (s) 683 (p)	160.1 (s) 195.4 (p)	1.21 (s) 0.7 (p)	78.80 (s) 81.04 (p)	Zhengfang et al., 2015
Cámara simple con cátodo aireado	4	Residuos de comida domésticos (triturados y secados)	Gránulos de grafito	Pasta de grafito en tela de GORE-TEX® (impermeable)	Sin membrana	6.41 ± 0.35 mA (s) 3.43 ± 0.23 mA (p)	-----	4.1 mW (s) 1.2 mW (p)	-----	58 (s) 72 (p)	Tremouli, Kamperidis y Lyberatos, 2021.
Doble cámara	2	Agua residual artificial	Filtro de grafito	Filtro de grafito	MIP	157.14 (s) 357.14 (p)	780 (s) 390 (p)	202.38 (máx y s) ~201.90 (máx y p)	33.5 (s) 73.2 (p)	87.3 (s) 91.8 (p)	Kim et al., 2017.

Nota: FHP: Flujo Hidrodinámico en Paralelo; FHS: Flujo Hidrodinámico en Serie; p: Conexión eléctrica en paralelo; s: Conexión eléctrica en serie; MIP: Membrana de Intercambio Protónico; MIC: Membrana de Intercambio Catiónico; CAC: Cámaras Anódica y Catódica; C/D: Con deflectores.

2.1.4 Factores bioelectroquímicos

Para estudiar la generación de energía eléctrica de una CCM se evalúa su desempeño eléctrico a partir de distintas variables y parámetros que se mencionan a continuación:

- Potencia eléctrica. Es la cantidad de energía entregada (J) por unidad de tiempo (s) en una CCM (Chauca y Lizet, 2018), lo cual se traduce como Watts. Esta se obtiene a través de las fórmulas siguientes:

$$P = V \times I$$

$$P = \frac{V^2}{R_{ext}}$$

$$P = \frac{I^2}{R_2}$$

- Densidad de corriente. “Es la corriente eléctrica producida por unidad de área colonizada del ánodo” (Logan et al., 2006, citado en Estrada, 2018), y esta se expresa como amperios (A) sobre metro cuadrado (m²).
- Densidad de potencia (DP). Es la potencia eléctrica que se produce por unidad del área del ánodo, y se expresa como Watts sobre metro cuadrado (W/m²). Para calcularla, se obtiene la potencia eléctrica con una de las tres fórmulas mencionadas anteriormente y el resultado se divide entre el área del electrodo anódico.
- Curva de polarización. Esta se utiliza para determinar la resistencia interna y “caracterizar la corriente como una función de la tensión eléctrica, esta prueba muestra el comportamiento del voltaje y la DP en función de la producción de corriente variando la R_{ext} ” (Guadarrama, 2020). Para representar dicho comportamiento se grafica voltaje contra densidad o intensidad de corriente, donde puede haber un tercer eje (lado opuesto del eje de las ordenadas) mediante el cual se grafique la densidad de potencia (Torres *et al.*, 2019; Estrada, 2018).
- Resistencia interna (RI). La producción de voltaje se ve afectada por la oposición al flujo de electrones que presenta la CCM, por lo que se genera una carga resistiva interna que se divide en tres partes. La primera es la resistencia por activación, o de transferencia de carga, la siguiente es por pérdidas óhmicas, y la tercera es la resistencia por transferencia de masa (Kim *et al.*, 2020; Tan *et al.*, 2021). Para identificar cada resistencia, se utilizan curvas de polarización, específicamente la de Voltaje contra Corriente. Esta se divide en tres regiones, las cuales se mencionan en orden de izquierda a derecha: resistencia por activación, resistencia óhmica y resistencia por transferencia de masa (Das, 2018; Revelo *et al.*, 2013). Asimismo, para obtener el valor cuantitativo de la resistencia interna se emplean la curva de Voltaje contra Corriente, se calcula la pendiente de la región central (Vicari *et al.*, 2018).
- Espectroscopía de Impedancias Electroquímicas (EIS). Técnica moderna utilizada para determinar la corriente de salida en las celdas mediante la aplicación de una

perturbación de potencial eléctrico a los electrodos, utilizando un rango específico de frecuencias, generalmente es de 100 kHz a 0.1 Hz. Las respuestas obtenidas se representan en diagramas BODE y Nyquist. En el primero se obtienen curvas graficadas mediante valores logarítmicos, específicamente, se muestra el cambio en la impedancia total con respecto a la frecuencia medida, y la variación del ángulo de fase correspondiente a la frecuencia utilizada. (GAMRY INSTRUMENTS, 2023; Vázquez, 2007; Wang *et al.*, 2022; Lazanas y Prodromidis, 2023). En el otro diagrama, se obtiene una curva de impedancia imaginaria (Z'') contra impedancia real (Z') en la que se identifican tres tipos de resistencia, siendo la primera la resistencia de solución u óhmica, la cual se describió en el apartado anterior. La siguiente es la de transferencia de carga, representada por un semicírculo, que es causada por la interferencia en el transporte de los electrones hacia la superficie del electrodo. La última es la resistencia por transferencia de masa, o impedancia de Warburg, la cual se identifica como una línea recta inclinada a 45°. Esta sucede por la difusión baja de las especies redox en el electrolito hacia la superficie del electrodo (Lazanas y Prodromidis, 2023).

- Voltamperometría cíclica. Técnica electroquímica de barrido de potencial con el propósito de medir la corriente eléctrica que circula por el electrodo en un rango de voltajes establecido para analizar la actividad catalítica de las reacciones redox e identificar qué pares redox están presentes. Para ello se grafican voltamogramas de Corriente contra Voltaje que mediante estos se obtienen picos de oxidación y reducción cuando dichas reacciones se lleven a cabo (Galindo, 2022; Yamada *et al.*, 2022a).
- Eficiencia coulombica (EC). Es el parámetro que se utiliza para conocer la fracción de energía que se aprovechó de la cantidad total de esta contenida en el sustrato para generar una corriente específica. Para calcularla, es la razón entre la carga que se genera y la que está presente teóricamente en el sustrato depositado en la cámara anódica (Sharma y Li, 2010, citado en Revelo *et al.*, 2013). Con base en la operación de la CCM, hay dos formas para calcular la EC:

1. Cuando la alimentación es por lotes, en la fórmula se incluye la variación de la corriente con respecto al tiempo durante el periodo de operación (t_b) de la CCM (Rabaey *et al.*, 2005, citado en Estrada, 2018):

$$\varepsilon_{Cb} = \frac{M \int_0^{t_b} I(t) dt}{FbV_{\text{ánodo}} \Delta DQO} \times 100$$

Donde M es el peso molecular del oxígeno (32 g/mol), $I(t)dt$ los coulombios producidos por la CCM, F es la constante de Faraday (96485 C/mol é), b es el número de electrones intercambiados por cada mol de oxígeno, t es el tiempo (en segundos) del ciclo de operación o de reacción de la CCM, $V_{\text{ánodo}}$ es el volumen del líquido (L) de la cámara anódica y ΔDQO que es el cambio de la DQO ocurrido durante el tiempo de operación (mg/L) (Estrada, 2018).

2. Cuando se utiliza una alimentación de flujo continuo, la fórmula no incluye la variación del tiempo ya que se trabaja con una corriente eléctrica producida en condiciones estables, e está presente la tasa de flujo volumétrico del influente (L/d) que se representa por la letra q (Estrada, 2018):

$$\varepsilon_{Cb} = \frac{M I}{Fbq\Delta DQO} \times 100$$

2.1.4.1 Factores limitantes

Las CCM experimentan diferentes pérdidas durante la operación que limitan su desempeño. De forma experimental no se ha alcanzado la producción teórica de energía eléctrica (Slate *et al.*, 2019). Las pérdidas principales responsables se categorizan de la manera siguiente:

- **Pérdidas por activación o transporte de carga.** Para que se lleve a cabo la reacción redox, los microorganismos requieren vencer una barrera de energía, lo cual se hace mediante energía de activación. Con esta, es posible que se

transfieran los electrones a la superficie del ánodo y se reduzca el oxígeno en el cátodo ya que es un aceptor terminal de electrones. Sin embargo, a causa de las limitaciones cinéticas, hay pérdidas de energía por activación al momento de que suceda la reacción de redox. Aunado a esto, tienen un impacto en la densidad de potencia producida porque influyen en la adhesión de los microorganismos al ánodo, la transferencia de electrones y la oxidación del sustrato. Para disminuir dichas pérdidas se utilizan diferentes métodos como añadir un catalizador al electrodo para mejorar su actividad catalítica, incrementar la superficie del área del electrodo, propiciar la formación de una biopelícula altamente electrogénica en la superficie del ánodo, y/o mejorar la transferencia de electrones entre el ánodo y los microorganismos. Un ejemplo de esto sería utilizar un ánodo de carbono ya que este es conductor y tiene biocompatibilidad (Das, 2018; Scott y Yao Ho, 2016).

- **Pérdidas óhmicas.** Estas son las caídas de voltaje causadas por las resistencias internas de las células, las interconexiones y de los componentes. También, el flujo por parte de los iones contenidos en el electrolito presenta resistencias internas al igual que la membrana de intercambio protónico. Las pérdidas óhmicas pueden verse disminuidas mediante la reducción de la distancia entre el ánodo y cátodo, la utilización de un material conductor para el ánodo, aumentar el área de superficie del cátodo, entre otros (Das, 2018; Scott y Yao Ho, 2016).
- **Pérdidas por transferencia de masa.** Se presentan debido a la difusión limitada de los reactivos y productos en el electrolito hacia el electrodo, puesto que hay un agotamiento de los reactivos y se acumulan los productos en el sitio de reacción, como la superficie anódica o el seno del ánodo (Estrada, 2018; Kim *et al.*, 2020; Tan *et al.*, 2021), de modo que ya no se pueden liberar más electrones. Estas pérdidas ocurren comúnmente cuando se tienen densidades de corriente altas. Para contrarrestarlas se pueden utilizar diferentes métodos como usar volúmenes elevados del sustrato en la cámara anódica, emplear una gran cantidad de oxidante en la cámara catódica, modificar la geometría de esta misma cámara, entre otros (Huang *et al.*, 2010).

Un factor adicional que limita el desempeño de una CCM es la acumulación de microorganismos ya que forman una biopelícula gruesa, ya que al desarrollarse durante el tiempo de operación, y que al mismo tiempo los microorganismos excretan sustancias poliméricas, ocasionan el ensuciamiento u obstrucción de la superficie del ánodo (Das, 2018). Dependiendo de los electrones obtenidos de los microorganismos y las pérdidas de energía ocurridas en el cátodo, cuando se utiliza la glucosa y el ácido acético como sustrato se genera un voltaje entre 0.3 V y 0.5 V (Slate *et al.*, 2019). Estos valores son bajos ya que ni siquiera se puede prender un LED (diodo emisor de luz) ya que el de tipo rojo requiere 1.3 V (Departamento de Tecnología IES, 2018).

Al trabajar con celdas de dos cámaras, otro factor que influye en su rendimiento es el tamaño del espacio que hay entre los electrodos. Al incrementar la separación entre ánodo y cátodo, el desempeño de la CCM disminuye a causa del aumento de las resistencias internas. Sin embargo, los electrodos no tienen que estar tan cerca de la MIP porque puede haber una difusión de oxígeno de la cámara catódica a la anódica, lo cual perjudica la producción de electrones, de modo que la reacción redox se ve afectada (Flimban *et al.*, 2018).

2.1.4.2. Degradación anaerobia de la materia orgánica

2.1.4.2.1. Características de la degradación anaerobia

La generación de corriente eléctrica en una celda de combustible microbiana sucede por la acción metabólica de los microorganismos electrogénicos ya que estos liberan electrones al oxidar el sustrato contenido en el anolito. Para que esto suceda, se lleva a cabo una degradación anaerobia, por lo que la cámara anódica no debe contener oxígeno molecular. Los microorganismos electroactivos tienen que ser capaces de vivir en condiciones anaeróbicas.

La digestión anaerobia es un proceso bioquímico capaz de degradar la materia orgánica contenida en las aguas residuales para obtener subproductos como CH₄,

CO₂, H₂, acetato, entre otros, dependiendo de las condiciones que tenga el reactor, por ejemplo, temperatura, pH, etc. (Parra, 2015). También, los parámetros de operación influyen en la oxidación del influente, tales como carga orgánica, tiempo de residencia hidráulica, tiempo de retención de sólidos, etc. Como en la cámara anódica de las CCM no está presente el oxígeno molecular, esto permite que el ánodo se convierta en el aceptor terminal de electrones. En cuanto a la cámara catódica, el oxígeno es el oxidante más abundante, por lo que se utiliza de manera frecuente ya que tiene un potencial de oxidación alto (1.23 V) y cuando se reduce genera un producto limpio, siendo el agua (Ucar *et al.*, 2017).

La degradación anaerobia es ampliamente utilizada para el tratamiento de aguas residuales por las características que posee, las cuales representan las ventajas que tiene sobre la digestión aeróbica. Estas se mencionan a continuación (Parra, 2015):

- a) Presenta una alta eficiencia en la eliminación de carga orgánica y es una tecnología simple.
- b) Es flexible porque se puede aplicar a grande y pequeña escala.
- c) El reactor no necesita mucho espacio.
- d) Su consumo de energía es pequeño en comparación a un reactor aerobio ya que este requiere de energía eléctrica para inyectar oxígeno a su proceso y estar continuamente monitoreándolo.
- e) La adición de químicos y nutrientes es baja o nula porque se puede mantener un pH estable con los que contiene el residuo. De igual forma, los micronutrientes y macronutrientes, como el fósforo y nitrógeno, están presentes en el residuo.
- f) De acuerdo con López *et al.* (2017), el lodo que se produce en exceso es estable y puede verse reducido hasta un 90%, mientras que a partir de la digestión aerobia se produce una mayor cantidad de lodos, lo cual genera un costo extra para el proceso de tratamiento de aguas residuales ya que se tiene que tratar a su vez este producto. Otra característica es que la digestión anaerobia se puede aplicar a altas tasas diarias de carga orgánica de 20 a 35 kg DQO por m³ del reactor.

- g) No necesita de la aeración, por lo que se reduce su costo de operación en comparación con la digestión aerobia ya que esta sí la necesita.

La digestión anaerobia también presenta desventajas Parra (2015):

1. Los patógenos son parcialmente removidos.
2. Si no se utiliza un buen inóculo, el periodo de inicio de la digestión es muy largo.
3. Es posible que se generen malos olores, por ejemplo, el sulfuro de hidrógeno, al que se le atribuye un olor a huevo podrido, es uno de los gases que se produce, más aún cuando las concentraciones de sulfato en el anolito son muy altas.
4. Se necesita un postratamiento para tratar el efluente obtenido para que cumpla con la normativa establecida en cuanto a los nutrientes, patógenos y materia orgánica.

2.1.4.2.2 Etapas de la digestión anaerobia

La digestión anaerobia se compone de cuatro etapas principales, en donde ciertos grupos de bacterias intervienen en cada una de ellas para llevar a cabo las reacciones correspondientes. Estos grupos, mencionados en orden secuencial, son las bacterias fermentativas, bacterias acetogénicas productoras de hidrógeno, bacterias acetogénicas consumidoras de hidrógeno, bacterias reductoras de CO_2 y metanógenos acetoclásticos (Parra, 2015; López *et al.*, 2017). El proceso anaeróbico termina con estas últimas bacterias ya que generan los productos finales que principalmente son el metano (CH_4) y dióxido de carbono (CO_2).

A continuación se explican las etapas de la digestión anaerobia según Parra (2015) y López *et al.* (2017):

Etapas 1. Hidrólisis. Los biopolímeros que son las proteínas, polisacáridos (carbohidratos) y grasas se hidrolizan mediante las enzimas excretadas por las bacterias fermentativas para convertirlos en compuestos disueltos más sencillos y de menor tamaño, siendo aminoácidos, azúcares simples y ácidos grasos de cadena

larga (AGCL), respectivamente, véase la Figura 2.6. Estos compuestos se obtienen porque en su forma degradada atraviesan las paredes y membranas celulares de dichas bacterias. Como la hidrólisis es sensible a la temperatura y a las fluctuaciones que esta misma enfrenta, y al utilizar aguas residuales con una relación alta de SS/DQO como sustrato, el diseño del reactor se basa en esta etapa.

Etapas 2. Acidogénesis. Los compuestos disueltos sencillos que se produjeron en la hidrólisis se fermentan u oxidan en esta etapa. A los microorganismos que llevan a cabo la fermentación se les conoce como microorganismos acidificantes o acidogénicos. Aproximadamente el 90% de la población total de microorganismos en un digestor son de este tipo.

Sea fermentación u oxidación y dependiendo de las condiciones del medio del reactor, se obtienen compuestos orgánicos pequeños, “principalmente AGVs, es decir, acetato y ácidos orgánicos superiores como propionato y butirato, así como H_2 , CO_2 , ácido láctico, etanol y amonio” (López *et al.*, 2017), Fig. 2.6. Si las bacterias acetogénicas consumidoras de hidrógeno o las metanogénicas remueven el hidrógeno producido en esta etapa, el producto principal que se obtenga será el acetato. También, se puede acumular hidrógeno en caso de que se retrase la etapa de metanogénesis, causando la generación de productos más reducidos: propionato y butirato; incluso se pueden obtener otros aún más reducidos, siendo algunos el lactato y los alcoholes.

Etapas 3. Acetogénesis: En esta etapa, los ácidos grasos de cadena corta (AGCC) provenientes de la acidogénesis se convierten en acetato, hidrógeno y dióxido de carbono por las bacterias acetogénicas. El propionato y butirato son sustratos metanogénicos para que sucedan estos cambios, además de que son intermediarios muy importantes en la digestión anaerobia. Otro proceso que sucede dentro de esta fase es la homoacetogénesis, que es cuando se forma ácido acético gracias al hidrógeno y el CO_2 , Figura 2.6.

Etapas 4. Metanogénesis. Esta etapa es la última de la digestión anaerobia. Las *archaeae* metanogénicas reducen el dióxido de carbono mediante el agente oxidante que es el hidrógeno y descarboxilan el acetato para formar metano. Para llevar a

cabo estas reacciones hay dos caminos, uno es mediante metanógenos hidrogenotróficos y el otro es a través de metanógenos acetoclásticos, Figura 2.6. En esta misma etapa, y solo en esta, la DQO contenida en el agua residual se convierte en un gas que de manera automática abandona el reactor. Esto no sucedería si se eliminara la etapa de metanogénesis del proceso, ya que la degradación efectiva de la materia orgánica se vería reducida por la acumulación de los productos no gaseosos durante la fermentación.

Como se puede observar en la Figura 2.6, la digestión anaerobia es muy compleja ya que la secuencia de las reacciones puede tomar caminos diferentes, porque microorganismos distintos intervienen.

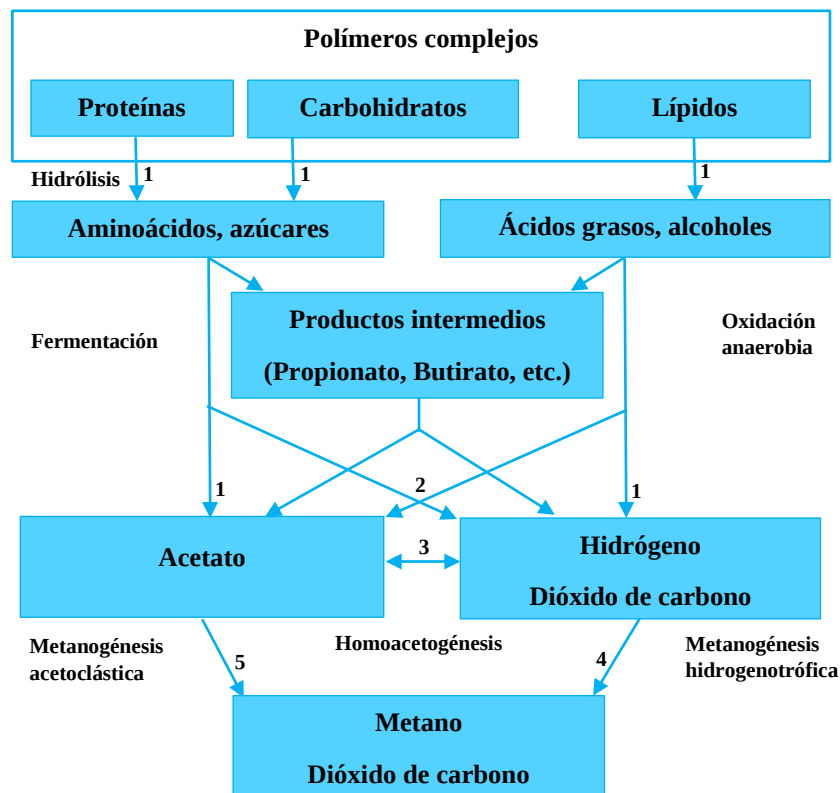


Figura 2.6. Esquema de la digestión anaerobia, donde los números indican las bacterias que intervienen en cada etapa: Bacterias hidrolíticas y fermentativas = 1; Bacterias acetogénicas = 2; Bacterias homoacetogénicas = 3; Metanógenos hidrogenotróficos = 4; Metanógenos acetoclásticos = 5 (López *et al.*, 2017).

2.1.4.3 Microorganismos electrogénicos

Para que se genere una corriente eléctrica en las celdas de combustible microbianas se necesita catabolismo y anabolismo, específicamente del primero, ya que los microorganismos electrogénicos actúan como catalizadores biológicos (Llontop, 2018). Al acumularse estos en el electrodo, forman una biopelícula de varias capas, y si esta es gruesa, la eficiencia y estabilidad de la CCM se verá mejorada (Chen *et al.*, 2019). Aunque no siempre es así, conforme pase el tiempo la biopelícula irá cambiando por la disponibilidad de nutrientes, cambios ambientales y factores internos de la CCM (Mora y Bravo, 2017), como la presencia de voltaje inverso en una CCM apilada. Aunado a esto, los microorganismos electrogénicos presentes en la biopelícula y el anolito no tienen la misma capacidad para liberar electrones y transferirlos al electrodo, puesto que algunos lo hacen de forma directa (anodófilos) o indirecta. No todos los microorganismos son electrogénicos, como los fermentativos (Busalmen, 2010).

Cuando se realiza una transferencia de electrones de forma directa, los microorganismos utilizan nanocables (pili o flagelos) y/o proteínas activas redox. Las especies de *Geobacter* y *Shewanella* utilizan pili para su transporte de electrones del interior de la célula hacia el ánodo. Asimismo, la especie *G. sulfurreducens* utiliza la proteína del citocromo c para poder transportar electrones del interior de la membrana hacia el ánodo (Read *et al.*, 2010; Slate *et al.*, 2019)

Los electrogénicos que no pueden realizar una transferencia de manera directa, utilizan mediadores endógenos o exógenos, los cuales no se degradan con facilidad y son químicamente estables. Estos son moléculas orgánicas que catalizan las reacciones de oxidación y reducción, y algunos de ellos son las fenazinas, las flavinas, los ácidos húmicos y las quinonas. Las flavinas son metabolitos secundarios de las bacterias y mediadores endógenos (Guadarrama, 2022) que han demostrado influir en el desempeño de una CCM: dentro de estas se encuentran las riboflavinas, las cuales, al ser removidas de una CCM, han reducido la transferencia de electrones en más del 70%. Las cepas del género de *Shewanella* producen riboflavinas como mediadores, las cuales son excretadas y se adsorben al electrodo para acondicionar la superficie con el propósito de que se oxiden y liberen electrones. También, las

piocianinas son flavinas, y se ha visto que estas mejoran la eficiencia de la producción de energía y la remoción de DQO en las CCM (Slate *et al.*, 2019; Bulsamen, 2010). Shih-Hsien Chang *et al.* (2014) utilizaron una CCM apilada con deflectores para tratar melazas, donde utilizaron un ánodo de fieltro de grafito y un cátodo de tela de carbón. Cuando la celda solo contenía la bacteria *P. aeruginosa*, la remoción de DQO y la densidad de potencia fue de 60.1 % y 2.17 mW/m², respectivamente, pero al agregar la piocianina, los valores aumentaron de forma respectiva a 65.8% y 3.4 mW/m².

Los microorganismos electrogénicos se encuentran comúnmente en lodos activados, sedimentos, en el suelo y en lodos anaerobios. En cuanto a la identificación taxonómica de los electrogénicos, se encontró que varios pertenecen a las clases de la división *Proteobacteria*, siendo *Beta*, *Alfa*, *Delta* y *Gammaproteobacteria*, y *Acidobacteria* y *Firmicutes* (Chen *et al.*, 2019). La clase *Deltaproteobacteria* presenta afinidad para la formación de la biopelícula sobre los ánodos, tiene versatilidad metabólica y contribuye a la biorremediación. Mora y Bravo (2017) realizaron un experimento con CCM de cámara simple, donde ambos electrodos fueron de grafito y utilizaron dos sustratos, siendo el de aguas residuales doméstica el que les dio los mejores resultados: 4.85 mW/m² y una remoción de 71% de DBO. Microorganismos de la clase de *Deltaproteobacteria* fueron los que se encontraron en mayor proporción en la biopelícula.

Un género de la división *Proteobacteria* es *Geobacter*, siendo uno de los exoelectrogénicos de excelencia. Este oxida el acetato a CO₂, y transfiere de forma bidireccional los electrones, siendo del microorganismo al electrodo y viceversa. La especie *G. sulfurreducens*, gramnegativa, se le considera la bacteria de excelencia ya que ha producido las densidades de potencia más altas (Slate *et al.*, 2019). Otras bacterias electrogénicas pertenecen al género de *Pseudomonas*, puesto que este forma parte de las gramnegativas de *Gammaproteobacteria* y generan *Pyocyanin* como mediador, el cual puede ser tóxico para los microorganismos, de modo que puede afectar el desempeño de la celda (Chen *et al.*, 2019). Incluso, este mediador ha ayudado a otras especies de bacterias cuando las *Pseudomonas* han estado en

contacto con ellas, siendo las especies Grampositivas *Brevibacillus* y *Enterococcus* (Read *et al.*, 2010).

2.2 Mezcal

El mezcal es una bebida espirituosa que se obtiene por una destilación doble (Cárcamo y Noriega, 2009). Se produce mayormente en nueve estados: Oaxaca, Zacatecas, Durango, Puebla, Michoacán, Guerrero, San Luis Potosí, Tamaulipas y Guanajuato, donde el primero es el principal productor del país (COMERCAM, 2022). Morelos es otro estado donde se produce mezcal, pero su participación no es representativa. Este posee tierras fértiles abundantes y un clima cálido que permiten el crecimiento del agave, de modo que las piñas pueden pesar de 80 hasta 200 kg, o incluso más. Empresas como la Destilería Cazales aprovecha estas características presentes en el estado para trabajar el maguey y producir mezcal de manera artesanal (Destilería Cazales, 2022). El proceso de producción se presenta a continuación.

2.2.4 Proceso de producción

La elaboración de los mezcales, tanto ancestral como artesanal y de otro tipo, es un proceso que tarda entre 7 y 9 años, ya que empieza a partir de la plantación de la materia prima, la cual es el agave, siendo el maguey espadín la especie más utilizada (Consejo Regulador del Mezcal, 2022; Cárcamo y Noriega, 2009). Para obtener mezcal artesanal, de acuerdo con la Destilería Cazales (2022) y Mezcal Carreño (2023), se tienen que abarcar las etapas siguientes:

1. Cultivo y cosecha. En caso de usar agaves donde se puede controlar su crecimiento, estos se cultivan y se espera que alcancen su punto de maduración. Esta planta tarda aproximadamente entre 7 y 9 años en madurar (Cárcamo y Noriega, 2009), aunque, este tiempo puede reducirse a 4.5 y 5 años. En este punto, la planta tiene la máxima cantidad de carbohidratos acumulados. Si se utilizan agaves silvestres, estos se desarrollan por su propia cuenta en diferentes lugares como en los cerros o detrás de una cascada, y no hay intervención del hombre (Mezcal

Cómplice, 2018). Cuando el agave alcance su madurez se corta el tallo grande para que en la piña se concentren los azúcares. Una vez maximizados estos, el agave se cosecha: sus pencas se quitan para obtener como producto una piña, que es donde está la acumulación de los carbohidratos que se utilizarán para la elaboración del mezcal.

2. Cocción. Se realiza en un horno hecho de roca volcánica y con una capacidad de 5 toneladas, donde se emplea leña como combustible para cocer las piñas. Cuando hay brasa, se introducen las piñas, las cuales se tapan rápido con tierra y se dejan de 3 a 4 días para que se cuezan. Una vez que las piñas tengan un color café, el horno se destapa y se dejan reposar uno o hasta cinco días.
3. Molienda. Las piñas reposadas se muelen con una rueda de Tahona o máquinas de trituración. La primera consiste en una rueda con un peso superior a una tonelada que está unida a un eje central fijo a través de un yugo, la cual es movida en círculos por una mula o caballo. Esto tiene como propósito extraer los azúcares y jugos de la piña. También se pueden emplear máquinas de trituración, donde las piñas se pasan dos veces para conseguir una reducción en su tamaño.
4. Fermentación. En botes de 240 L se coloca el líquido del agave obtenido junto con las fibras resultantes de la etapa anterior. Estos botes están al aire libre, por lo que la fermentación sucede de manera natural. Las levaduras son las responsables de transformar el azúcar en alcohol etílico y CO₂, véase la Figura 2.7 (Consejo Regulador del Tequila, 2019b).

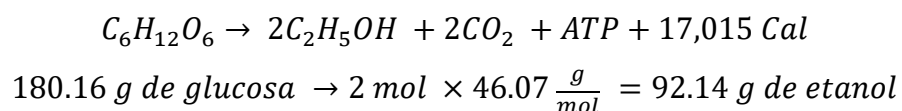


Figura 2.7 Reacción química de fermentación, obtenido del Consejo Regulador del Tequila (2019).

Como la fermentación se lleva a cabo de forma natural, esta puede tardar hasta siete días ya que debe calentarse el contenido de los botes. Una

vez que su temperatura aumente, se incorpora agua y se mezcla manualmente. Con base en el clima del lugar, la fermentación tendrá una duración de tiempo determinada, por ejemplo, en Jojutla entre 40 y 41 °C (periodo de calor), esta tarda una semana. Cuando la temperatura tiende a ser menor, periodo de frío y lluvias, la fermentación puede tardar hasta 20 días. Si hay un aumento en la temperatura que sobrepase el nivel óptimo, las levaduras pueden inhibirse, lo que detendría la fermentación con una pérdida de eficiencia (Consejo Regulador del Tequila, 2019b).

5. **Destilación.** El contenido fermentado de los botes se introduce en alambique de cobre y este se calienta con leña. El alcohol contenido se destila para obtener el primer mezcal, siendo el primer destilado. Este se vuelve a introducir al alambique para repetir el proceso y así obtener el doble destilado del mezcal. Al realizar esto, se obtienen las vinazas como desecho. Estas se pueden aprovechar como composta: el sólido contenido en las vinazas se separa de estas, junto con las fibras que permanecen dentro del alambique una vez que el proceso de destilación concluyó, se mezclan y se llevan a los campos de cultivo.
6. **Maduración.** Cuando se obtenga el mezcal de la destilación, este puede ser transformado para obtener las clases que a continuación se describen, las cuales están estandarizadas en la NOM-070-SCFI-2016:
 - a) **Blanco o Joven.** El mezcal es translucido e incoloro ya que no pasa por otra etapa.
 - b) **Reposado.** El mezcal se coloca en recipientes de madera de aproximadamente 200 litros, como barricas de roble blanco, y estos se colocan bajo tierra para evitar interferencias por temperatura, humedad y luminosidad. El mezcal tiene que estar almacenado entre 2 y 12 meses.
 - c) **Añejo.** El mezcal se coloca en recipientes de madera de 200 litros, el volumen tiene que ser menor a 1000 litros. Para ello podrían emplearse barricas de roble blanco, en las cuales se añeja el mezcal bajo tierra para evitar interferencias por temperatura, humedad y

luminosidad. El mezcal tiene un tiempo de maduración mayor a 12 meses.

7. Envasado y etiquetado. Cuando se obtiene el mezcal definitivo, este se envasa y después se etiqueta para incorporarlo al mercado.

2.2.5 Vinazas

En la etapa de destilación, en el fondo del alambique se encuentra la vinaza, la cual es de color café y tiene un olor de alcohol-caramelo (olor dulce) (Gallardo *et al.*, 2015; SAGARPA *et al.*, 2016; Retes, 2014). Por cada litro de mezcal obtenido se producen entre 8 y 14 litros de vinazas. En el contenido de las vinazas mezcaleras se encuentran sustancias orgánicas, como los ácidos láctico y acético, e inorgánicas, como sulfatos y fosfatos. La concentración de sólidos suspendidos y de nutrientes es elevada, al igual que la de las sales, lo cual causa que la conductividad sea alta, puesto que es mayor a la del agua potable de EUA, entre 0.03 y 1.5 mS/cm (Fondriest Environmental Inc., 2014). La Agencia de Protección Ambiental (EPA por sus siglas en inglés) recomienda que el agua para consumo humano tenga una conductividad menor a 1 mS/cm (New Mexico Environmental Public Health Tracking, 2021). Además, una fracción de la materia orgánica contenida en las vinazas es difícil de degradar y contiene sustancias inhibitorias para el desarrollo de la biomasa anaerobia, y tóxicas, como lo son las sustancias fenólicas. (Villalobos, 2009; Robles-González, 2018). El pH de las vinazas es ácido y generalmente varía de 3.5 a 5 (Robles-González, 2018).

Las vinazas mezcaleras comparten las características anteriormente mencionadas, pero su composición varía, sean estas de mezcal, tequila o caña de azúcar, dependiendo del tipo de materia prima utilizada y el proceso de producción (Retes, 2014). En la Tabla 2.2 se presentan las características fisicoquímicas de vinazas mezcaleras de dos empresas industriales, V1 y V2, y una artesanal, V3. Se puede observar que la relación DBO/DQO es de 0.47 y 0.36 en las vinazas de las empresas industriales V1 y V2, respectivamente, y es de 0.27 en las vinazas de la empresa artesanal. Estas relaciones indican la presencia de sustancias orgánicas difíciles de

degradar, inhibitorias y tóxicas para el desarrollo de la biomasa (fenoles totales y alto contenido de SSV en el caso de las vinazas de la empresa artesanal).

Tabla 2.2. Características fisicoquímicas de las vinazas mezcaleras.

Parámetros	V1	V2	V3
pH	3.7	3.6	3.8
DQO (mgO₂/L)	56,230 ± 162	60,560 ± 1004	122,860 ± 2270
DBO (mgO₂/L)	26,500 ± 710	22,000 ± 2830	33,600 ± 2260
Fructuosa (mg/L)	14.8 ± 2.3	25.4 ± 4.2	50.0 ± 6.4
Fosfatos (mg de PO₄/L)	290 ± 5	850 ± 14	1,705 ± 30
Sulfatos (mg de SO₄/L)	308 ± 14	947 ± 12	842 ± 14
Sólidos Suspendidos Totales (mg/L)	3,130 ± 168	3,905 ± 156	8,400 ± 504
Sólidos Suspendidos Fijos (mg/L)	2,000 ± 80	1,405 ± 56	1,550 ± 93
Sólidos Suspendidos Volátiles (mg/L)	1,130 ± 88	2,500 ± 100	6,850 ± 411
Sólidos totales (mg/L)	26,830 ± 1120	43,450 ± 1490	94,7130 ± 4055
Nitrógeno Kjeldhal (mg N/L)	660 ± 37	843 ± 97	5,650 ± 503
Fenoles totales (mg de ácido gálico/L)	478 ± 24	521 ± 16	542 ± 48
Conductividad (mS/cm)	2.6 ± 0.02	3.9 ± 0.03	4.2 ± 0.05

Fuente: Robles-González (2011).

3. Metodología

Se evaluó y comparó la producción de energía eléctrica, y la remoción de materia orgánica en las CCM apiladas de 3, 5 y 7 pares de cámaras anódica y catódica con respecto a una CCM que consistió en un par de estas cámaras. Las celdas operaron con un flujo continuo y una conexión eléctrica en paralelo a circuito cerrado durante 41 días. Dichas celdas utilizaron vinaza mezcalera como anolito, la cual se obtuvo de la Destilería Cazales, mezcalera artesanal, ubicada en el municipio de Tlaquiltenango en Morelos.

En la Figura 3.1 se presentaron las fases que comprende la metodología:

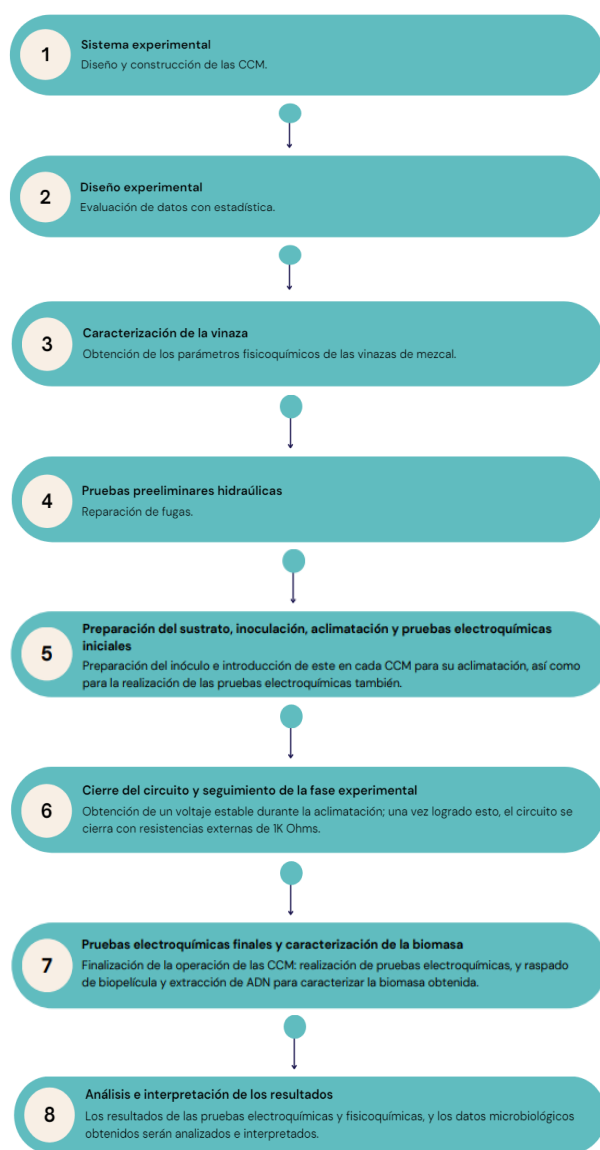


Figura 3.1. Esquema de la metodología utilizada.

3.1 Sistema experimental

Se realizó el diseño de las CCM de 1, 3, 5 y 7 compartimentos, que fueron los pares de cámaras anódica y catódica. La nomenclatura de las CCM se presentó en la Tabla 3.1. Cada celda tuvo una réplica, menos la CCM de 7 compartimentos, por lo que se trabajó con siete celdas en total. Dado que dicha celda, con una longitud de 73.60 cm, fue la de mayor tamaño y la primera CCM apilada de 7 compartimentos con deflectores con la que se trabajó, por lo que se decidió utilizar una sola para evaluar su desempeño en la generación de energía eléctrica y remoción de DQO, y comparar los resultados obtenidos con la CCM de 1 cámara.

Tabla 3.1. Nomenclatura de las celdas utilizadas.

No. de Celda	No. de compartimentos
CCM 1	1 compartimento: 1 par de cámaras anódica y catódica
	Réplica de CCM de 1 par de cámaras anódica y catódica
CCM 3	3 compartimentos: 3 pares de cámaras anódica y catódica
	Réplica de CCM de 3 pares de cámaras anódica y catódica
CCM 5	5 compartimentos: 5 pares de cámaras anódica y catódica
	Réplica de CCM de 5 pares de cámaras anódica y catódica
CCM 7	7 compartimentos: 7 pares de cámaras anódica y catódica

Todas las celdas, excepto las de 1 par de cámaras anódica y catódica, estuvieron conectadas eléctricamente en paralelo, Figura 3.2. Se escogió este tipo de conexión con base en lo siguiente: de acuerdo con los datos presentados de la densidad de potencia de las celdas apiladas en la Tabla 2.1, la mayoría de los valores de DP fueron mayores para las CCM con una conexión eléctrica en paralelo. Además, las CCM apiladas con deflectores que presentaron Huipeng *et al.* (2015) y Zhengfang *et al.* (2015), demostraron que con la aplicación de conexiones eléctricas en paralelo, lograron obtener densidades de potencia mayores que con conexiones eléctricas en serie. Asimismo, dado que el voltaje reversible es característico de las conexiones eléctricas en serie, como se mencionó anteriormente, al utilizar una conexión en

paralelo, se previno, aunque no se garantizó la anulación de este fenómeno, la aparición de este voltaje.

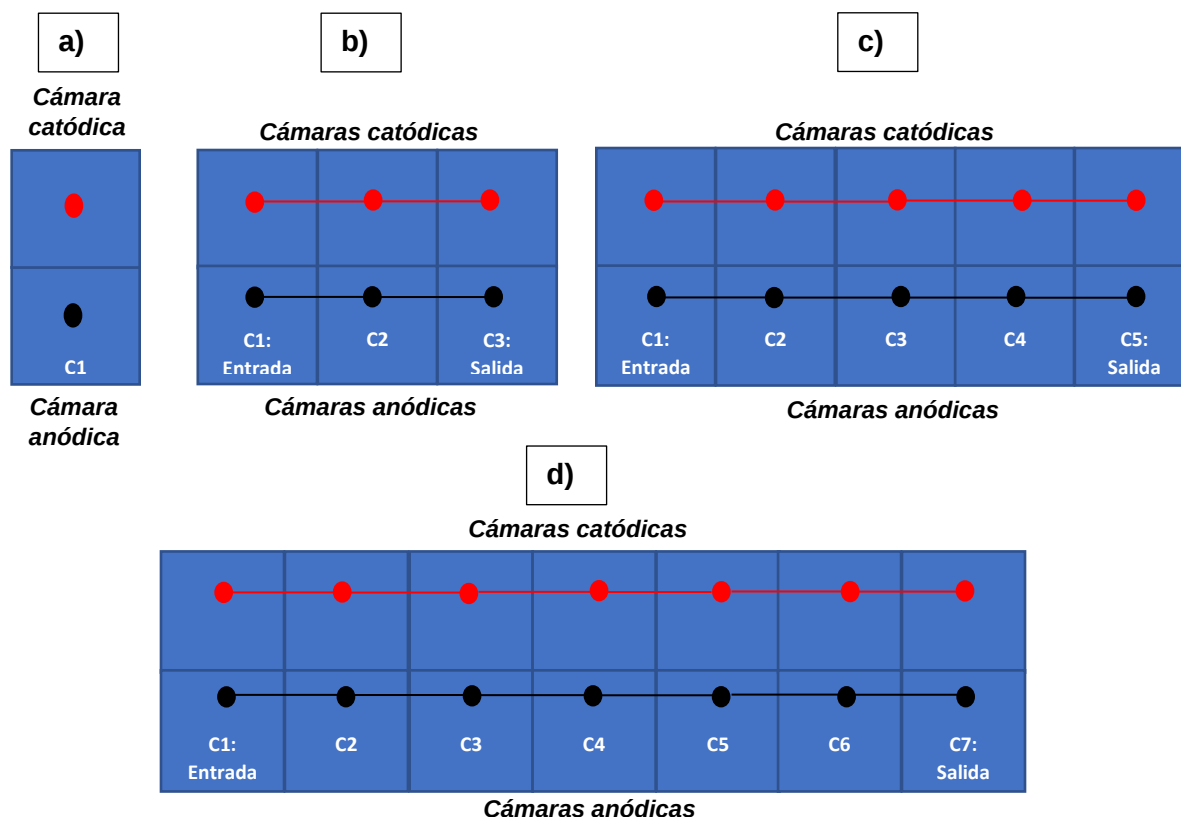
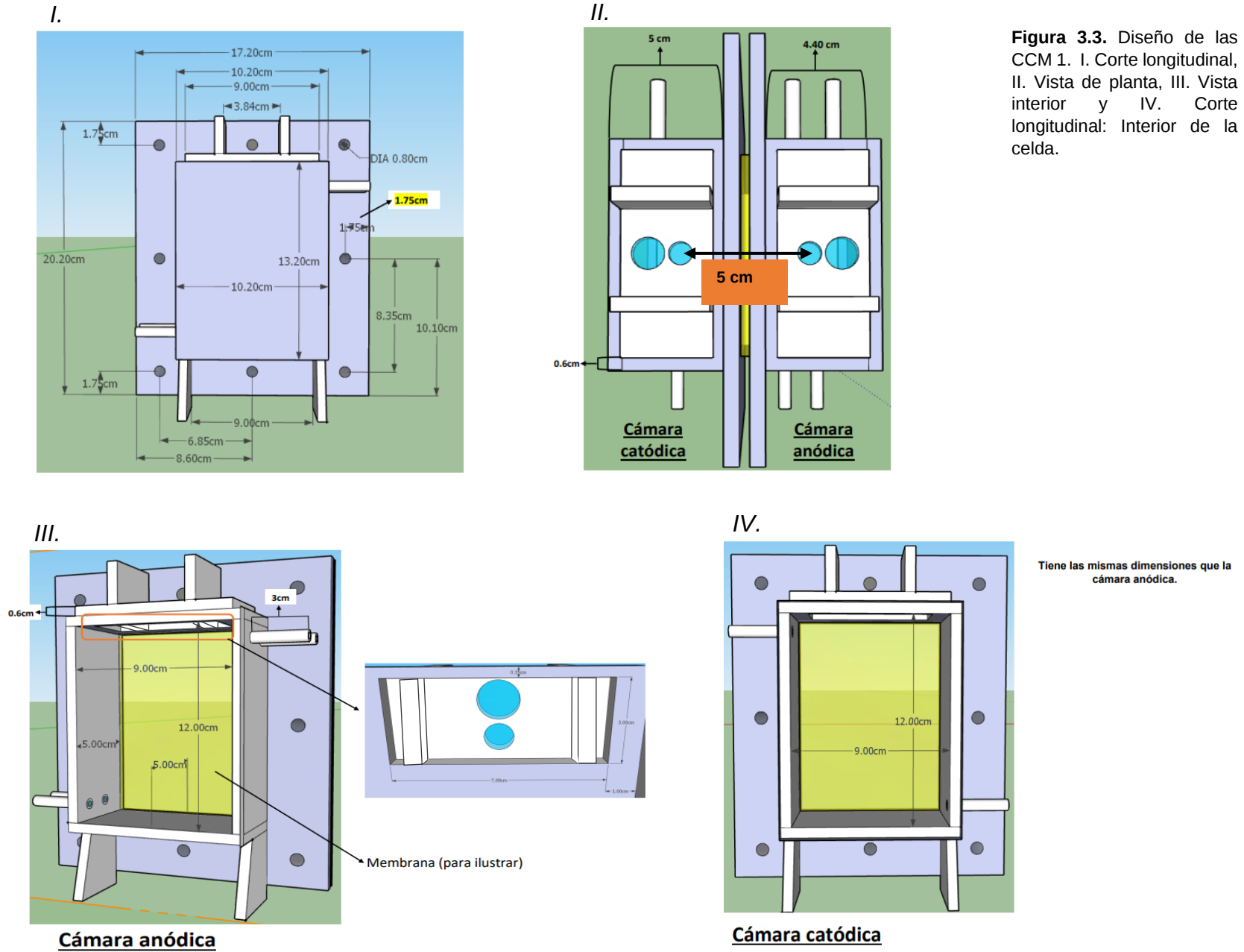


Figura 3.2. Esquema de la conexión eléctrica en paralelo de cada celda: a) 1 par de compartimentos, b) 3 pares de compartimentos, c) 5 pares de compartimentos y d) 7 pares de compartimentos.

El material utilizado para fabricar las CCM fue acrílico con un espesor de 6 mm; solo los deflectores tuvieron un grosor de 4 mm. Los compartimentos, cámara anódica y catódica, tuvieron las mismas dimensiones de 9 x 5 x 12 cm, con las cuales se obtuvo un volumen de 540 mL. Se trabajó con este valor para tener un volumen efectivo de 500 mL y un volumen libre de 40 mL. De acuerdo con el número de compartimentos, las celdas más pequeñas fueron las CCM 1, y la más grande fue CCM 7. Las celdas que tuvieron más de un compartimento, en la C1, Cámara 1, fue por donde entró el sustrato, mientras que las últimas cámaras, C3, C5 y C7, fueron la salida del sustrato, Figura 3.2. El diseño modular completo de cada celda se presentó en las Figuras 3.3, 3.4, 3.5 y 3.6, donde la vista de planta, el interior y corte longitudinal interior de las CCM 1, el corte transversal de las CCM 3 y las mediciones de las tapas aplicaron para todas las celdas.



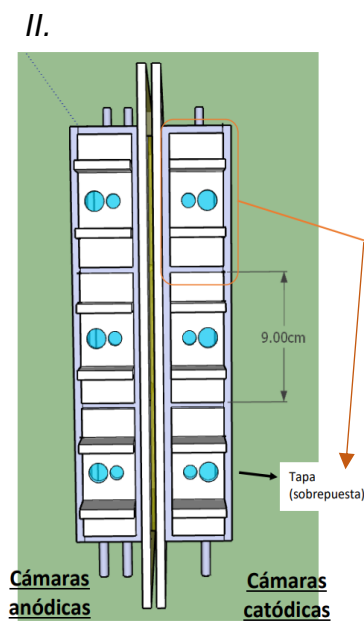
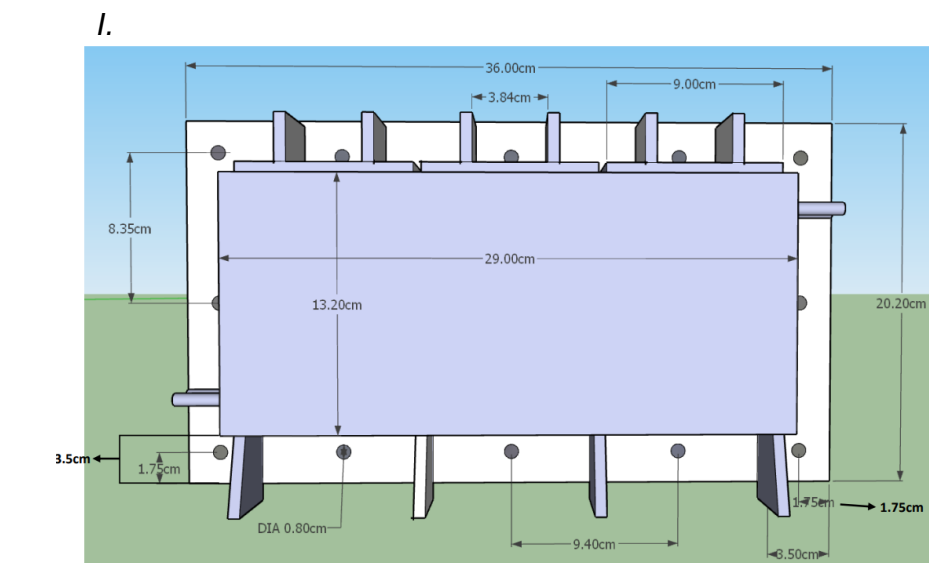
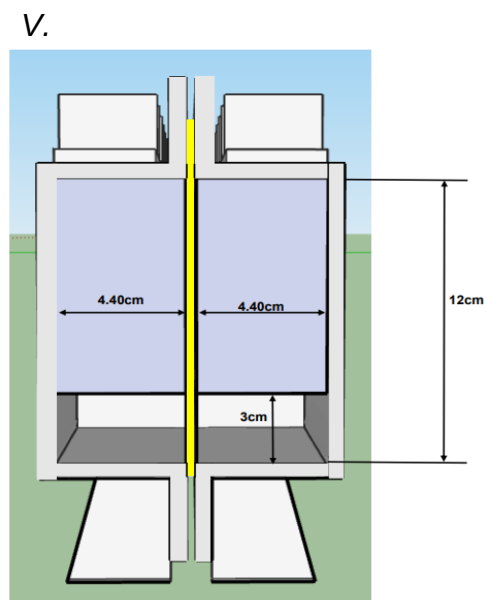
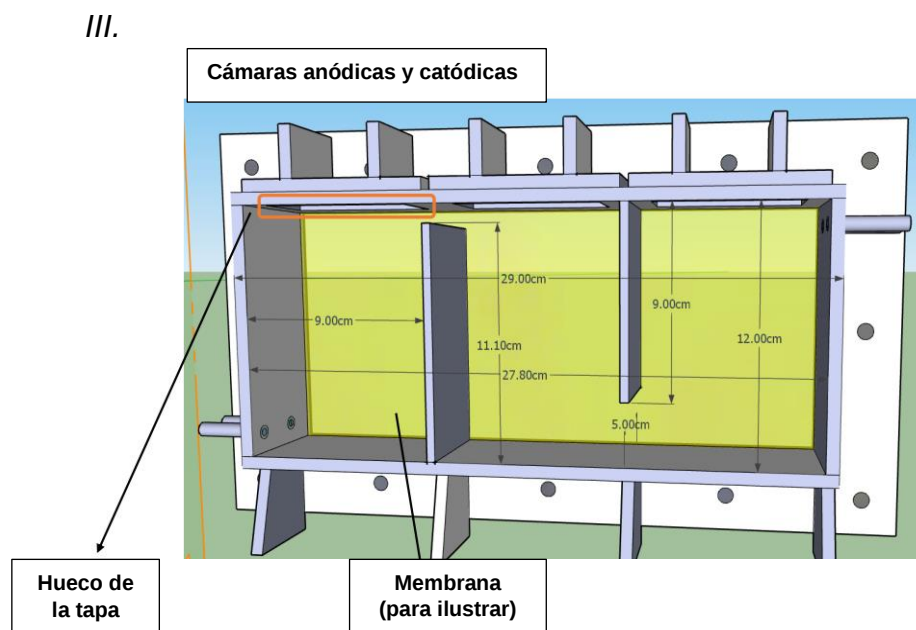


Figura 3.4. Diseño de las CCM 3. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta, III. Vista interior y V. Corte transversal.



I.

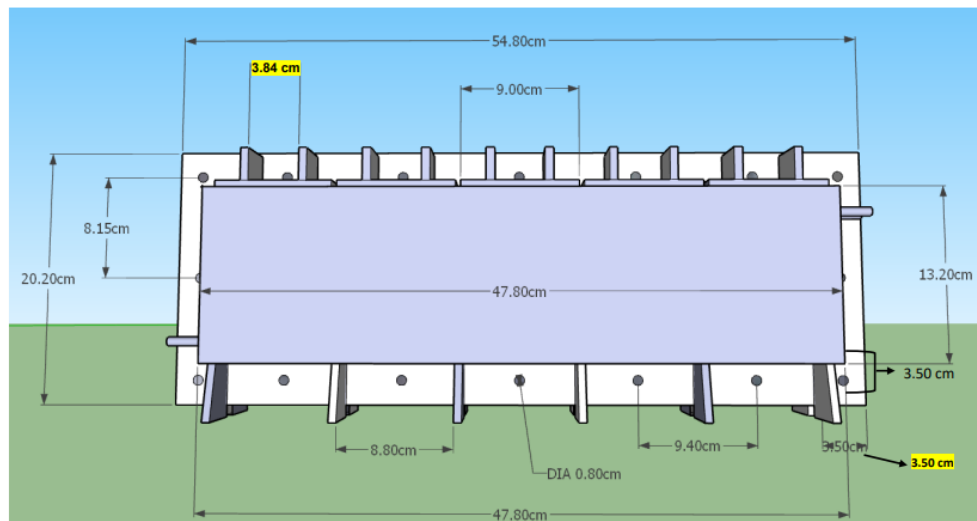
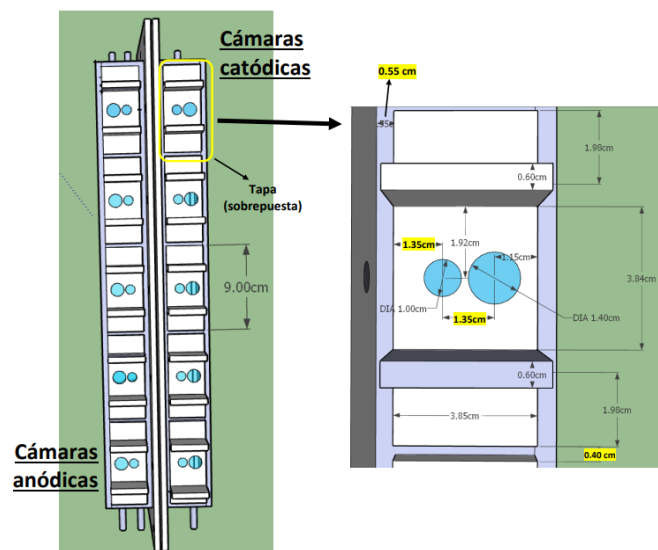
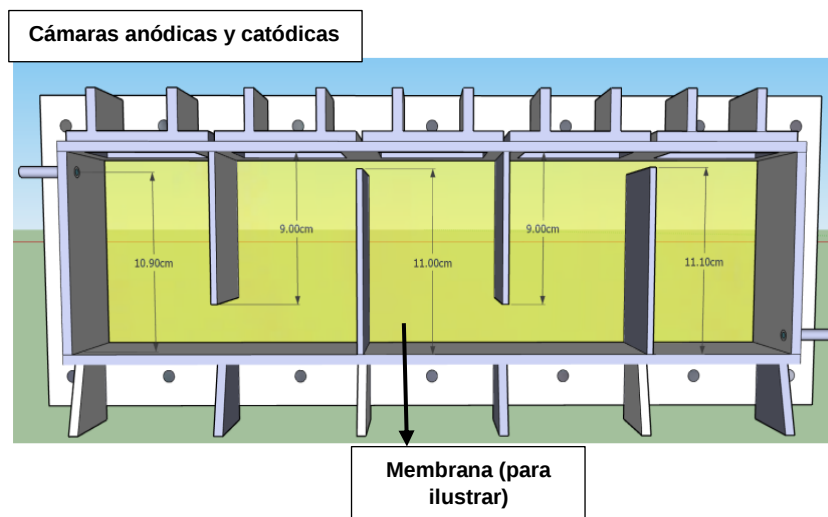


Figura 3.5. Diseño de las CCM 5. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta y III. Vista interior.

II.



III.



I.

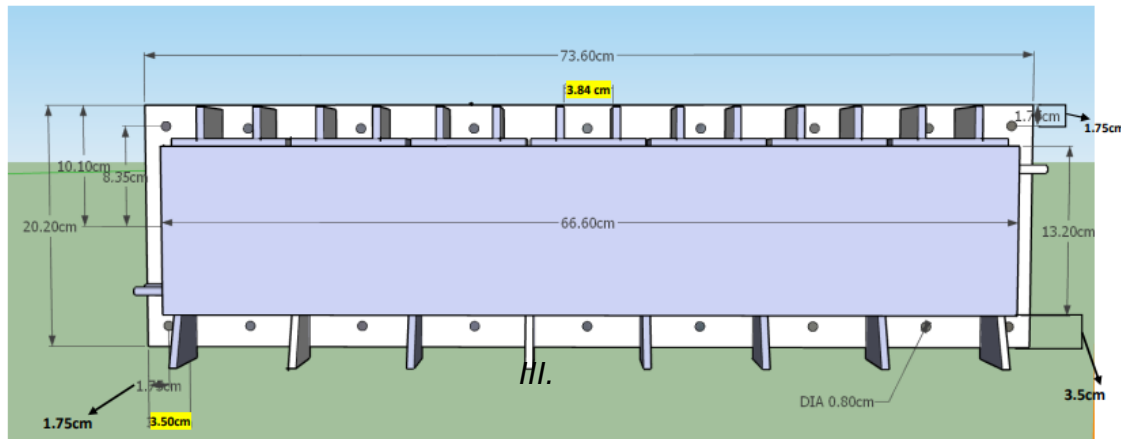
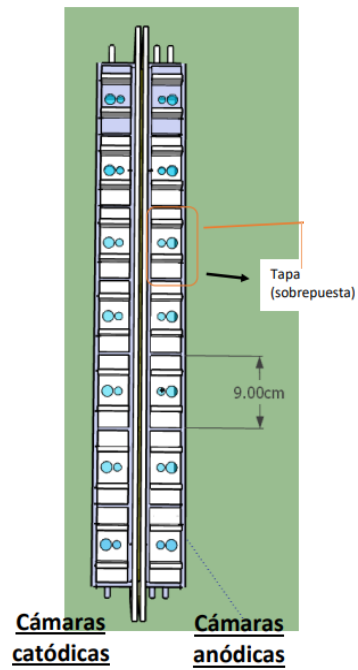
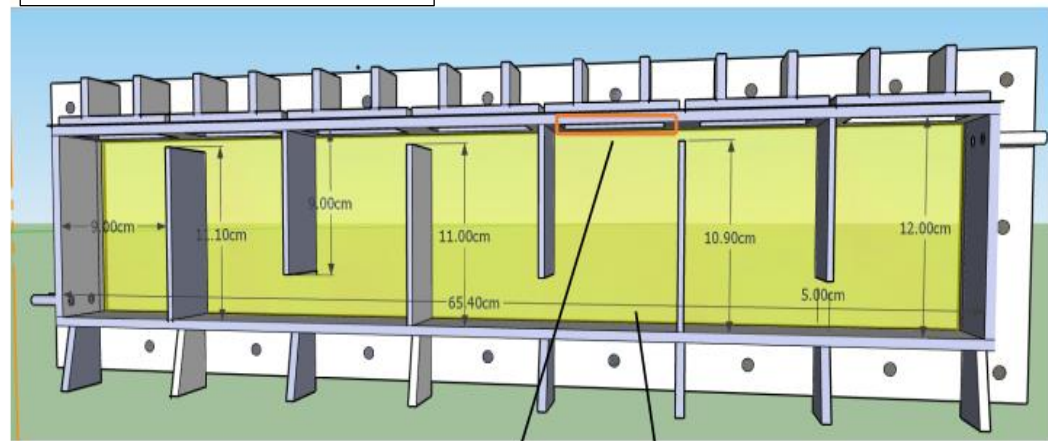


Figura 3.6. Diseño de la CCM 7. I. Corte longitudinal, II. Vista de planta y III. Vista interior.

II.



Cámaras anódicas y catódicas



Hueco de la tapa

Membrana (para ilustrar)

3.1.1 Electrodos

Los electrodos utilizados en las CCM fueron de fieltro de carbón de 3 mm de espesor y tuvieron un área de 91.8 cm^2 cada uno; se utilizaron cincuenta en total. Inicialmente se realizó un pretratamiento químico a los electrodos para limpiarlos, el cual consistió en sumergirlos en una solución de NaOH 1N durante dos horas. Una vez pasado este tiempo, se lavaron con agua desionizada, y se empezó con el pretratamiento térmico: los electrodos se metieron a la mufla a 450°C por 30 minutos, con el propósito de incrementar el área superficial. Al final, se lavaron tres veces con agua desionizada (Das, 2018; Feng *et al.*, 2010). Al terminar esta etapa, los electrodos se dejaron secar por más de 12 horas a temperatura ambiente. Sin embargo, como la mitad de los electrodos se utilizaron para ser cátodos, estos se secaron adicionalmente en el horno a 110°C por 30 minutos y después se doparon con ácido cloroplatínico hexahidratado ($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), electrocatalizador, con una tinta catalítica para mejorar la transferencia de electrones. Dicha tinta consistió en una mezcla de $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, junto con agua desionizada, solución líquida de Nafion al 5% y hexano. Del electrocatalizador o polvo catalítico, se utilizaron 121.84 mg por cada cm^2 del área geométrica del fieltro de carbón y con base en este valor, de los demás reactivos se utilizaron 0.85 μL , 6.67 μL y 3.33 μL , respectivamente, por cada mg del polvo catalítico empleado. Al tener lista la tinta, se aplicó con un aerógrafo a ambas caras del cátodo y se dejaron secar por 24 horas a temperatura ambiente. Esto contribuyó al aumento de la densidad de potencia producida (Logan, 2008; Das, 2018). Una vez que se secaron los cátodos, a todos los electrodos, incluyendo los ánodos, se les introdujo alambre de titanio con un diámetro de 0.5 mm, el cual se usó como cable conductor de electrones. Los electrodos ya preparados se introdujeron a cada cámara anódica y catódica, donde el espacio de separación entre ellos fue de 5 cm, Figura 3.3-II.

3.1.2 Membrana de Intercambio Protónico (MIP)

En cada celda, las cámaras anódicas y catódicas estuvieron separadas por una Membrana de Intercambio Protónico (MIP) de Nafion 117, de la marca Dupont Co.

Se utilizaron siete lienzos de tamaños diferentes, de modo que cada uno correspondió a las dimensiones de cada celda, Figura 3.3-I, 3.4-I, 3.5-I y 3.6-I. Las membranas fueron tratadas en conjunto para incrementar su porosidad, y aumentar la densidad de potencia y la eficiencia coulombica de las celdas. El tratamiento se dividió en tres etapas (Kim *et al.*, 2007; Ghasemi, 2013; Huarachi-Olivera, 2018):

1. Las membranas se hirvieron en peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 30% por 1 hora a 80°C , de modo que se mantuvo la oscilación de la temperatura entre 70°C y este valor. Cuando terminó el tiempo, las membranas se sumergieron en agua desionizada a temperatura ambiente por 15 minutos, y ya una vez frías, se limpiaron con agua desionizada.
2. Las membranas se hirvieron en agua desionizada a 80°C por 2 horas; se mantuvo la oscilación de la temperatura entre 70°C y este valor. Una vez finalizado el tiempo, se colocaron las membranas en agua desionizada a temperatura ambiente por 15 minutos, y al enfriarse, se limpiaron con agua desionizada.
3. Las membranas se hirvieron en una solución de H_2SO_4 0.5M a 80°C por 1 hora, en la que se mantuvo la oscilación de la temperatura entre 70°C y este valor. Cuando terminó el tiempo, se colocaron las membranas en agua desionizada a temperatura ambiente por 15 minutos. Al enfriarse, se limpiaron con agua desionizada y se almacenaron en un bote con este tipo de agua hasta que se utilizaron. Esto se realizó con el objetivo de conservar su capacidad de intercambio de protones, y evitar su resequedad, ya que si no se hubieran humedecido, se pudieron haberse agrietado.

3.1.3 *Anolito y catolito*

Cada cámara anódica y catódica fue llenada con anolito y catolito, respectivamente. El primero consistió en vinaza diluida al 8%, mezclada con un inóculo de lodo granular anaerobio que se obtuvo de un reactor anaerobio de flujo ascendente (UASB por sus siglas en inglés) de la planta procesadora de cartón UNIPAK. Durante la fase de aclimatación, el pH del anolito se ajustó a valores entre 5.5 y 7 con una solución 1N de NaOH; después, al trabajar en circuito cerrado, se utilizó cal

en lugar de dicha solución. Al contrario de esto, el catolito fue de tipo químico y no biológico como lo fue el anolito. Para prepararlo, se hizo una solución de persulfato de potasio ($K_2S_2O_8$) 20 mM. Se empleó este reactivo porque el persulfato es un oxidante fuerte ya que presenta un potencial de reducción estándar de 2.12 V (Li *et al.*, 2009; Wang, 2011), Figura 3.8a. Pero este presentó una limitante porque al pasar los días, se fue consumiendo por la reacción química de la hidrólisis del persulfato, lo que ocasionó la disminución del voltaje, el cual llegó a valores menores a 0.001 V. Para evitar esto, en un rango de 10 a 15 días fue necesario cambiar el catolito.

3.1.4 Obtención de datos y electrónica

Al realizar la parte electrónica, se utilizó el microcontrolador de Arduino Leonardo para la adquisición y el registro de los datos de voltaje a circuito abierto y cerrado de todas las celdas. Este se conectó a un protoboard, donde, mediante cables jumper tipo Dupont, las CCM se conectaron al microcontrolador, y, cuando el modo de operación de estos cambió a circuito cerrado, se conectaron a las resistencias de trabajo de 1k Ω . Para conectar las celdas a los cables del protoboard, se emplearon cables de cobre recubiertos de calibre 14. Asimismo, la placa de Arduino Leonardo se programó con el software que incluye, ARDUINO IDE, y se conectó a una computadora de escritorio en la cual se ingresaron los datos a este software, y estos se quedaron registrados, Figura 3.7. En el Anexo 3 se encuentra el código de programación utilizado en dicho software.

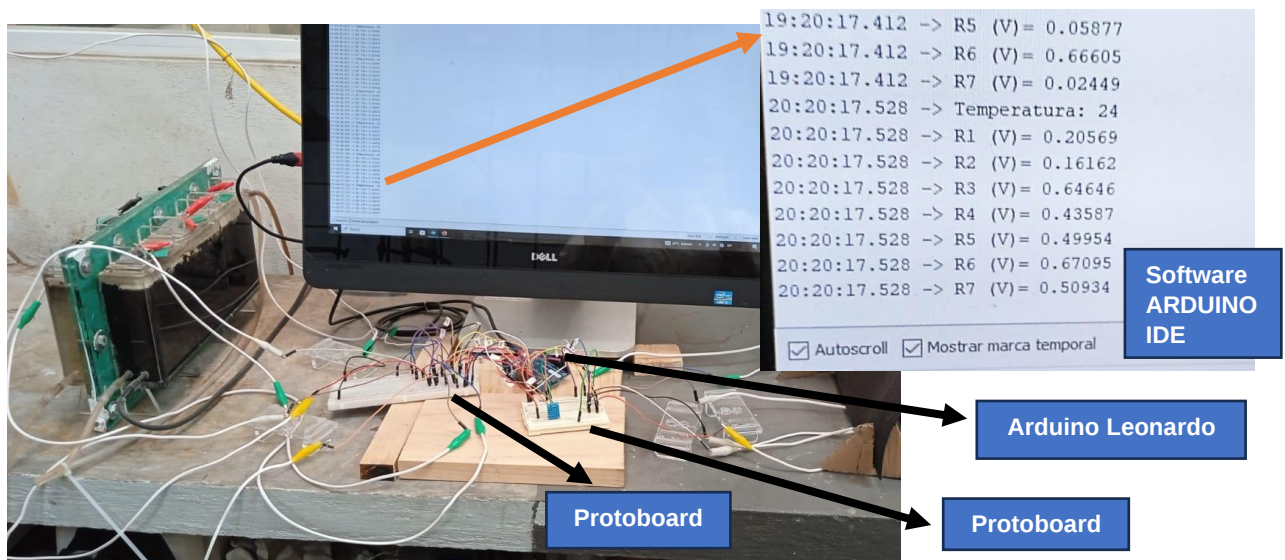


Figura 3.7. Sistema de captura de datos.

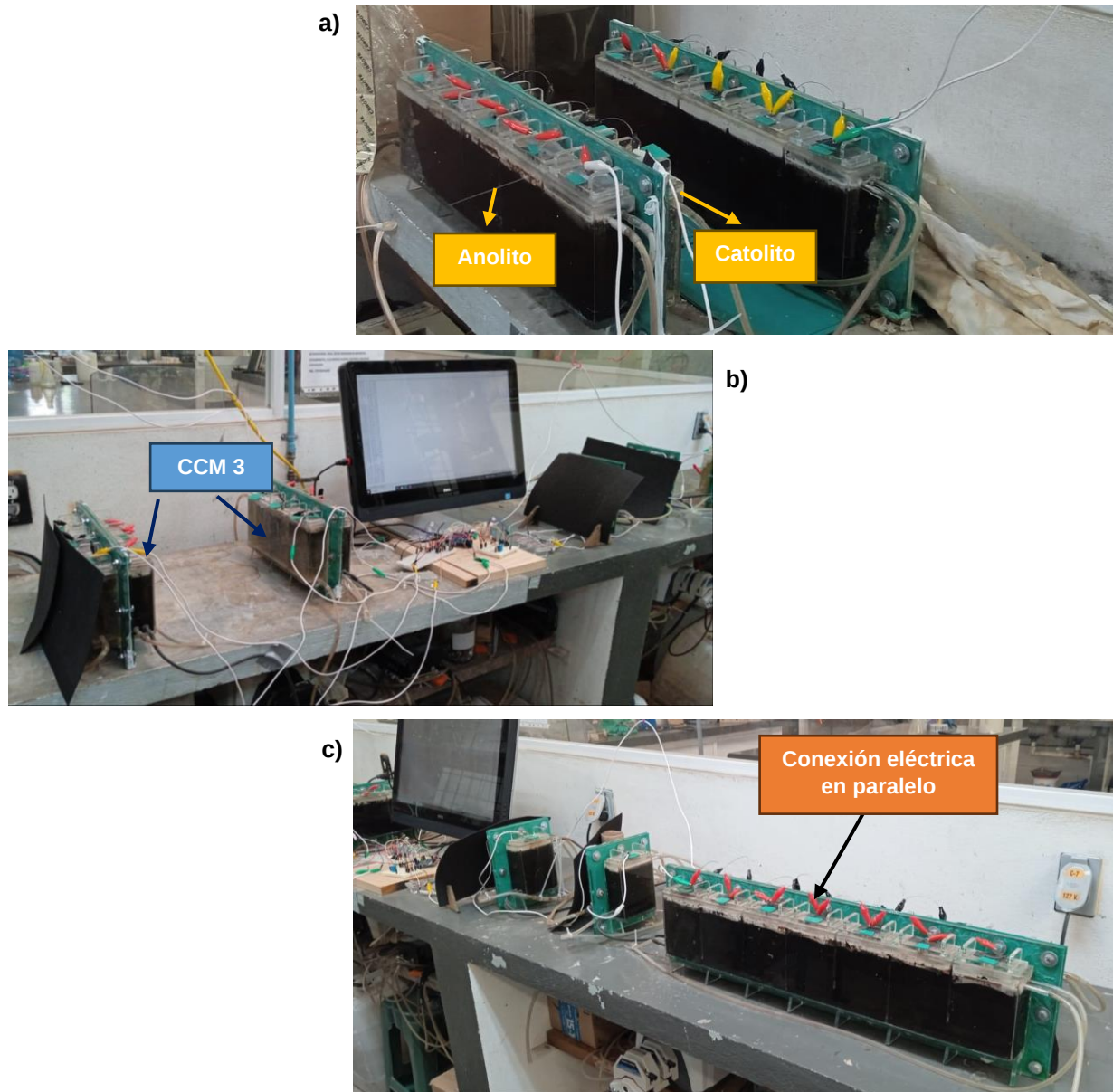


Figura 3.8. Sistema experimental: CCM apiladas de a) 5 compartimentos, b) 3 compartimentos (CCM 3), y c) de 7 compartimentos junto con CCM de 1 compartimento.

3.2 Diseño experimental

Se estableció una variable independiente para el sistema experimental, la cual fue el número de cámaras anódica y catódica. Esta tuvo cuatro niveles: 1, 3, 5 y 7. El parámetro utilizado para la operación de las CCM fue el tiempo de residencia hidráulica (TRH), siendo de 1.5 d. La cantidad de experimentos realizados fue de

siete porque se tuvo un duplicado de cada experimento hecho, Tabla 3.2, por lo que se trabajaron con siete CCM. Entonces, para el TRH se utilizaron siete celdas, puesto que se hizo un duplicado para obtener más datos y realizar un análisis más amplio y certero, de modo que se evaluaron los cambios que sucedieron entre una CCM y su réplica.

Tabla 3.2. Diseño experimental.

No. de pares de cámaras (NC)	TRH
	1.5 días
1	1.5 d y 1 NC
	1.5 d y 1 NC
3	1.5 d y 3 NC
	1.5 d y 3 NC
5	1.5 d y 5 NC
	1.5 d y 5 NC
7	1.5 d y 7 NC

Se realizó una prueba t de Student de medias y de ANOVA en el programa Statgraphics Centurion 18 para identificar si existió o no una diferencia significativa entre cada celda y su réplica al finalizar su operación, excepto por la de 7 compartimentos ya que no tuvo esta, y entre celdas de diferente número de cámaras. Se supuso que los resultados entre cada CCM y su réplica pudieron ser similares, y que posiblemente habrían diferencias estadísticamente significativas entre celdas con diferentes números de pares de cámaras. En el Anexo 2 se encuentran los análisis estadísticos realizados.

3.3 Caracterización de la vinaza

Se transportaron desde la fábrica de mezcal hasta el Laboratorio Tecnológico de Tratamiento de Aguas Residuales del IMTA, dos lotes de vinazas mezcaleras de 240L de volumen total, en garrafas de 20L. Dentro de estas, las vinazas se dejaron sedimentar por lo menos un día para remover la mayor cantidad de sólidos suspendidos, y se traspasaron las vinazas clarificadas a un contenedor de 200L, el cual se colocó dentro del cuarto frío a 4°C. La caracterización fisicoquímica de estas vinazas se realizó determinando los parámetros que se presentaron en la Tabla 3.3,

en la cual se especificaron los métodos y los equipos usados. Antes de tomar la muestra de la parte del medio del contenedor, se dejó sedimentar a las vinazas por lo menos un día para reducir la concentración de sólidos suspendidos y con ello evitar tener una muestra muy concentrada.

Tabla 3.3. Parámetros fisicoquímicos evaluados.

Parámetro	Normativa o Método	Equipo
Carbohidratos	Dubois	Espectrofotómetro HACH DR2800
Proteínas	Lowry	Espectrofotómetro HACH DR2800
Nitratos	HACH HR, reducción de cadmio	Espectrofotómetro HACH DR2800
Nitritos	HACH LR, diazotización	Espectrofotómetro HACH DR2800
Sólidos Suspendidos Totales (SST)	NMX-AA-034-SCFI-2015	Mufla Thermo Scientific; Horno BIOBASE; Balanza analítica OHAUS
Sólidos Suspendidos Volátiles (SSV)	NMX-AA-034-SCFI-2015	Mufla Thermo Scientific; Horno BIOBASE; Balanza analítica OHAUS
Sólidos Totales (ST)	NMX-AA-034-SCFI-2015	Mufla Thermo Scientific; Horno BIOBASE; Balanza analítica OHAUS
Sólidos Disueltos Totales (SDT)	NMX-AA-034-SCFI-2015	Mufla Thermo Scientific; Horno BIOBASE; Balanza analítica OHAUS
Sólidos Suspendidos Fijos (SSF)	NMX-AA-034-SCFI-2015	Mufla Thermo Scientific; Horno BIOBASE; Balanza analítica OHAUS
Demanda Química de Oxígeno (DQO)	NMX-AA-030/2-SCFI-2011	Digestor HACH digital y analógico; Espectrofotómetro HACH DR2800
Demanda Química de Oxígeno soluble (DQOs)	NMX-AA-030/2-SCFI-2011	Digestor HACH digital y analógico; Espectrofotómetro HACH DR2800
pH	NMX-AA-008-SCFI-2016	Medidor digital multiparamétrico portátil HQ 40d HACH
Conductividad	Método Estándar 2510 B	Medidor multiparamétrico de mesa Thermo Scientific

3.4 Pruebas preliminares hidráulicas

Las pruebas hidráulicas se realizaron con agua de la llave, se probaron las bombas peristálticas y las mangueras para confirmar que brindaron los caudales adecuados para cumplir con el TRH establecido de 1.5 d, considerando que $TRH = V/Q$, donde V fue el volumen de las cámaras anódicas y Q el caudal, Tabla 3.4. Estas pruebas se realizaron con anticipación, cuando en las CCM no hubo anolito ni catolito. Asimismo, se rellenaron las celdas con agua de la llave para revisar que estuvieran selladas y no tuvieran fugas. Las fugas que se presentaron se sellaron mediante un pegamento especial para acrílico.

Tabla 3.4. Volúmenes y caudales de las celdas.

Volumen total de las CCM	TRH= 1.5 d		
500 ml	1 compartimento	0.21 ml/min	Q1: 0.3 L/d
1,500 ml	3 compartimentos	0.7 ml/min	Q2: 1 L/d
2,500 ml	5 compartimentos	1.2 ml/min	Q3: 1.7 L/d
3,500 ml	7 compartimentos	1.6 ml/min	Q4: 2.3 L/d

Al terminar las pruebas hidráulicas, se prepararon las celdas para su puesta en marcha, es decir, a cada una se le colocó la MIP pretratada, al igual que los electrodos, y las cámaras anódicas y catódicas se llenaron con anolito y catolito, respectivamente. También, se realizaron las conexiones eléctricas correspondientes para registrar los datos de voltaje de las celdas.

3.5 Preparación del sustrato, inoculación, aclimatación y pruebas electroquímicas iniciales

En una garrafa de 20 L se prepararon 14 L del sustrato, el cual consistió en vinaza diluida para prevenir la inhibición de los microorganismos y mejorar la remoción de DQO. López *et al.* (2017) trabajaron con una CCM de dos cámaras alimentada con vinaza de mezcal diluida, y obtuvieron una remoción de DQO del 73% y 83% al

emplear 4.06 y 6 gO₂/L, respectivamente. Asimismo, Velarde *et al.* (2019) realizaron otro experimento con vinaza diluida en un biorreactor de digestión anaerobia, pero cuando emplearon concentraciones iguales o mayores a 5.22 gO₂/Ld, la remoción de la materia orgánica, medida como DQO, fue de 34% como máximo. Así que, se diluyó la vinaza con agua de la llave para que fuera 8% v/v con el propósito de obtener una DQO entre 3 y 5 g/L, de modo que la carga orgánica volumétrica (COV) osciló entre 2.0 y 3.3 gO₂/Ld, para que la concentración de materia orgánica e inorgánica, como compuestos tóxicos, no inhibieran a las bacterias (Díaz-Barajas *et al.*, 2021). Se ajustó el pH del sustrato a 6.63 con una solución 1N de NaOH para el desarrollo adecuado de las bacterias.

Posteriormente, se preparó el inóculo que contuvo las bacterias que se introdujeron a las celdas. La preparación de él consistió en la toma y peso de 75g de este, para luego ser molido mediante un mortero para separar sólidos como piedras pequeñas de los gránulos. Una vez que se preparó el inóculo, se mezcló con el sustrato. Teniendo listo el anolito, se preparó el catolito: se pesaron 76.45 g de persulfato de potasio y se colocaron en una garrafa de 20 L para preparar 14 litros con agua desionizada. Con el anolito y catolito listos, se llenaron las celdas y se comenzó la operación de estos, en batch con recirculación tanto del anolito, como del catolito, y a circuito abierto. La recirculación del anolito con el inóculo se realizó durante 11 días, con el objetivo de propiciar la inmovilización de la biomasa sobre los ánodos, y la recirculación del catolito se hizo para no desperdiciar el reactivo químico.

La aclimatación de las bacterias duró hasta conseguir un voltaje estable o que este disminuyera. El tiempo de aclimatación y desarrollo de la biomasa nueva, así como la estabilización del proceso pueden durar más de 7 días, por lo que se consideró estabilizado el sistema cuando se lograron voltajes similares en el transcurso del tiempo (Guadarrama, 2022; Cheng *et al.*, 2017).

Durante la fase de operación de circuito abierto, se realizaron cuatro pruebas electroquímicas, y estas se llevaron cabo desde el día 1 hasta el día 28 de operación, de modo que un total de 28 días fue el tiempo transcurrido para llevar a cabo estas pruebas. Se empezó con las voltamperometrías cíclicas iniciales, las cuales se realizaron para observar cómo se encontraba la biopelícula en el inicio de su

desarrollo, específicamente, para revisar si se estaban llevando a cabo reacciones de oxidación y reducción (sistema reversible) en la celda. Las demás pruebas realizadas fueron la Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS, por sus siglas en inglés), el Potencial a Circuito Abierto (OCP, por sus siglas en inglés) y las curvas de polarización. Con la primera prueba se obtuvo el diagrama de Nyquist de cada celda para identificar la magnitud de la resistencia interna, y mediante este, se analizaron las resistencias presentes en la celda: resistencia por transferencia de carga, resistencia por difusión y resistencia óhmica (Wang *et al.*, 2022; HIOKI, 2021). Con la segunda prueba se evaluó la estabilidad de voltaje de las CCM. Y al realizar la última prueba, se obtuvo el voltaje, la corriente y la densidad de potencia máxima para cada celda. Para realizar las curvas de polarización, se utilizaron doce resistencias en un rango de 10 a 10k Ω , donde cada una se evaluó por 15 minutos. Estas fueron 10, 47, 68, 100, 330, 560, 820, 1k, 3.3k, 5.6k, 8.2k y 10k Ω . En la Tabla 3.5 se indicaron los equipos y componentes electrónicos utilizados para realizar las pruebas electroquímicas.

Tabla 3.5. Pruebas electroquímicas.

Tipo de prueba electroquímica	Equipo o componente electrónico
Voltamperometría cíclica	Potenciostato/galvanostato/ZRA 09097 de <i>Gamry instruments</i> <i>Interface 1000_{TM}</i>
EIS	Potenciostato/galvanostato/ZRA 09097 de <i>Gamry instruments</i> <i>Interface 1000_{TM}</i>
OCP	Potenciostato/galvanostato/ZRA 09097 de <i>Gamry instruments</i> <i>Interface 1000_{TM}</i>
Curvas de polarización	12 resistencias de 10, 47, 68, 100, 330, 560, 820, 1k, 3.3k, 5.6k, 8.2k y 10k Ohms; Arduino Leonardo; cables Dupont y de cobre recubiertos

3.6 Cierre del circuito y seguimiento de la fase experimental

Al terminar las pruebas electroquímicas, se cerró el circuito con resistencias externas de 1k Ω . A partir de este punto en el tiempo, 25 días transcurrieron para obtener valores de voltaje estables y mayores a 0.1 V. Después de esto, se empezó a contabilizar los días de operación de las celdas, los cuales fueron 41 en total. Durante esta fase de operación, cada seis días las garrafas se llenaron con anolito nuevo y, por tanto, cada semana se evaluaron los siguientes parámetros de las garrafas (entradas) y de las salidas de cada celda: DQO total y soluble, carbohidratos totales y solubles, proteínas totales y solubles, y SSV. Asimismo, cada día se monitorearon los voltajes obtenidos, y cada dos días se revisó el pH de las garrafas para mantenerlo en un rango de 5.5 a 7.

3.7 Pruebas electroquímicas finales y caracterización de la biomasa

En los días finales de la operación de las celdas en circuito cerrado, se llevaron a cabo nuevamente las pruebas electroquímicas. Estas se hicieron con el objetivo de evaluar el desarrollo de la biopelícula al final del periodo de operación. Una vez que se terminaron de realizar dichas pruebas, se tomaron las muestras de las biopelículas de los ánodos de la celda que presentó un mayor voltaje. Para obtener estas muestras, se hizo un raspado con una espátula estéril de modo que la biopelícula cayó en una solución salina dentro de un tubo Falcon para conservarla, y luego llevó a congelar a -70 °C hasta que se hizo su análisis (Guadarrama, 2022). Se cuantificaron las muestras utilizando el equipo de NanoDrop para definir si la concentración obtenida fue suficiente o no para ser enviada a caracterizar al laboratorio RTL GENOMICS en Texas, Estados Unidos. Para definir la taxonomía de la biomasa obtenida, se utilizó el gen 16S rRNA porque posee regiones conservadas e hipervariables que permiten identificar las bacterias y arqueas diversas presentes a nivel género, o incluso hasta especie (Abellan-Schneyder *et al.*, 2021; Universidad de Valencia, 2025). Con los resultados obtenidos se evaluó el efecto de la selección secuencial de la biomasa en la CCM apilada con mayor voltaje.

3.8 Análisis e interpretación de los resultados

Los resultados obtenidos se analizaron e interpretaron para obtener las condiciones adecuadas para la producción de electricidad:

Al terminar la fase experimental, con las pruebas electroquímicas y la caracterización del agua realizadas, se identificaron las condiciones adecuadas de las CCM apiladas para la producción de energía eléctrica y la remoción de materia orgánica (DQO). Se evaluó el desempeño de cada CCM apilada mediante la cantidad de energía eléctrica que produjo (VCA, DP, EC y DC), la remoción de contaminantes en forma de DQO (%), y se determinó el comportamiento de los electrogénicos en la CCM que generó el voltaje más alto.

4. Resultados

Análisis e interpretación

4.1 Caracterización de las vinazas de mezcal

Se realizaron dos viajes para traer dos lotes, 6 y 7 garrafas de 20L, respectivamente, de vinazas mezcaleras artesanales de la Destilería Cazales ubicada en Tlaquilténango, Morelos. Esto se hizo para tener la suficiente cantidad de vinaza para llevar a cabo la experimentación antes mencionada. De cada lote se obtuvo la DQO promedio, y los valores obtenidos fueron 57,285.84 mg/L y 82,393.17 mg/L para el primer y segundo lote, respectivamente. Como se pudo observar, el segundo lote de vinazas presentó una mayor cantidad de materia orgánica y sales (menor proporción) que el primero. Además, la muestra del segundo lote contuvo una mayor cantidad de sólidos suspendidos, los cuales sedimentaron y se formaron dos fases, sedimento y vinaza clarificada, Figura 4.1. Los dos lotes se mezclaron en un contenedor de 200 L y a la mitad de este se tomó una muestra para no extraer sólidos sedimentados del fondo. La DQO de dicha muestra fue de 79,173.04 mg/L. Este valor, junto con los anteriores, coincidieron con los presentados por Robles-González *et al.* (2012), Villalobos (2009) y Guadarrama (2022), e indicaron que las vinazas tuvieron una gran cantidad de materia orgánica e inorgánica, por lo que se diluyeron para evitar la inhibición de la actividad enzimática de los microorganismos de la biopelícula y el inóculo. La vinaza se diluyó con agua de la llave y se obtuvo un valor de DQO que se encontró entre 3000 y 5000 mg/L (Guadarrama, 2022; Velarde *et al.*, 2019).

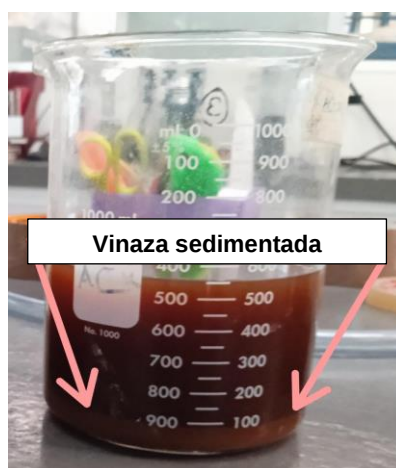


Figura 4.1. Muestra de vinaza mezcalera sedimentada.

El pH de las vinazas del contenedor (VT) fue de 3.47, medido a una temperatura ambiente de 26 °C; este valor coincidió con los presentados por Robles-González (2012) y Villalobos (2009). Dicho pH indicó que las vinazas mezcaleras fueron ácidas, esto se pudo atribuir a la presencia de ácidos orgánicos, tales como el ácido láctico, acético y gálico, siendo este representado como fenoles (Villalobos, 2009; Retes, 2014). Otros parámetros que se determinaron de la muestra de las VT fueron los relacionados con los sólidos: ST, SVT, SST, SSV, SSF y SDT. Los resultados obtenidos se presentaron en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1. Resultados de sólidos de las VT.

<i>Sólidos</i>					
ST (mg/L)	SVT (mg/L)	SST (mg/L)	SSV (mg/L)	SSF (mg/L)	SDT (mg/L)
48,270	43,560	990	880	110	47,280

Nota: ST: Sólidos Totales. SVT: Sólidos Volátiles Totales. SST: Sólidos Suspendidos Totales. SSV: Sólidos Suspendidos Volátiles. SSF: Sólidos Suspendidos Fijos. SDT: Sólidos Disueltos Totales.

Los valores obtenidos de los ST, SVT, SST, SSF y SDT, fueron muy cercanos a los reportados por Guadarrama (2022), Villalobos (2009), Retes (2014) y Robles-González (2012). Solo los SSV determinados en la muestra de las VT fueron diferentes de los reportados en la literatura mencionada, ya que los autores citados reportaron valores de SSV mayores de 3000 mg/L. Esto se pudo atribuir a la separación de sólidos que se aplicó al momento de sacar las vinazas del alambique de cobre, estas pasaron por un colador de cocina de plástico para quitarle sólidos de gran tamaño, como pedazos de fibra resultantes de la trituración de la piña, los cuales no fueron eliminados durante la etapa de fermentación, Figura 4.2.



Figura 4.2. Obtención de vinazas: a) Vinaza cruda siendo colada, y b) Sólidos de gran tamaño (como fibra).

Como se pudo observar en la Tabla 4.1, los ST presentaron un valor muy alto de 48,270 mg/L y de estos, 90% fueron SVT, es decir materia orgánica, lo cual fue congruente con el alto valor de la DQO, de 79,173 mg/L. Además, ya que a la VT se le practicó separación de sólidos, la concentración de los SSV fue de 880 mg/L, por lo cual los sólidos volátiles disueltos (SVD) fueron de 42,680 mg/L, es decir la mayor parte de la materia orgánica estuvo disuelta en la vinaza, 98% de los SVT. Se reportó que hasta el 50% de los SDT en las vinazas pueden ser azúcares reductores (Retes, 2014), por tanto, la vinaza pudo ser usada como sustrato para el desarrollo de microorganismos anaerobios sobre los ánodos de las CCM. Sin embargo, se necesitó remover el exceso de SST y evitar efectos inhibitorios debidos al pH ácido, a la presencia de algunas sustancias orgánicas tóxicas, como los compuestos fenólicos. Esto se resolvió mediante separación de los sólidos suspendidos por sedimentación, dilución de las vinazas y neutralización antes de usar la muestra como anolito. También, al diluir esta agua residual, se redujo un posible efecto inhibitorio causado por el contenido de sales, que fueron representadas por los SDT medidos, ya que estas podían generar una solución hipertónica que afecta a los microorganismos.

Durante nueve días, el cuarto frío donde se almacenaron las VT, dejó de funcionar y las vinazas estuvieron expuestas a la temperatura ambiente. Debido a esto, se formaron larvas dentro del contenedor, a pesar de que el pH fue de 3.47, por tanto, las vinazas se tuvieron que pasar a otro contenedor para removerlas, ya que si no se hacía, su reproducción continuaría y consumirían cada vez más materia orgánica. Así que, se traspasaron dos veces, es decir, se colocaron en un contenedor y luego de este se regresaron al otro contenedor. Cada vez que se usó uno, se limpió muy bien previamente. Al momento de hacer el primer traspaso, se filtró la vinaza con un colador de cocina que tuvo una malla de espacios pequeños. Para el segundo traspaso, se utilizaron dos tipos de coladores, el primero fue el colador que se empleó en el primer traspaso, y el segundo fue una coladera de tela de cocina, Figura 4.3. Al realizar esto, la vinaza quedó limpia, es decir, se eliminaron las larvas.



Figura 4.3. Segundo traspaso de la vinaza cruda de trabajo

Nuevamente se realizó la caracterización de la vinaza, adicionando en esta ocasión la determinación de conductividad, carbohidratos, proteínas, nitratos y nitritos, así como la DQO total y soluble. Los resultados se presentaron en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Caracterización fisicoquímica de vinaza de mezcal artesanal.

Vinaza de mezcal artesanal	
<i>Parámetro</i>	<i>Valor</i>
Carbohidratos (mg/L)	12,790± 93
Proteínas (mg/L)	6,226± 661
Nitratos (mg/L NO ₃ ⁻ N)	450± 99
Nitritos (mg/L NO ₂ ⁻ N)	1.30
Sólidos Suspendidos Totales (mg/L)	850± 382
Sólidos Suspendidos Volátiles (mg/L)	820± 368
Sólidos Totales (mg/L)	45,720± 396
Sólidos Disueltos Totales (mg/L)	44,870 ± 778
Sólidos Volátiles Totales (mg/L)	41,120± 339
Sólidos Suspendidos Fijos (mg/L)	30± 14
Demanda Química de Oxígeno (mg/L)	56,909± 1,195
Demanda Química de Oxígeno soluble (mg O ₂ /L)	53,871± 575
pH	3.23
Conductividad (mS/cm)	4.43

Como se pudo observar en la tabla anterior, no hubo una gran diferencia entre la primera caracterización de los sólidos y esta; solo los SSF presentaron una diferencia

importante ya que al principio tuvieron un valor de 110 mg/L, el cual se redujo a 30 mg/L. Esta reducción pudo ser causada por la sedimentación y las filtraciones de la vinaza. Con respecto a los demás parámetros, la DQO cambió, está disminuyó de 79,173 a 56,909 mg/L, lo cual se pudo atribuir a las dos filtraciones aplicadas a la vinaza, pero también a la degradación de la materia orgánica que ocurrió a pesar de que la vinaza estuvo en un cuarto frío a 4°C, puesto que no se detuvieron los procesos metabólicos. Aun así, el valor de la DQO de 56,909 mg/L continuó siendo alto y fue muy similar a los valores presentados por Robles-González *et al.* (2012) y Villalobos (2009). El pH no varió considerablemente, siendo este de 3.23 con respecto al antes mencionado que fue de 3.47. La conductividad presentó un valor alto de 4.43 mS/cm, lo cual se atribuyó al bajo valor del pH y las sales disueltas. Al tener un valor elevado de SDT, más alto que 40 g/L, indicó que la mayor parte de la materia orgánica e inorgánica fue soluble, de la cual una porción se encontró en forma de sales inorgánicas, como el sulfato, que pueden ser cuantificadas por medio de los sólidos fijos (SF). Se obtuvieron 4,570 mg/L de sólidos disueltos fijos (SDF), lo cual representó el 10.20% de SDT y el 99% de los sólidos totales fijos (STF) presentes en las vinazas del contenedor. Esto demostró que casi todos los SF fueron sales inorgánicas disueltas y que una décima parte de los SDT fueron estas. Además, dichas sales no pudieron ser removidas cuando se hizo el traspaso al contenedor limpio ya que se realizaron los procesos de sedimentación y filtración (Villalobos, 2009; California Water Board, 2010; Hamilton y Zhang, 2016; Ibarra-Camacho y León-Duarte, 2018; Alaei *et al.*, 2018).

En cuanto a la concentración de carbohidratos, esta presentó un valor de 12,790.35 mg/L, lo cual fue un poco más del doble del contenido de las proteínas (6,225.81 mg/L) ya que fue uno de los principales componentes de las vinazas. Esto se debió al cocimiento de las piñas del agave, puesto que, durante esta etapa, se obtuvieron azúcares que posteriormente se fermentaron para obtener alcoholes que después se utilizaron para producir mezcal. Además, la concentración de carbohidratos que se presentó fue mucho mayor a la reportada por Villalobos (2009) ya que el valor que se registró fue de 58 mg/L. Algunas de las principales causas de esta diferencia de concentraciones pudieron ser que el cocimiento de la piña se pudo llevar a cabo de

otra forma en la que se obtuvieron más azúcares, y que estos no se hubieran terminado de fermentar.

Los nitratos y nitritos que presentaron las vinazas tuvieron concentraciones de 450 y 1 mg/L, respectivamente. De acuerdo con la Norma Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-2021 (2022), estos valores excedieron los límites máximos permisibles para el agua potable ya que estos son 11 mg/L para nitratos y 0.9 mg/L para nitritos. Así que, si las vinazas contaminaran cuerpos de agua utilizados para el consumo humano, la salud de las personas se vería afectada. Las temperaturas altas con las que se podrían descargar afectarían a los peces y microorganismos acuáticos, de modo que también disminuiría el oxígeno disuelto. La elevada cantidad de SST podría reducir la entrada de luz a los cuerpos de agua, afectando el ciclo de la fotosíntesis (Robles-González *et al.* 2012; Moran-Salazar *et al.*, 2016; Díaz *et al.*, 2020). En el suelo, debido a la gran concentración de nutrientes y materia orgánica contenida, como carbohidratos, proteínas y sulfatos, sus poros se saturarían y se alteraría la actividad microbiana debido al pH ácido (Díaz *et al.*, 2020). Con base en la Norma Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021 (2022), que establece los límites de contaminantes para las aguas residuales que se descarguen en cuerpos de agua como ríos y canales, los SST, la DQO y la temperatura, no deben exceder los valores de 82 mg/L, 210 mg/L y 35 °C, respectivamente, sin embargo, las vinazas mezcaleras presentaron el doble o más de estas cifras. Esto también aplica para el suelo, específicamente para el riego de áreas verdes, puesto que no se deben sobrepasar los valores de 35°C, 42 mg/L y 84 mg/L para temperatura, SST y DQO, respectivamente, de acuerdo con la NOM-001-SEMARNAT-2021 (2022). Con base en esta misma norma, el pH, tanto para cuerpos de agua como para el suelo, debe estar entre 6 y 9, lo cual no sucedió con las vinazas ya que su pH fue menor a 4.

4.2 Aclimatación

Durante esta fase de operación, solo se pusieron en marcha seis de las siete celdas ya que una de las CCM 5 presentó fugas. Para no retrasar esta etapa, las demás celdas continuaron operando mientras se resolvía dicho problema. Así que, las celdas iban a trabajar en circuito abierto hasta que produjeran un voltaje estable o

que este disminuyera, y tendrían en recirculación el anolito y catolito para que las bacterias se inmovilizaran en los ánodos y se aclimataran al sustrato, sin embargo, no se logró realizar todo lo anterior. La razón de esto es que se presentó un problema de salud, una CCM 5 no se pudo poner en marcha y las demás celdas permanecieron trabajando sin monitoreo alguno. Una vez que las CCM fueron atendidas nuevamente, se introdujo a cada una el anolito y catolito nuevo. Para no perder la biopelícula anódica inmovilizada en los electrodos, el cambio del anolito se hizo por desplazamiento, al igual que el catolito. A partir de aquí, comenzó nuevamente la fase experimental; se hizo una segunda inoculación para que la biopelícula se formara y aclimatara otra vez. Así que, en 9 días, los microorganismos se aclimataron ya que a partir del día 6 presentaron voltajes estables, con variaciones entre un valor (del día anterior) y otro (del día siguiente) menor de 0.016V, Figura 4.4. Como no hubo una diferencia significativa entre cada celda y su respectiva réplica (punto 1 del Anexo 2), se promediaron sus valores respectivos para obtener los valores finales de voltaje que se presentan a continuación.

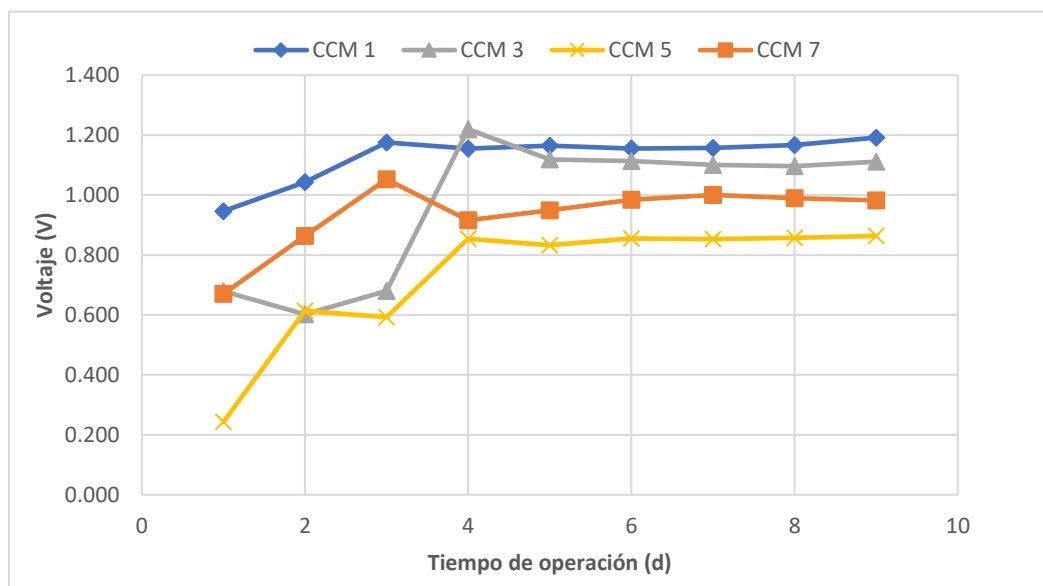


Figura. 4.4. Voltajes obtenidos durante la aclimatación.

Como se pudo observar en la figura anterior, las CCM 1 presentaron los valores mayores de voltaje ya que su valor promedio, al haber alcanzado la estabilidad, fue de 1.17 ± 0.1 V. Además, estas celdas obtuvieron un potencial estable con mayor rapidez en comparación con las demás, el cual lo alcanzaron en el día 4 de

operación. La variación de los voltajes de este día en adelante fue baja, siendo menor a 0.016 V. Esto se pudo deber a dos razones. La primera es que el pH de operación fue constante, se ajustó con NaOH, en un rango de 6.19 a 6.45, lo cual permitió el crecimiento microbiano en un ambiente anaerobio ya que este sucede entre los valores de 6.5 y 8 (Parra, 2015; Llontop, 2018; Contreras, 2019). En cuanto a la segunda razón, las CCM 1 solo tuvieron un ánodo, por lo que se debió esperar a que se formara una biopelícula aclimatada, mientras que en las demás celdas al contener tres o más ánodos, tomó más tiempo el crecimiento de las biopelículas ya que tuvo que desarrollarse una en cada electrodo conforme el sustrato fluía de una cámara a otra sucesivamente, de modo que la aclimatación en las vinazas se llevara a cabo. Aunado a esto, se observó que la forma de las curvas de incremento del voltaje en las CCM (Figura 4.4) fueron semejantes a la forma de las curvas de crecimiento exponencial de las bacterias en celdas con sustrato limitado operados en batch, por tanto, una vez que llegaron a su punto máximo, empezó poco a poco la fase estacionaria para que las biopelículas generaran un voltaje estable en las celdas, lo cual sucedió en los días 4-6 desde el inicio de la operación.

En la CCM 7, que fue la de mayor tamaño, alcanzó un voltaje estable en el día 6 de operación porque en los días siguientes la variación fue menor a 0.016V. A partir de este punto, el voltaje promedio registrado fue de 0.989 ± 0.1 V. Asimismo, en la Figura 4.4 se pudo observar que la CCM 7 se encontró en el tercer lugar porque sus valores de voltaje fueron menores de los determinados en las CCM 1 y CCM 3. Esto indicó que, posiblemente, algunas bacterias electrogénicas se vieron inhibidas debido al bajo pH medido ya que este varió entre 4.80 y 4.85, puesto que valores mayores a 6 y menores a 9, sobre todo cercanos a 7 y 8, demostraron que dichos microorganismos produjeron voltajes más altos, con un mejor desempeño eléctrico (Ye *et al.*, 2015; Banerjee *et al.*, 2023).

En cuanto a las CCM 3, estas obtuvieron el segundo lugar de los mayores voltajes presentados. En el día 5 se alcanzó un valor estable, siendo de 1.11 ± 0.1 V en promedio, puesto que en este día y en los siguientes la variación de voltaje fue menor a 0.016 V. Inclusive, en el día 4 de operación, se alcanzó el valor máximo de todos los datos registrados durante la aclimatación, el cual fue de 1.22 ± 0.1 V. Esto pudo

indicar que en este día se logró la generación de una mayor cantidad de bacterias electrogénicas en los tres compartimentos, sin embargo, hubo una posible disminución de estas en los demás días por la alta competencia microbiana que sucedió en las vinazas, puesto que la fermentación natural pudo haber superado el proceso de transferencia de electrones al ánodo, Tabla 4.2. También, es posible que se haya alcanzado dicho punto máximo en dichas celdas porque contaban con solo 3 cámaras anódicas, es decir, esto pudo haber facilitado la acumulación y el aprovechamiento de los AGVs ya que viajaron por tres cámaras, y no por más, como en las CCM 5 y 7, puesto que, al utilizar un mayor número de cámaras, hubo más microorganismos, por tanto, una mayor competitividad microbiana para sobrevivir.

Por otra parte, las CCM 5 obtuvieron un voltaje constante a partir del día 4 de operación ya que la variación de voltaje fue menor a 0.016 V. Aunque en el día 5 bajó a 0.833 ± 0.1 V, al siguiente día volvió subir a 0.855 ± 0.1 V, de modo que los voltajes registrados de la etapa de estabilidad variaron de 0.853 a 0.864 ± 0.1 V, donde la diferencia entre un valor y otro fue menor de 0.016V. En promedio, el voltaje obtenido a partir de que se alcanzó la estabilidad fue de 0.85 ± 0.1 V, lo cual posicionó a estas celdas en la última posición porque fue el menor valor registrado. Esto pudo ser causado por el cambio de pH. Al alimentar las CCM, el anolito preparado tuvo un pH de 6.75, puesto que este fue un factor influyente para el desarrollo de los microorganismos en un ambiente anaerobio (Llontop, 2018; Guadarrama, 2022; Banerjee *et al.*, 2023). Así que, aun cuando se ajustó con NaOH el pH, a las CCM 5 les costó mantenerse en valores de 5.5 y más, ya que el pH registrado en dos días distintos osciló entre 4.54 y 4.75. El valor mínimo de ajuste considerado fue de 5.5 porque las acidogénicas se desarrollan con este pH, y las metanogénicas se ven inhibidas a un valor menor de 6 (Sakdaronnarong y Sinbuathong, 2013; Llontop, 2018; Contreras, 2019). Sin embargo, esta consideración pudo haber afectado al desempeño de dichas celdas ya que presentaron el menor valor promedio de voltaje durante la aclimatación.

4.3 Desempeño bioelectroquímico de las celdas apiladas

4.3.1 Producción de corriente eléctrica en las CCM

Al haber concluido la etapa de aclimatación, se cambió el flujo de lotes a flujo continuo y se operó en circuito abierto. Las celdas trabajaron así por 17 días porque durante este tiempo se llevaron a cabo las pruebas electroquímicas iniciales: Espectroscopia de Impedancia Electroquímica, Potencial a Circuito Abierto y Curvas de polarización. La voltamperometría cíclica se realizó previamente, en la etapa de aclimatación. Cuando se terminaron de hacer dichas pruebas, se cerró el circuito con resistencias de 1k Ohm. Al día siguiente se observó que los voltajes de todas las celdas permanecieron con valores por debajo de 0.09 V, los cuales se lograron aumentar mediante el cambio de catolito, puesto que antes de aplicar esta opción, se probaron otras para elevar el voltaje y ninguna funcionó. Estas consistieron en elevar el pH de las garrafas de alimentación a un valor mayor a 7 pero menor a 8, cambiar los cables Dupont por unos nuevos, revisar que las conexiones eléctricas entre las celdas y los protoboard estuvieran bien hechas y no oxidadas, y utilizar otras entradas de la placa Arduino. Como última estrategia, se cambió el catolito por uno nuevo; se probó primero con las celdas de menor tamaño (CCM 1). Conforme transcurrieron las horas, el voltaje aumentó hasta alcanzar valores mayores a 0.1 V. Con base en esto, se decidió cambiar el catolito de las demás celdas, siendo las CCM 3, 5 y 7. En cuestión de horas, los voltajes de las celdas aumentaron por encima de 0.4 V. A partir de este día, comenzó la fase experimental en circuito cerrado de todas las CCM. Se aplicó la prueba t de Student con un α de 0.05 a los voltajes de cada celda con su respectiva réplica, y se determinó que no hubo una diferencia significativa, consultar el punto 2 del Anexo 2. Así que, se promediaron los voltajes de cada CCM con su respectiva réplica para obtener sus valores finales, siendo 41 en total porque fue el tiempo de operación; con base en estos se hizo el análisis de la producción de energía eléctrica de las celdas. En el Anexo 1, en el punto 2, se puede consultar los voltajes producidos (promediados) en circuito cerrado de cada celda con su respectiva réplica.

Las celdas trabajaron con un flujo continuo a circuito cerrado con una resistencia externa de 1k Ohms por 41 días, siendo en febrero y marzo de 2024. A lo largo de

estos dos meses, la temperatura ambiente máxima presentó valores altos, e incluso aumentó un grado: en el primer mes el valor máximo fue de 30°C, mientras que en el segundo fue de 31°C. Asimismo, la temperatura promedio incrementó, en febrero fue de 23 °C y en marzo fue de 25 °C. Debido a esto y a que se trabajó en un laboratorio donde se concentró el calor por un techo de lámina, el pH del sustrato (vinaza diluida) se acidificó rápido, por lo que tuvo que neutralizarse con cal, en lugar de la solución de NaOH, para mantener un pH entre los valores de 5.5 (mínimo) y 7, y así obtener un metabolismo y crecimiento microbiano adecuado dentro de las celdas. Al utilizar la cal, el pH se mantuvo entre 5.5 y 7 por más tiempo, y cada dos días se ajustó. Este monitoreo constante se realizó durante todo el tiempo de operación de las celdas.

En la Figura 4.5 se presentaron los voltajes promedio obtenidos de las celdas y su réplica de las CCM 1, 3 y 5, y los voltajes obtenidos en la CCM 7 durante los 41 días de operación en circuito cerrado.

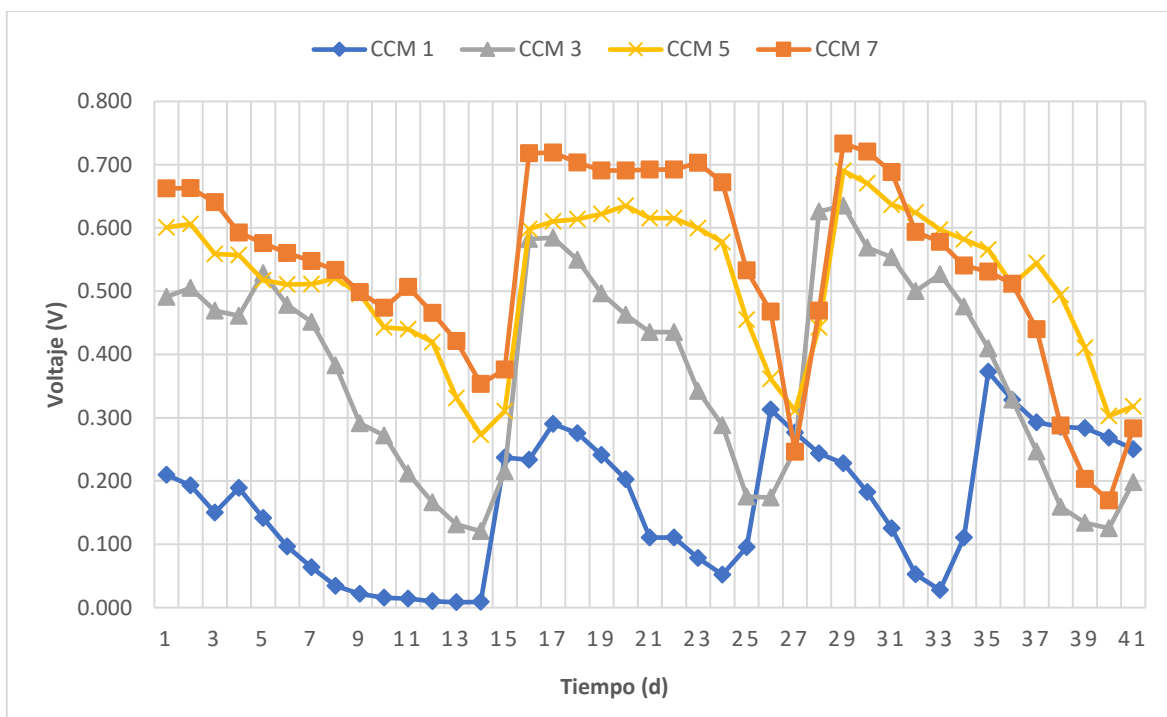


Figura 4.5. Voltajes promedio de las CCM 1, 3 y 5, y de sus respectivas réplicas, junto con la CCM 7 que operaron por 41 días en circuito cerrado.

Se pudo observar que la operación de las CCM se dividió en tres ciclos. Conforme se consumió el catolito químico ($K_2S_2O_8$) debido a la hidrólisis del persulfato para la producción de sulfatos y protones (Li *et al.*, 2009; Behera y Ghangrekar, 2016), el voltaje disminuyó en cada celda (indicador del agotamiento de $K_2S_2O_8$), por lo que este fue el factor limitante del funcionamiento de las CCM, aun cuando se doparon los cátodos con el electrocatalizador de Pt para mejorar la transferencia de electrones. Posiblemente, el carbono del electrodo se corroyó parcialmente, lo que pudo causar el desprendimiento de las partículas de Pt ya que dicho material presenta una baja durabilidad cuando se utiliza como soporte para catalizadores (Wang *et al.*, 2011; Xia *et al.*, 2016). Así que, cada vez que el potencial de las celdas disminuyó significativamente hasta 0.2 V, excepto las CCM 1, el catolito se cambió entre 9 y 15 días por uno nuevo. También, se decidió este intervalo de tiempo debido a la temperatura ambiente dentro del laboratorio donde se trabajó y al reflejo de los rayos solares hacia la zona de experimentación de las celdas ya que cuanto más calor hizo y el reflejo fue más intenso por un cielo despejado, se pudo observar una ligera disminución del nivel del catolito. A causa de esto, para cada par de celdas y la CCM 7, varió la caída de voltaje, es decir, se agotó más rápido el catolito en ciertas celdas. Solo para las CCM 1 se tuvo que cambiar con mayor frecuencia el aceptor de electrones ya que recibía un continuo reflejo de los rayos solares. El primer ciclo de todas las celdas terminó el día 14 de operación. El segundo ciclo empezó el día 25 de operación para las CCM 1, mientras que para las demás celdas comenzó entre el día 27 y 28, por tanto, se desarrolló un medio ciclo más al final para las CCM 1, siendo del día 34 al 41, Figura 4.5.

En la Tabla 4.3 se presentaron los valores promedio de los voltajes obtenidos en las CCM 1, 3, 5 y 7 por los 41 días de operación. Con base en estos valores se calcularon los promedios de corriente, densidad de potencia y corriente, y eficiencia coulombica. Para la determinación de la eficiencia coulombica para un sistema en continuo, en la Tabla 3.13 del punto 3 del Anexo 1 se presentaron los cálculos realizados. El voltaje promedio más bajo se obtuvo en las CCM 1. El voltaje promedio de las CCM 3 fue 2.3 veces mayor, mientras que el voltaje promedio de las CCM 5 fue 3.14 veces mayor. El voltaje promedio de las CCM 5 y el promedio de los voltajes medidos en

la CCM 7 fueron muy similares, 0.515 ± 0.114 V y 0.540 ± 0.154 . Aunque este último tuvo una mayor producción de voltaje, no hubo una diferencia significativa entre las dos celdas, consultar punto 2 del Anexo 2.

Tabla 4.3. Promedios de los parámetros bioelectroquímicos de los 41 días de operación en circuito cerrado.

CCM	Voltaje (V)	Corriente (mA)	Resistencia externa (Ω)	Densidad de potencia (mW/m^2)	Densidad de corriente (mA/m^2)	Eficiencia coulombica (%)
1	0.164 ± 0.108	0.164 ± 0.108	1000	2.93 ± 4	17.88 ± 11.73	0.23 ± 0.07
3	0.377 ± 0.161	0.377 ± 0.161	1000	15.45 ± 12.91	41.03 ± 17.59	0.20 ± 0.09
5	0.515 ± 0.114	0.516 ± 0.114	1000	28.89 ± 11.98	56.10 ± 12.45	0.17 ± 0.05
7	0.540 ± 0.154	0.540 ± 0.154	1000	31.79 ± 16.45	58.85 ± 16.66	0.13 ± 0.05

Las CCM 1 presentaron los menores valores de voltajes máximos obtenidos en los diferentes ciclos de la experimentación. En la Figura 4.5 se observó que durante el primer ciclo de operación las celdas no lograron mantener voltajes estables, una disminución rápida empezó desde el cuarto día y al día 12 se acercó a 0, por lo cual en el día 14 se colocó nuevo catolito ya que se produjeron 0.01 V. Los cambios de este electrolito se realizaron otra vez en el día 24 del ciclo 2 y el día 33 del ciclo 3, 0.05 V y 0.03 V, respectivamente. Las disminuciones de voltaje fueron más lentas en los siguientes tres ciclos y se alcanzaron voltajes máximos cada vez mayores, siendo 0.290 V en el ciclo 2, 0.313 V en el ciclo 3 y 0.373 V en el ciclo 4, Tabla 4.4. Esto se pudo deber a que las bacterias aumentaron gradualmente su actividad catabólica para degradar la materia orgánica. En el primer ciclo es posible que la actividad microbiana se vio mejorada porque el aceptor de electrones se encontró fresco, lo cual generó un aumento del flujo de electrones hacia el cátodo. No obstante, las

bacterias no lograron mantener un voltaje estable ya que disminuyó al pasar los días, lo cual posiblemente se debió a la adaptación al catolito renovado.

A partir de los siguientes ciclos, del 2 al 4, la caída de voltaje tomó más tiempo, pero se obtuvo una diferencia de potencial mayor, lo cual indicó que la oxidación del sustrato mejoró con cada ciclo ya que las vinazas mezcaleras son un sustrato complejo de degradar porque contienen sustancias recalcitrantes y tóxicas como los fenoles (López *et al.*, 2017). De los días 37 al 40, ciclo 4, se pudo observar en la Figura 4.5 que los valores fueron más estables, variando entre 0.269 V y 0.293 V, de tal forma que no se mostró una disminución rápida por día como en los ciclos anteriores. La razón de esto pudo ser que las hidrolíticas y acidogénicas, electrogénicas o no, oxidaron una mayor cantidad del sustrato para que las bacterias electroactivas liberaran un número más alto de electrones hacia la superficie anódica en las CCM 1.

En cuanto a las CCM 3, se obtuvieron voltajes más altos que en las CCM 1. Dichos voltajes disminuyeron hasta alcanzar 0.121 V en el día 14, cuando se realizó el cambio del catolito, Figura 4.5. En el segundo ciclo, se logró un voltaje máximo de 0.585 V, pero empezó a disminuir hasta alcanzar un mínimo de 0.180 V, cuando se hizo el cambio del catolito. El segundo ciclo duró 12 días. En el tercer ciclo se alcanzó un voltaje máximo de 0.635 V, después otra vez disminuyó hasta 0.125 V y la duración del tercer ciclo fue de 14 días. Así que, como se pudo observar, la diferencia de potencial fue aumentando en cada ciclo como sucedió en las CCM 1. La actividad microbiana mejoró en cuanto a la degradación de la materia orgánica, de modo que se liberó una mayor cantidad de electrones al ánodo, lo que también permitió tener valores constantes de voltaje. Durante los primeros seis días de operación de las CCM 3, los voltajes fueron constantes (0.461-0.529 V). Esto mismo pasó en el segundo ciclo, en los días 16 y 17 (0.582 y 0.585 V), 21 y 22 (0.435V), y 25 y 26 (0.176 y 0.174 V). En cuatro días del tercer ciclo, pero no seguidos, el voltaje se mantuvo alto y estable: los días 28 y 29 (0.626 y 0.635 V), y 30 y 31 (0.569 y 0.554 V).

Comparando los voltajes promedio de las CCM 5 y los voltajes medidos en la CCM 7, se observó una similitud en el comportamiento y los valores obtenidos, Figura 4.5.

Durante los primeros cuatro días del primer ciclo, los voltajes fueron altos y los promedios de las CCM 5 se mantuvieron entre 0.56 y 0.60 V, mientras que en la CCM 7 se produjeron valores altos en los primeros tres días, siendo entre 0.60 y 0.68 V. En las celdas de cinco cámaras se obtuvieron valores estables por cuatro días (0.51-0.52 V), y hacia el final del ciclo, por otros tres días los voltajes fueron constantes, siendo entre 0.42 y 0.44 V; pero en las celdas de 7 cámaras, solo los primeros tres días los valores se mantuvieron estables, 0.62-0.64 V. Después, hubo una disminución hasta 0.27 V y 0.35 V en las CCM 5 y 7, respectivamente. El primer ciclo de estas duró 14 días y se hizo el cambio del catolito. En el segundo ciclo los voltajes fueron estables durante 8 días, entre 0.6 y 0.63 V en las CCM 5, y entre 0.69 y 0.71 V en la CCM 7. Al término del ciclo, los voltajes fueron 0.27 V y 0.35 V en las CCM 5 y 7, respectivamente. La duración del segundo ciclo fue de 13 días. El comportamiento de las CCM durante el tercer ciclo fue atípico ya que los voltajes generados por la celda de siete compartimentos comenzaron a disminuir rápidamente a partir del día 36, alcanzando un valor mínimo de 0.169 V, lo cual no sucedió con la celda de cinco compartimentos porque la menor producción fue de 0.3 V. En ambos, así como lo fue en las demás celdas, el valor máximo se alcanzó al segundo día, siendo 0.733 V y 0.690 V para las CCM 7 y 5, respectivamente. Durante la disminución hubo un período de 9 días, en el cual los voltajes promedio de las CCM 5 fueron mayores que los medidos en la CCM 7, Figura 4.5. Como el catolito en las celdas se cambió por uno nuevo en el mismo día, la disminución del voltaje pudo ser causado por el deterioro del proceso de generación y transferencia de electrones en las zonas anódicas de la CCM 7; es posible que el ensuciamiento de la membrana y el incremento de la competitividad microbiana fueron algunas de las razones por las que el rendimiento de la celda disminuyó ya que al tener el mayor número de cámaras, en cada una se pudo generar materia orgánica adicional por el lodo sedimentado en el fondo, lo cual a su vez pudo promover el desarrollo de bacterias en este.

Un resumen de los voltajes máximos y mínimos obtenidos en las CCM con diferentes cantidades de compartimentos y por cada ciclo de operación se presentaron en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4. Resumen de los voltajes medidos en los diferentes ciclos de operación.

Celda	Voltaje máx. (V)			Voltaje min. (V)		
	Ciclo 1	Ciclo 2	Ciclo 3	Ciclo 1	Ciclo 2	Ciclo 3
CCM 1	0.205	0.29	0.30 0.37*	0.01	0.05	0.03
CCM 3	0.53	0.59	0.64	0.12	0.17	0.13
CCM 5	0.61	0.64	0.69	0.27	0.31	0.30
CCM 7	0.66	0.72	0.73	0.35	0.25	0.17

Nota: *valor correspondiente al ciclo 4.

La CCM 7 generó el potencial máximo registrado, el cual fue de 0.73 V. Este valor se registró en el día 29 de operación, ciclo 3. Con base en este dato, se calculó la densidad de potencia, la cual fue de 58.1 mW/m². Asimismo, dicha celda generó el mayor voltaje promedio, el cual fue de 0.540±0.154 V, Tabla 4.3. Sin embargo, estos valores no difirieron mayormente de los registrados de las CCM de 5 compartimentos, puesto que su voltaje promedio fue de 0.515±0.11 V y el valor más alto fue de 0.69 V, por tanto, la DP máxima fue de 51.9 mW/m². Así que, se compararon las diferencias de potencial producidas en los 41 días de operación en circuito cerrado y se encontró que no hubo una diferencia significativa entre las CCM 5 y 7, consultar el punto 2 del Anexo 2. Esto pudo ser causado por dos razones conjuntas, la primera fue que el volumen de la celda de 7 cámaras, 3.5 L, fue lo suficientemente grande que causó un menor contacto entre los electrogénicos y el ánodo, de modo que se vio dificultada la transferencia de electrones hacia este, y la segunda fue que las bacterias pudieron ser acidogénicas o de otro tipo que no fueran electroactivas, lo cual se vio reflejado en la EC ya que fue la más baja: 0.13±0.05 %. Ye *et al.* (2015) presentaron este mismo escenario. Ellos utilizaron una CCM de cátodo aireado de cuatro cámaras que fueron divididas mediante deflectores, donde el volumen total fue de 4.8 L, y tuvieron una conexión eléctrica en paralelo. Con respecto a sus resultados, concluyeron que el volumen grande que manejaron no permitió un transporte adecuado de electrones entre la biopelícula y la superficie anódica, que dichas cargas tuvieron que recorrer una larga distancia para llegar al

ánodo, y que tuvieron bacterias no electroactivas, por lo que obtuvieron una EC de 0.06% al emplear una carga de 2 gO₂/Ld.

4.3.2 *Remoción de materia orgánica en las CCM*

Como ya se mencionó, cada 6 días se preparó vinaza diluida nueva en garrafas y estas proporcionaron el anolito a las CCM. Antes de realizar el siguiente cambio, se llevó a cabo la caracterización de las entradas y salidas para obtener las remociones de DQO, carbohidratos, proteínas y SSV. En total fueron siete nuevas preparaciones, de manera que cada una alcanzó para 6 días. Los valores de los parámetros antes mencionados fueron determinados de las garrafas, las entradas, y salidas de todas las CCM, se presentan en el punto 3 del Anexo 1. Con base en estos valores se obtuvieron las remociones de DQO, carbohidratos, proteínas y SSV para cada celda. Se promediaron los parámetros para cada CCM y se aplicaron pruebas estadísticas de similitud que indicaron que no hubo diferencias estadísticamente significativas entre las remociones obtenidas en las CCM y sus réplicas, por lo cual se calcularon los promedios de las remociones para cada par de celdas con igual número de compartimentos (punto 3 del Anexo 2). En la Tabla 4.5 se presentó un resumen de las remociones promedio calculadas en las CCM.

Las remociones promedio de DQO, proteínas y SSV en las CCM 1 fueron ligeramente mayores comparadas con las determinadas en el resto de las celdas. No obstante, las remociones promedio de todos los parámetros fueron muy similares en las celdas con diferentes números de compartimentos. Así que, de acuerdo con el análisis estadístico hecho, puntos 4-7 del Anexo 2, no hubo una diferencia estadísticamente significativa de las remociones de DQO, proteínas, carbohidratos y SSV entre las celdas de 1, 3, 5 y 7 compartimentos. Esto indicó que las bacterias se comportaron de forma similar en todas las celdas, puesto que oxidaron el sustrato y emplearon los electrones para procesos metabólicos como la fermentación, aun cuando se tuvieron diferente número de biopelículas en cada CCM.

Tabla 4.5. Remociones promedio de DQO, proteínas, carbohidratos y SSV de los 41 días de operación en circuito cerrado.

Celda	Remoción de DQO (%)	Remoción de proteínas (%)	Remoción de carbohidratos (%)	Remoción de SSV (%)
CCM 1	35.76±13.5	32.61±17.5	78.08±2.9	24.50±23.4
CCM 3	30.45±8.8	29.33±21.1	81.93±3.4	20.18±23
CCM 5	28.03±6.0	29.27±16.8	80.61±5.9	18.68±29
CCM 7	27.68±9.6	23.65±19	78.32±2.3	15.88±16

Aunque las CCM 5 y 7 no tuvieron una diferencia significativa entre sus valores de remoción de materia orgánica y de producción de voltaje, esta última produjo durante 8 días, segundo ciclo, un diferencial de potencial estable mayor (0.691-0.718 V) a la otra (0.598-0.635 V) por el mismo periodo de tiempo. Esto sucedió de los días 16 al 23 de operación, Figura 4.6 y 4.7.

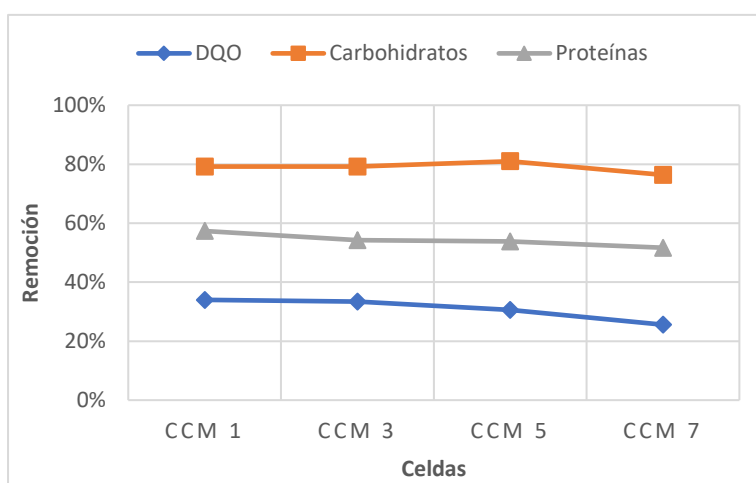


Figura 4.6. Estudio de remoción de materia orgánica de los días 12 al 17 de operación.

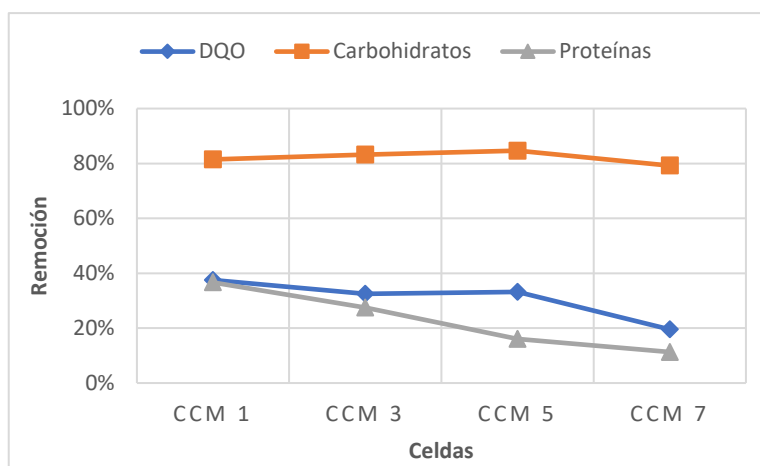


Figura 4.7. Estudio de remoción de materia orgánica de los días 18 al 23 de operación.

En las figuras anteriores se pudo observar que las CCM 5 y 7 mantuvieron una remoción constante de carbohidratos de 76% y 79%, y 81% y 85%, respectivamente, los cuales fueron valores elevados ya que las vinazas tuvieron un alto contenido de azúcares que aprovecharon las bacterias como fuente de carbono. La remoción de DQO también fue estable, siendo 26% y 20% en CCM 7, y 31% y 33% en CCM 5. A diferencia de estos parámetros, en las proteínas sí hubo variación ya que los valores disminuyeron de la semana de estudio de los días 12 al 17 a la semana de los días 18 al 23 de operación, Figuras 4.6 y 4.7, respectivamente. En la primera la remoción fue de 52% y 54% en las CCM 7 y 5 de manera respectiva, mientras que en la segunda y en el mismo orden, los valores fueron 11% y 16%. Esto pudo suceder debido a una acumulación de proteínas ya que se excedió la tasa de consumo de las bacterias, inclusive, fue posible que esto contribuyó a la disminución de la competitividad microbiana porque al no ser consumidas, probablemente hubo un decremento en el desarrollo de más bacterias ya que su metabolismo se vio afectado. Sin embargo, el comportamiento de los parámetros mencionados también fue igual para las CCM 1 y 3, solo que estas no tuvieron un periodo de estabilidad. La razón de esto fue que posiblemente hubo una mayor actividad de los electrogénicos que se mantuvo por dicho periodo ya que se pudo hacer una mejor distribución por la mezcla del sustrato oxidado en cada cámara y mejoró el contacto entre la biopelícula y este mismo por efecto de los deflectores empleados ya que fueron cuatro y seis. Además, la materia orgánica al fluir de un compartimento al otro

fue degradándose, pero se llegó a un límite ya que las remociones de DQO y proteínas descendieron, por lo que la oxidación del sustrato disminuyó. Tutar (2023) también presentó el efecto de los deflectores al comparar una CCM sin membrana con seis ánodos y cátodos, donde cada cámara fue dividida mediante estos, con una CCM igual donde los compartimentos no fueron separados. El autor encontró que la primera generó una mayor DP que osciló entre 185.2 y 232.5 mW/m² ya que el sustrato se distribuyó de manera uniforme en cada cámara.

Por el contrario, un aspecto que compartieron todas las CCM fue que el día 16 de operación sus voltajes incrementaron muy rápido, lo cual se pudo deber al cambio de catolito ya que se hizo un día y medio antes. Se observó que cada vez que se cambió el catolito, el voltaje incrementó al día siguiente, pero al segundo día alcanzó valores más altos. Cada vez que se consumió el persulfato, no hubo un aceptor de electrones por lo que la corriente eléctrica disminuyó, de tal forma que fue necesario cambiarlo cada cierto periodo de tiempo, el cual fue entre 10 y 15 días, para incrementar el voltaje producido.

Cabe mencionar que en la semana del día 29 de operación, la CCM 7 presentó el voltaje máximo de 0.73 V, pero la remoción de DQO no fue la más alta ya que fue de 24%, el cual fue el segundo valor más alto porque las CCM 1 presentaron una remoción del 26%, véase la Figura 4.8. Aunque el voltaje fue el mayor para la celda de siete cámaras, esta no aprovechó los electrones para la producción de voltaje, si no para otros procesos metabólicos como la fermentación, lo cual se vio reflejado en su EC de $0.13 \pm 0.05\%$, y al tener más biopelículas, estas contribuyeron al aumento del voltaje en comparación con la celda de una cámara. Esta última tuvo una mayor remoción de DQO y EC ($0.23 \pm 0.07\%$), de modo que los electrones se transfirieron al ánodo conforme se oxidó el sustrato. Asensio *et al.* (2017) vieron que al ir aumentando el número de cámaras, el voltaje obtenido fue mayor dado que la superficie anódica fue más grande. Ellos compararon una CCM de doble cámara de 1 compartimento con otras dos de 5 y 10 compartimentos, y encontraron que en circuito abierto generaron 500, 1,800 y 2,500 mV, respectivamente.

En la Figura 4.8, se observó que los carbohidratos se removieron en gran magnitud, donde la CCM 7 presentó una remoción del 80%, pero fue menor a la de las CCM 3,

y CCM 5. Esto se debió a que los azúcares al ser el principal alimento consumido por los microorganismos para su desarrollo, las vinazas como estuvieron compuestas en su mayoría por estas macromoléculas, su consumo fue alto. En cuanto a las proteínas, de igual forma, la remoción de la CCM 7 no fue la mayor, la cual fue de 38%. Por esto y lo anterior, dado que se empleó un catolito químico como aceptor de electrones, este fue un gran influyente para la generación de voltaje. La razón de esto es que el catolito debió ser cambiado entre cada 10 y 15 días (máximo) ya que se consumía, y con ello, disminuía el voltaje. Así que, el máximo voltaje alcanzado se pudo deber al cambio de catolito ya que se cambió un día y medio antes.

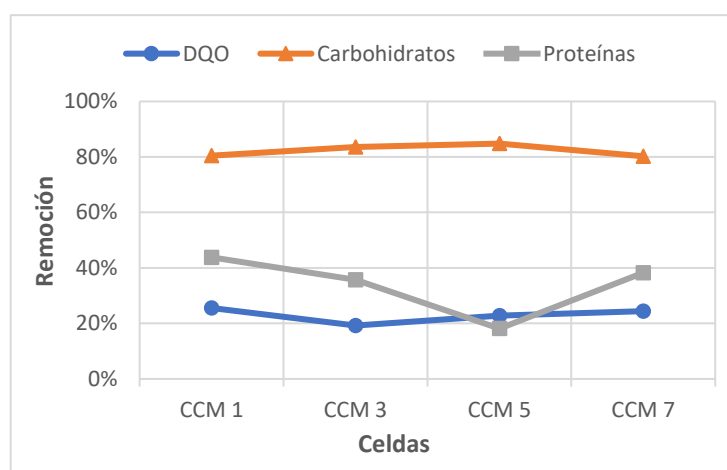


Figura 4.8. Remoción de DQO, carbohidratos y proteínas de los días de operación 24 al 29.

Del día 32 de operación en adelante, la CCM 7 ya no produjo la mayor cantidad de voltaje. Las CCM 5 comenzaron a producir un voltaje mayor que en la CCM 7, pero disminuyó al igual que en las demás CCM, excepto en las CCM 1. Para estas celdas, el decremento del voltaje se debió al agotamiento del $K_2S_2O_8$, ya que en el día 34 se cambió este y con ello incrementó el potencial en el transcurso del día. Sin embargo, para el resto de las celdas, no se pudo deber al catolito porque este tuvo entre 5 y 6 días que se cambió, por lo que dependió de los parámetros fisicoquímicos obtenidos. Los SSV de las celdas de 1, 7 y 5 compartimentos mostraron un aumento en su generación del 5%, 25% y 58%, respectivamente, puesto que solo en la de 3 compartimentos se logró la remoción del 5%. Esto demostró que pudo ocurrir una acumulación de sustancias extracelulares, y/o el desarrollo de más

microorganismos, pero no de tipo electrogénicos, los cuales realizaron la remoción de DQO, incluyendo carbohidratos y proteínas.

En la Tabla 4.5, se pudo observar que la CCM 7 fue la que presentó el voltaje promedio más alto durante los 41 días de operación del sistema de experimentación: 0.540 ± 0.154 V. Asimismo, dicha celda presentó la densidad de potencia con el mayor valor de 31.79 mW/m^2 . Por lo anterior, se infirió que este tuviera la mayor remoción de DQO ya que es la CCM que tuvo la mayor cantidad de electrodos. Al contener siete ánodos, hubo una mayor cantidad de biopelículas, por lo que la remoción de DQO pudo ser la más alta, lo cual no fue así. También, dicha celda obtuvo la eficiencia coulombica, EC, más baja, la cual fue de 0.13%. Sin embargo, se compararon las EC de todas las celdas y se encontró que solo las de 1 y 7 compartimientos tuvieron una diferencia significativa sobre este parámetro, puesto que entre las CCM de 1, 3 y 5 compartimientos no hubo diferencia significativa, y esto mismo sucedió con las celdas de 3, 5 y 7 compartimientos, consultar el punto 10 del Anexo 2. Así que, aunque la CCM 7 obtuvo el valor más pequeño, no difirió estadísticamente de las otras celdas mencionadas.

La diferencia significativa de EC entre las CCM 1 y 7 demostró que en la primera hubo un mayor aprovechamiento de los electrones liberados por la biopelícula para la generación de voltaje que en la segunda ya que los valores fueron de $0.23 \pm 0.07\%$ y $0.13 \pm 0.05\%$, respectivamente. Esto pudo ser causado por el número de cámaras, puesto que al haber más, se tuvo un mayor volumen de materia orgánica que pudo quedar fija, suspendida y/o sedimentada por lo que la actividad microbiana aumentó, y con ello la competitividad; entonces, pudo haber una menor cantidad de bacterias electrogénicas, una acumulación de sustancias poliméricas extracelulares y/o los electrones liberados fueron utilizados por las bacterias para su metabolismo. Aunque las remociones medidas de la materia orgánica no presentaron diferencias significativas entre todas las CCM, las celdas de 1 compartimento tuvieron la mayor remoción de DQO, $35.76 \pm 13.5\%$, mientras que la de 7 compartimientos tuvo el menor valor, $27.68 \pm 9.6\%$, lo cual sugirió que una posible relación directamente proporcional entre la DQO removida y la EC. Asimismo, el flujo de entrada (L/s) es un factor

influyente en esta eficiencia, por lo que el empleado para la experimentación pudo no ser el adecuado para que los exoelectrogénicos aprovecharan el sustrato.

Las CCM 5 tuvieron un voltaje promedio de 0.515 ± 0.114 V, ligeramente menor del obtenido en la CCM 7 de 0.540 ± 0.154 V y la segunda DP más alta, la cual fue de 28.99 ± 11.98 mW/m², no obstante, como no hubo una diferencia significativa entre estas celdas en cuanto al voltaje generado, sus valores fueron iguales estadísticamente. Esto mismo aplicó para EC, siendo $0.17 \pm 0.05\%$ para la CCM 5. Las remociones promedio de DQO, proteínas, carbohidratos y SSV fueron de $28.03 \pm 6.0\%$, $29.27 \pm 16.8\%$, $80.61 \pm 5.9\%$ y $18.68 \pm 29\%$, respectivamente; estas cifras fueron ligeramente mayores a las calculadas en la CCM 7 que, en el mismo orden, fueron de $27.68 \pm 9.6\%$, $23.65 \pm 19\%$, $78.32 \pm 2.3\%$ y $15.88 \pm 16\%$. Sin embargo, estos parámetros no fueron diferentes de manera significativa, tanto los pertenecientes a la remoción de materia orgánica como a la EC. De igual forma, con las CCM 3 se obtuvieron valores de remoción de DQO, SSV, carbohidratos y proteínas, $30.45 \pm 8.8\%$, $20.18 \pm 23\%$, $81.93 \pm 3.4\%$ y $29.33 \pm 21.1\%$, respectivamente, que fueron ligeramente más altos que los de las celdas de 5 y 7 cámaras; no hubo una diferencia significativa entre estos. La EC tampoco difirió estadísticamente de manera significativa entre estas tres celdas, para la celda de 3 cámaras fue de $0.20 \pm 0.09\%$. No obstante, se pudo observar que las CCM 5 al tener una remoción de DQO mayor a la celda de 7 compartimentos, al igual que la remoción de las CCM 3 con respecto a la de 5 cámaras, sugirió un mayor aprovechamiento de la materia orgánica para la generación de voltaje.

Las celdas más pequeñas, las CCM 1 y CCM 3, tuvieron una remoción de DQO del $35.76 \pm 13.5\%$ y $30.45 \pm 8.8\%$, respectivamente, y una EC de $0.23 \pm 0.07\%$ y $0.20 \pm 0.09\%$, de forma respectiva. Aun cuando tuvieron los valores más altos de dicha remoción, estos no fueron diferentes de forma significativa de las demás CCM. Asimismo, la EC de dichas celdas y de las CCM 5 no tuvieron una diferencia significativa. Al contrario de esto, donde sí hubo varias diferencias significativas fue en los voltajes producidos (punto 5 del Anexo 2) de las CCM 7 y CCM 3, 0.540 ± 0.154 y 0.377 ± 0.161 V, respectivamente, lo cual fue equivalente a 31.78 ± 16.45 y 15.47 ± 12.91 mW/m². También, hubo una diferencia significativa entre las CCM 7 y

CCM 1, 0.540 ± 0.154 y 0.164 ± 0.108 V, respectivamente, que correspondió a 31.78 ± 16.45 y 2.93 ± 4 mW/m². Estos dos resultados estadísticos aplicaron igualmente para la comparación entre las CCM 5 y CCM 3, y las CCM 1 y CCM 5. Solo entre las celdas de 5 y 7 compartimentos no hubo una diferencia significativa, la primera generó 0.515 ± 0.114 V, lo cual fue 28.89 ± 11.98 mW/m². Así que, este aumento de voltajes que sucedió en orden por la cantidad de cámaras de las celdas se pudo deber al incremento del número de biopelículas ya que se tuvieron más soportes para tener un menor desarrollo de microorganismos fuera del ánodo, para no quedaran en suspensión y no se perdieran cuando el sustrato saliera de la celda. Aunado a esto, el TRH de 1.5 d pudo contribuir en todas las CCM para mejorar el movimiento de los nutrientes para los microorganismos, es decir, que se inyectó la cantidad suficiente en el tiempo adecuado para que no hubiera faltado ni se hubiera excedido la concentración de materia orgánica requerida dentro de la celda.

4.4 Curvas de polarización

Durante la operación en circuito abierto, se realizaron curvas de polarización para encontrar el punto donde se obtuviera la densidad de potencia, el voltaje y la densidad de corriente máximos de la celda al evaluar doce resistencias externas diferentes. El presente trabajo no tuvo el objetivo de evaluar el efecto de la variación de la resistencia externa sobre el desempeño de las CCM. Sin embargo, con base en dichas curvas, se realizó un análisis electroquímico inicial de las celdas y se encontró la resistencia externa ideal, donde se alcanzó la DP máxima, de cada una. Se obtuvieron las curvas de polarización para cada celda y su respectiva réplica, teniendo sus valores, se promediaron y se graficó una curva que representó a ambos, tanto de forma completa como por cada compartimento. En la Figura 4.9 se presentaron las curvas de polarización, con valores promediados, de las CCM 1. Se pudo observar que estas celdas presentaron los valores máximos de densidad de corriente y de potencia con la resistencia de 820 Ohms, estos fueron 39.16 mA/m² y 11.54 mW/m², respectivamente. Con la resistencia siguiente de 1k Ohm, siendo la que se utilizó para la operación de todas las celdas, se obtuvieron 27.24 mA/m² y 6.81 mW/m². Este último valor se

alejó casi el doble del anterior ya que hubo una diferencia de 4.73 mW/m^2 , así que, la magnitud de esta resistencia pudo ser suficiente para disminuir la transferencia de electrones de las bacterias electroactivas hacia la superficie anódica ya que se encontró dentro de la zona de pérdidas por activación.

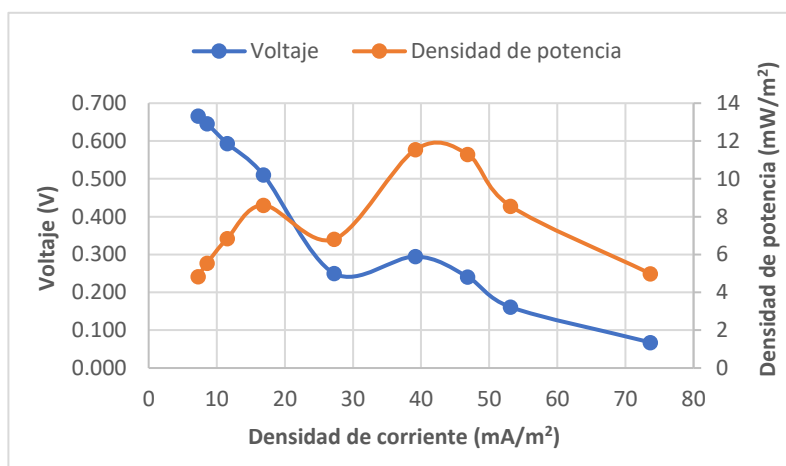


Figura 4.9. Curvas de polarización de las celdas de 1 compartimento.

En la Figura 4.10 se presentan las curvas de polarización de la CCM 7. La numeración y las descripciones de las cámaras se presentaron en la Tabla 4.6. En dicha celda con una resistencia de $1 \text{ k}\Omega$ se obtuvo una DP máxima de 0.357 mW/m^2 con una densidad de corriente de 6.24 mA/m^2 , Fig. 4.10. También, el voltaje mayor que generó fue de 0.076 V . Estos fueron los valores más bajos de todas las celdas, lo cual demostró que a la CCM 7 se le dificultó adaptarse a la resistencia externa, puesto que la celda al contener siete electrodos, siete biopelículas debieron adaptarse a $1 \text{ k}\Omega$ para generar un valor estable. En la cámara 1, C1, las densidades de potencia registradas fueron bajas con valores menores o iguales a 0.052 mW/m^2 ; inclusive, no se obtuvo una curva de polarización definida. Por el contrario, en la C3, cámara 3, se produjo la densidad de potencia más alta entre todas las cámaras, la cual fue 0.163 mW/m^2 , Fig. 4.10a. El último compartimento, C7, generó 0.156 mW/m^2 , la segunda DP de mayor valor, y tuvo una diferencia de 0.007 mW/m^2 con respecto a C3. Esto indicó que en la biopelícula de la C3 hubo un mayor desarrollo de microorganismos electroactivos. No obstante, la C7 también tuvo una diversidad microbiana donde la mayoría fue de este tipo.

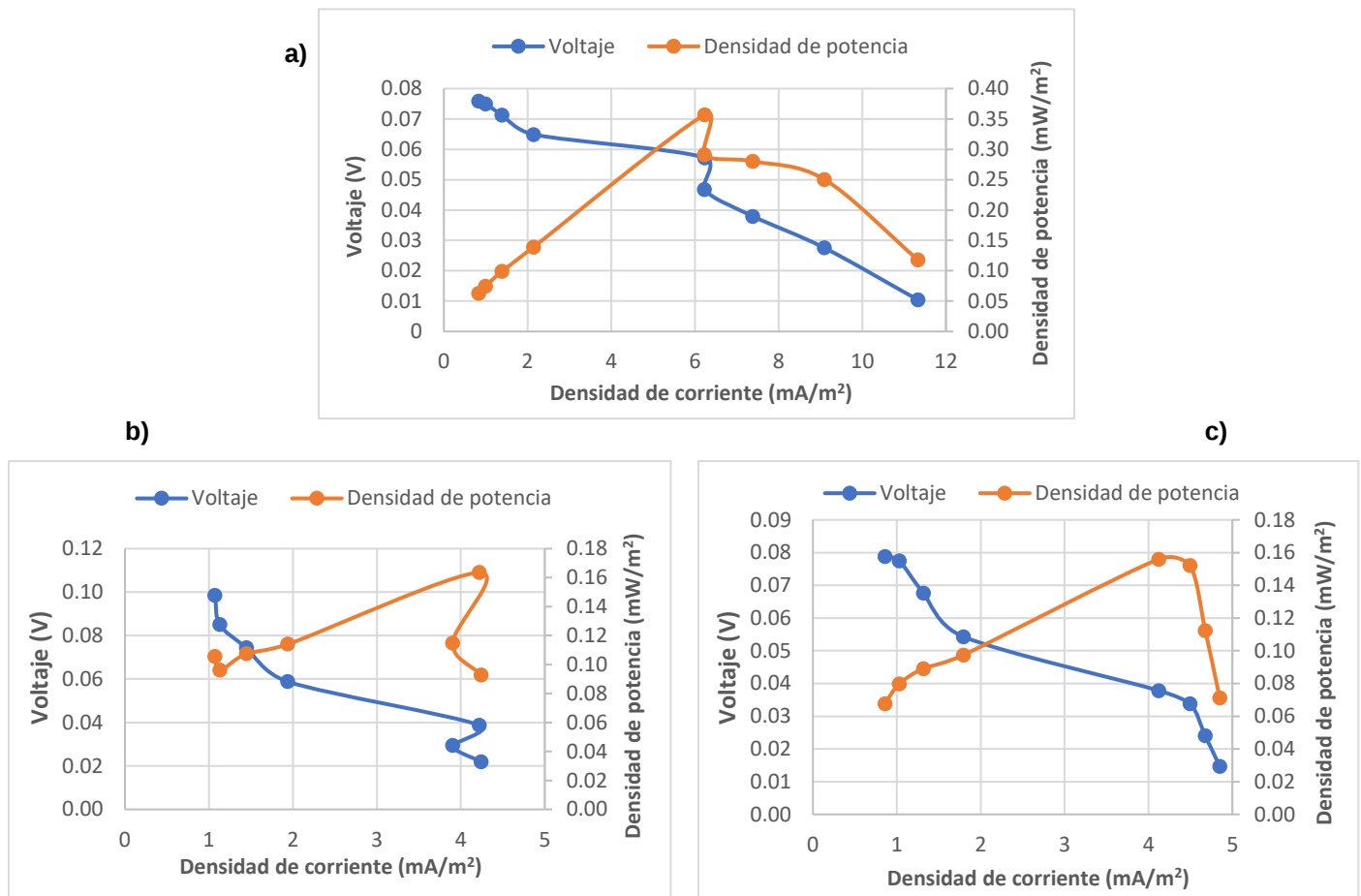


Figura 4.10. Curvas de polarización de celdas de 7 compartimentos: a) Celda completa; b) Cámara 3; c) Cámara 7, final.

Tabla 4.6. Nomenclatura de las cámaras de las CCM.

No. De cámara o compartimento	Descripción
C1	➤ Primera cámara. ➤ Entrada del sustrato. ➤ <i>Las CCM 1 tuvieron una cámara: el sustrato entró y salió de esta.</i>
C2	Segunda cámara, y se encuentra después de C1.
C3	➤ Tercera cámara, y se encuentra después de C2. ➤ <i>Las CCM 3 tuvieron tres cámaras.</i> ➤ Última cámara de las CCM 3 → Salida del sustrato.
C4	Cuarta cámara, y se encuentra después de C3.
C5	➤ Quinta cámara, y se encuentra después de C4. ➤ <i>Las CCM 5 tuvieron cinco cámaras.</i> ➤ Última cámara de las CCM 5 → Salida del sustrato.
C6	Sexta cámara, y se encuentra después de C5.
C7	➤ Séptima cámara, y se encuentra después de C6. ➤ <i>La CCM 7 tuvo siete cámaras.</i> ➤ Última cámara de la CCM 7 → Salida del sustrato.

En la Figura 4.11. se presentaron las curvas de polarización de las CCM 3. Se pudo observar que se alcanzó la mayor densidad de potencia con la resistencia de $330\ \Omega$, la cual fue de $8.57\ \text{mW/m}^2$ y con una densidad de corriente de $53.20\ \text{mA/m}^2$, Fig. 4.11a. Asimismo, el voltaje más alto fue $0.449\ \text{V}$. Sin embargo, al operar en circuito cerrado con una resistencia de $1\text{k}\ \Omega$, las CCM 3 generaron el tercer voltaje más alto, por lo que utilizar una carga de $330\ \Omega$ pudo haber afectado el desempeño de las celdas. En las cámaras 1 y 3, último compartimento, se obtuvieron $9.70\ \text{mW/m}^2$ y $56.58\ \text{mA/m}^2$, y $13.46\ \text{mW/m}^2$ y $42.29\ \text{mA/m}^2$, respectivamente. Esto demostró que la biopelícula del final presentó una mayor actividad microbiana electrogénica, lo cual no sucedió con la CCM 7.

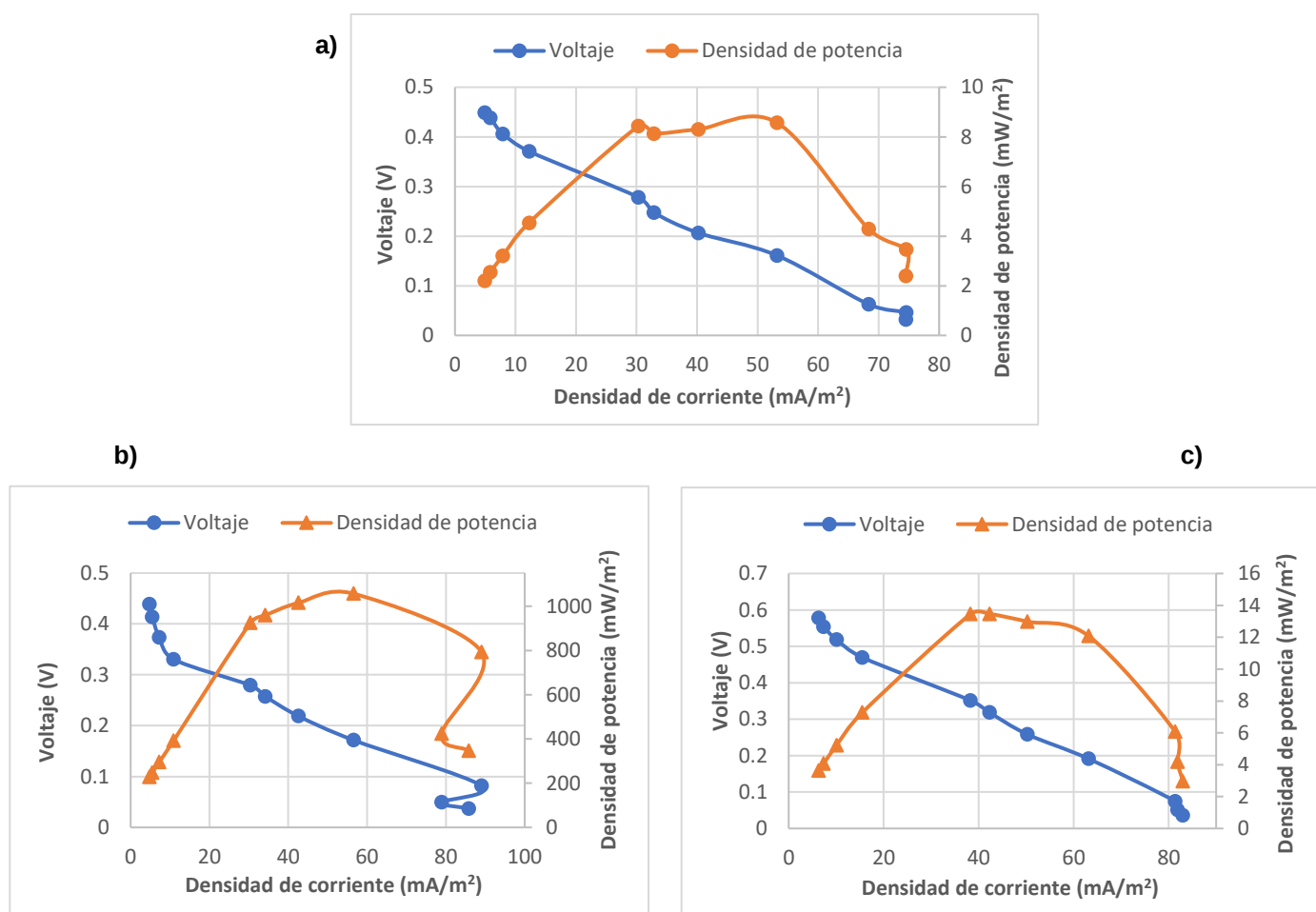


Figura 4.11. Curvas de polarización de las celdas de 3 compartimentos: a) Celda completa; b) Cámara 1; c) Cámara 3, final.

En la Figura 4.12 se presentaron las curvas de polarización de las CCM 5. El punto de la densidad de potencia máxima fue 3.54 mW/m^2 con una densidad de corriente de 34.20 mA/m^2 . Este punto se alcanzó con una resistencia de 330Ω . El voltaje de mayor valor obtenido fue 0.203 V . Al operar en circuito cerrado, se empleó una distinta, la cual fue de $1 \text{ k} \Omega$, por lo que este factor pudo afectar el desempeño eléctrico de dichas celdas porque generaron un voltaje, 0.515 V , menor al de CCM 7, 0.540 V , durante los 41 días de operación en circuito cerrado. Aunque, no hubo diferencia significativa entre estas celdas, punto 3 del Anexo 2. En cuanto a las cámaras, la primera, C1, produjo 0.47 mW/m^2 y 9.58 mA/m^2 , los cuales fueron valores mayores a los obtenidos del último compartimento, C5: 0.28 mW/m^2 y 6.09 mA/m^2 , Fig. 4.12c. Así que, la biopelícula con un mayor número de microorganismos electrogénicos fue la de C1.

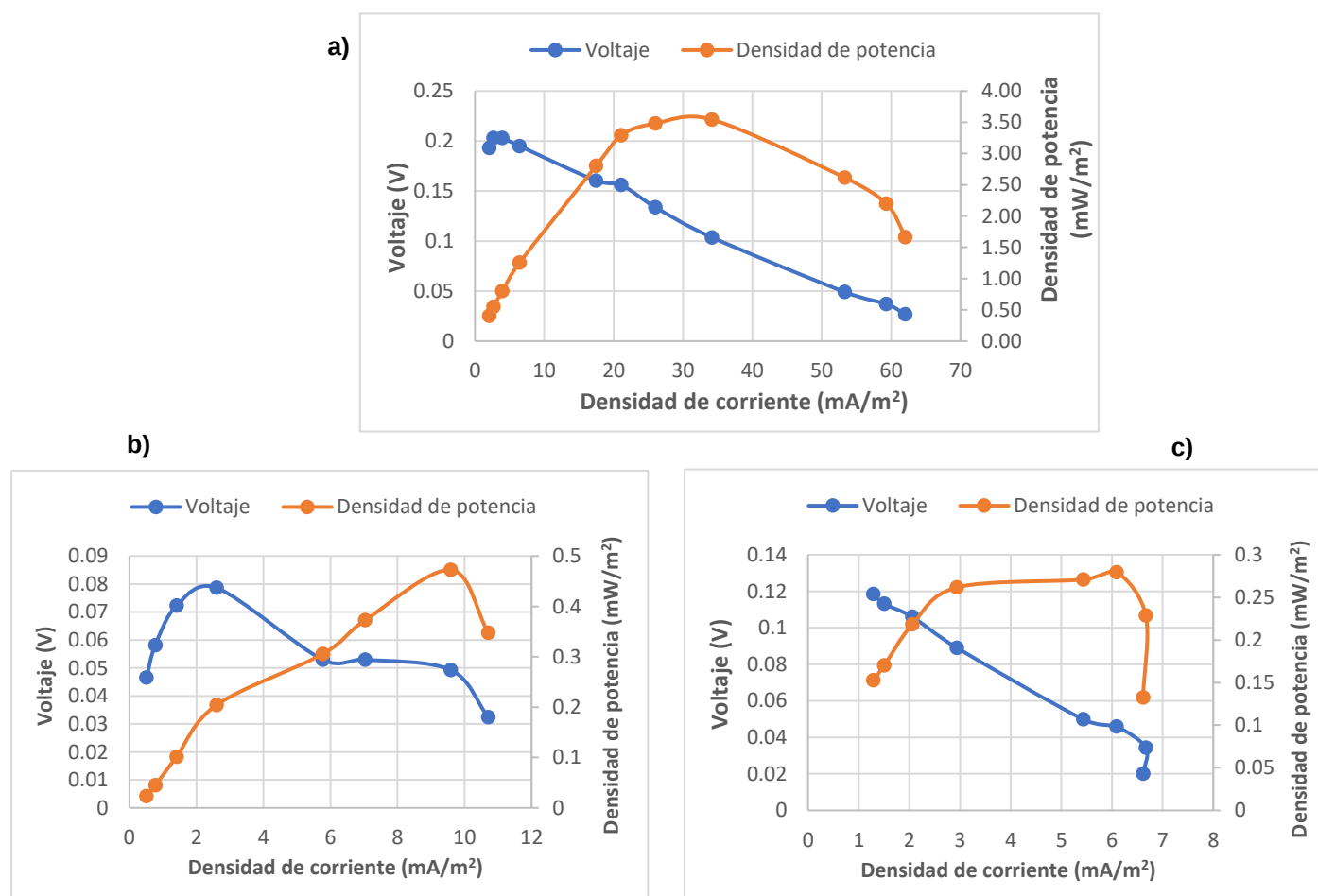


Figura 4.12. Curvas de polarización de las celdas de 5 compartimentos: a) Celda completa; b) Cámara 1; c) Cámara 5, final.

4.5 Potencial a circuito abierto

Se realizó una comparación del potencial a circuito abierto (OCP, por sus siglas en inglés) entre el inicio de la operación, antes de cerrar el circuito, y cuando se desarrolló la biopelícula que trabajó con una carga resistiva de $1k\ \Omega$, final de la operación. Después de que se aclimataron los microorganismos, en circuito abierto, en el día 22 de operación se obtuvo el OCP inicial, mientras que el OCP final fue en el día 87, 65 días pasaron. Con base en esta prueba electroquímica, se pudo analizar el desarrollo de la actividad microbiana electroactiva entre la fase inicial y final en cada CCM y sus respectivas cámaras. Se obtuvieron las curvas de OCP para cada celda y su respectiva réplica, teniendo sus valores, se promediaron y se graficó una curva que representó a ambas, tanto de forma completa como por cada compartimento. En la Figura 4.13 se presentó el OCP de las CCM 1.

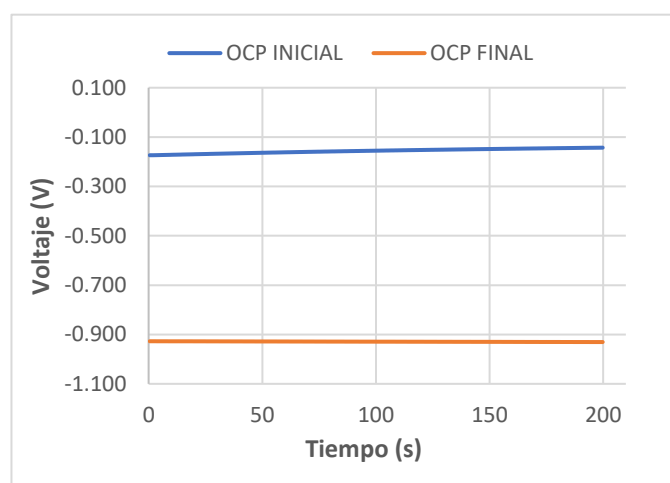


Figura 4.13. OCP de las celdas de 1 compartimento al principio y final de la experimentación.

Al realizar la prueba de OCP inicial, día 22, la biopelícula no estuvo completamente desarrollada ya que generó un potencial promedio de -0.156 V , pero en el día 87 fue de -0.929 V , lo cual indicó que los microorganismos lograron aclimatarsen y generaron un voltaje estable durante la operación en circuito cerrado, Fig. 4.13. También, las biopelículas de las CCM 1, se aclimataron más rápido que las desarrolladas en la CCM 7, ya que el voltaje promedio inicial fue de 0.038 V , todavía no se alcanzó un potencial negativo que indicó la oxidación del sustrato, Fig. 4.13. Esto se pudo deber a que en las CCM 1 se degradó una mayor cantidad de materia orgánica e inorgánica

en una sola cámara, lo que aceleró la electrogénesis microbiana, puesto que en la CCM 7 la remoción de DQO se dividió en siete cámaras ya que conforme el sustrato pasaba a la siguiente, el valor de este parámetro fisicoquímico disminuía. Jain *et al.* (2021) trabajaron con seis celdas apiladas conectadas eléctricamente en paralelo y con un flujo continuo dependiente, anolito y catolito compartido, e independiente, el sustrato se introdujo en cada celda por separado, y fue agua residual doméstica. Se obtuvo que el segundo flujo generó un potencial mayor de 0.47 mW ya que cada celda recibió individualmente una DQO entre 650 y 800 mg/L, mientras que el primero generó un potencial 3.6 veces menor, siendo 0.13 mW, ya que el valor de la DQO se volvió más pequeño conforme el sustrato fluyó de una cámara a otra.

En la Figura 4.14 se presentó el OCP de la CCM 7. En el día 87 de operación, OCP final, de la celda de 7 compartimentos, se obtuvo que el OCP llegó a -0.920 V, lo cual indicó que la biopelícula se desarrolló en el electrodo y que hubo un incremento en la actividad microbiana electroactiva, Figura 4.14a. Dicho valor fue similar al de las celdas de 1 compartimento, -0.929 V. En relación con las cámaras, C1, la primera, demostró que los microorganismos electrogénicos crecieron con mayor rapidez que en las otras dos presentadas C4 y C7, la última, ya que presentaron voltajes iniciales, de -0.012, 0.072 y 0.031 V, respectivamente. Inclusive, C1 generó un valor mayor que el obtenido de la OCP de la CCM apilada. Al final de la experimentación, se registró que C4 generó el diferencial de potencial más alto de las tres cámaras presentadas, siendo -1.02 V, mientras que C1 y C7 generaron -0.818 y -0.957 V de forma respectiva, Figura 4.14 b y c. No obstante, esto demostró que hubo un aumento de los electrogénicos en todos los compartimentos, y que al trabajar con una conexión eléctrica en paralelo el voltaje de cada uno de estos fue similar al de celda completa, todas las cámaras en conjunto, ya que no hubo una diferencia mayor de 0.102 V. Más adelante se presentó la taxonomía de los microorganismos identificados mediante el gen 16S rRNA de las cámaras 1, 3, 5 y 7.

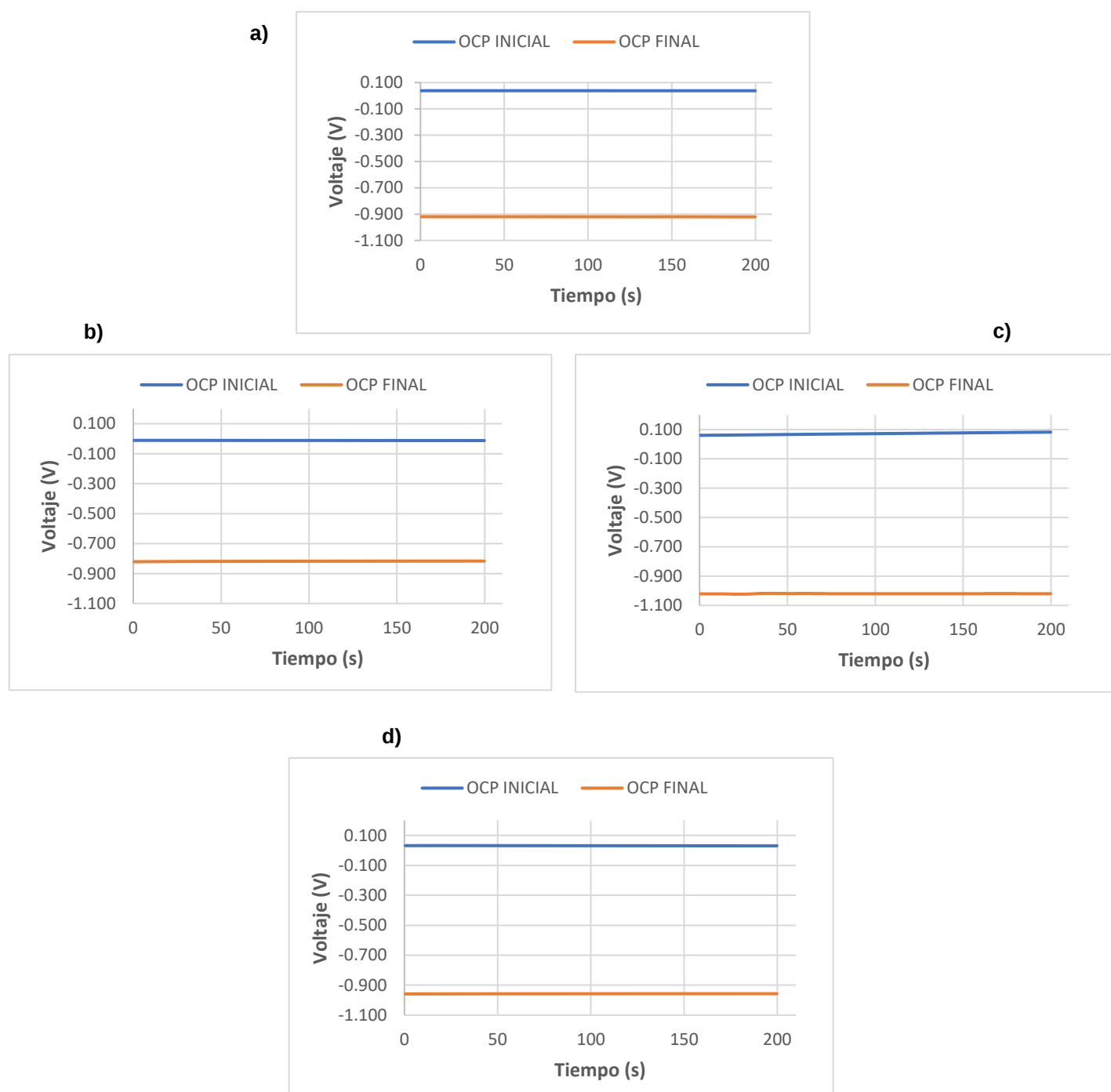


Figura 4.14. OCP de las celdas de 7 compartimentos: a) CCM apilada; b) Cámara 1; c) Cámara 4, d) Cámara 7, al principio y final de la experimentación.

En la Figura 4.15 se presentó el OCP de la CCM 3. Se pudo observar un desarrollo de la biopelícula más rápido que las celdas de 1 y 7 compartimentos, puesto que al inicio de la experimentación, previo al cierre del circuito, generaron -0.259 V, y en la fase final, fueron -0.806 V, esto reflejó el aumento de los microorganismos

electrogénicos en la biopelícula, Figura 4.15b. Con respecto a las cámaras, de forma individual, cada una produjo lo siguiente: en la fase inicial, C1 generó -0.247 V y C3 generó -0.335 V; al final de la experimentación, C1 y C3 produjeron -0.797 V y -0.793 V, respectivamente, Figura 4.15 b y c. Estos potenciales fueron similares a los de celda completa, lo que una vez más demostró que la conexión en paralelo funcionó adecuadamente, ya que las resistencias internas no afectaron mayormente a la configuración eléctrica, y la diferencia entre los valores de voltaje obtenidos de las cámaras y el generado por la celda completa no fue mayor de 0.076 V.

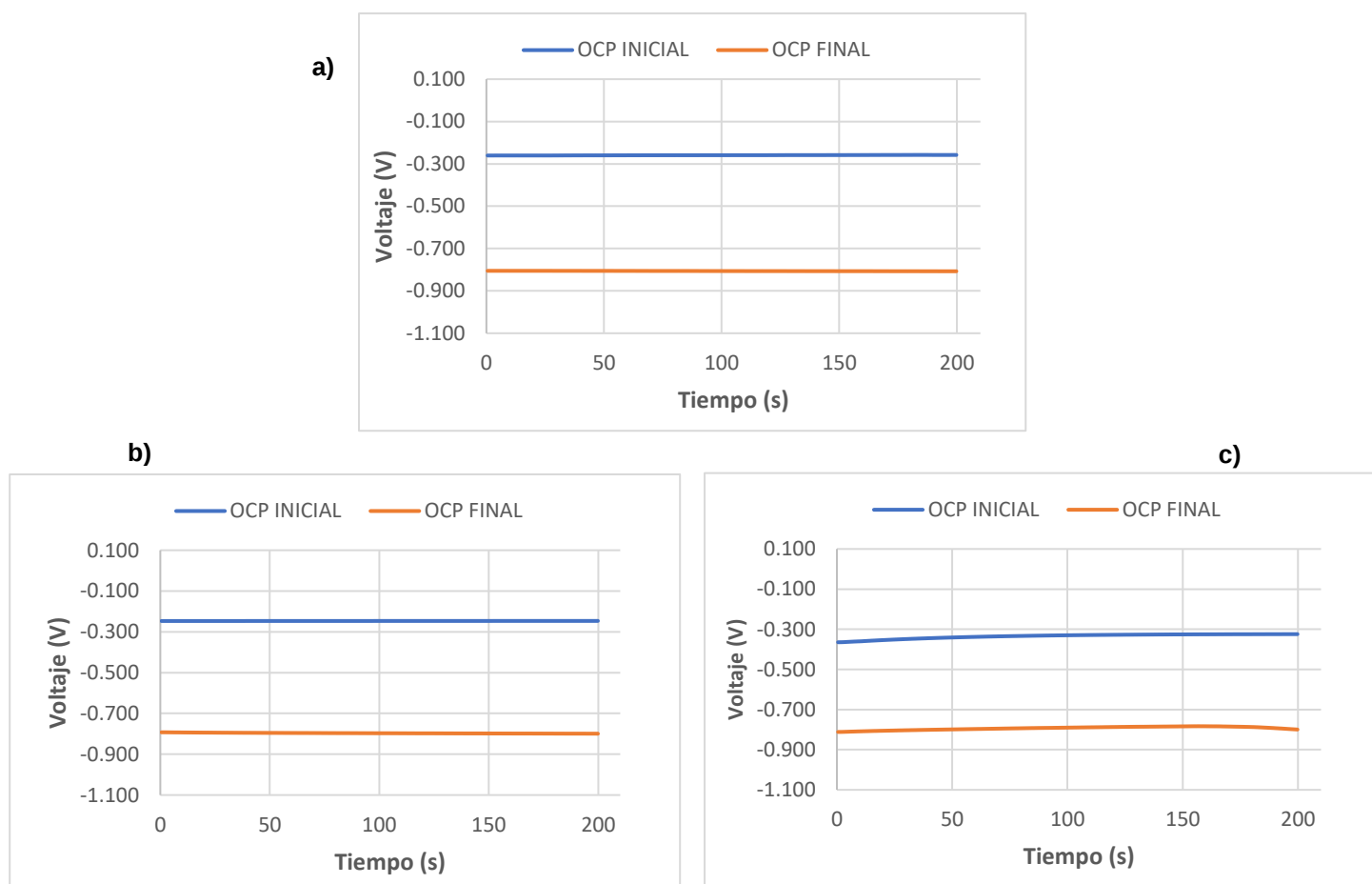


Figura 4.15. OCP de las celdas de 3 compartimentos: a) CCM apilada; b) Cámara 1; c) Cámara 3, al principio y final de la experimentación.

En la Figura 4.16 se presentó el OCP de las CCM 5. Los resultados indicaron que los microorganismos electroactivos tuvieron el desarrollo más rápido en las celdas de 5 compartimentos ya que el OCP inicial fue de -0.753 V, Figura 4.16a. Sin

embargo, el OCP final registrado fue de -0.833 V, de modo que la biopelícula ya no tuvo un mayor crecimiento. Esto mismo sucedió en las cámaras de las CCM 5: C1 generó -0.806 V y C5 produjo -0.732 V previo al cierre del circuito, lo cual demostró que hubo una actividad electrogénica mayor en la cámara 1 ya que fue más rápido su avance; pero, en la última semana de experimentación se obtuvieron valores que no fueron distantes de los primeros, excepto por la C5 que generó -0.985 V, Figura 4.16 b y c. La C1 produjo -0.863 V, posiblemente ya no hubo un desarrollo por parte de las bacterias electrogénicas, Figura 4.16b. Por el contrario, en la C5, el último compartimento, se alcanzó el valor más alto de OCP final de las CCM 5, y este superó al de la CCM apilada, lo cual indicó que hubo una mayor presencia de dichas bacterias. Aun así, el potencial de las cámaras no se alejó por más de 0.051 V de los valores producidos por la CCM apilada, a excepción de la C5, por lo que se volvió a confirmar el funcionamiento correcto de la conexión eléctrica realizada en paralelo ya que no se vio alterada por las resistencias internas.

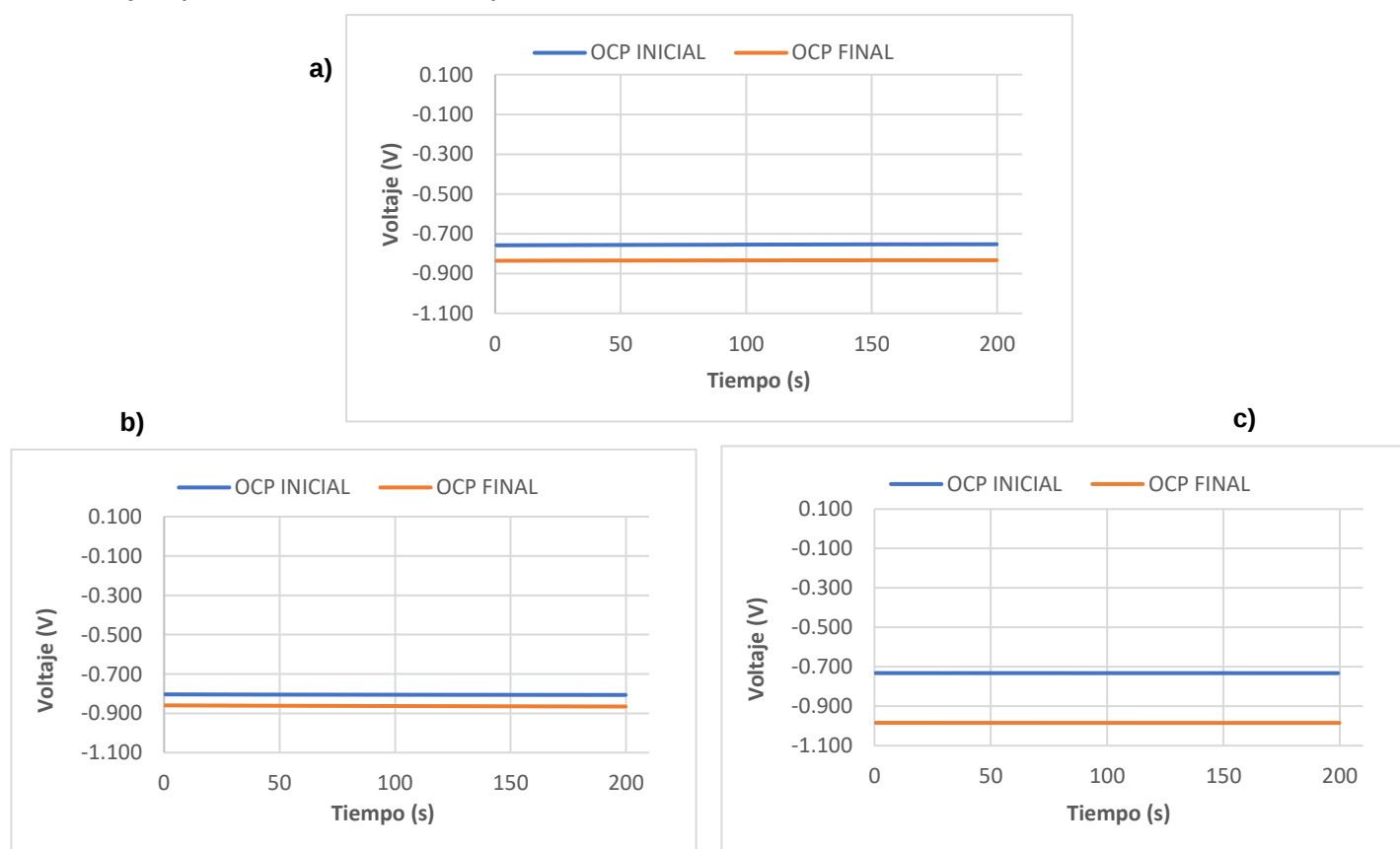


Figura 4.16. OCP de las celdas de 5 compartimentos: a) CCM apilada; b) Cámara 1; c) Cámara 5, al principio y final de la experimentación.

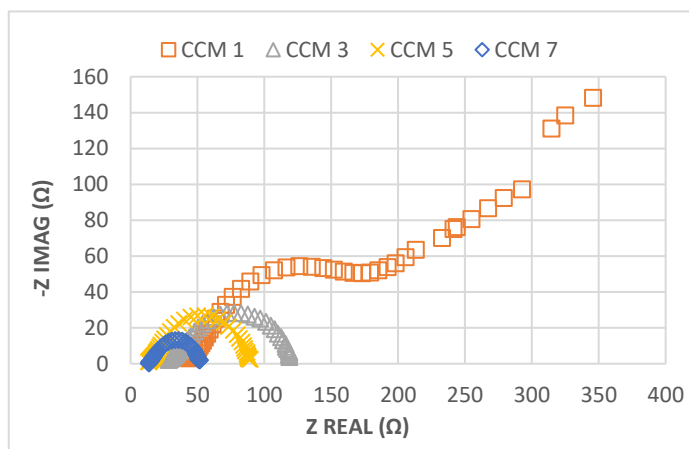
4.6 Espectroscopia de impedancia electroquímica

Las resistencias internas de las celdas se obtuvieron mediante la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS, por sus siglas en inglés) para analizar y comprender los fenómenos bioelectroquímicos presentes que afectaron el desempeño de cada uno y de sus respectivos compartimentos. Por lo tanto, con base en los resultados se hizo un análisis cuantitativo y cualitativo, el cual incluyó la resistencia óhmica, R_{Ω} , de transferencia de carga, R_{tc} , y de transferencia de masa, también denominada resistencia de difusión o Warburg, R_m . Se obtuvo la EIS inicial y final, es decir, la primera consistió en registrar la carga resistiva interna antes del cierre del circuito, y la segunda en obtener esta en la última semana de operación de las celdas. Las EIS se presentaron en la Figura 4.17. El valor de la EIS inicial se reportó el día 16 de la experimentación, mientras que en el día 87 se registró la EIS final, 71 días transcurrieron. Se obtuvo las EIS para cada celda y su respectiva réplica, con sus valores, se promediaron y se graficó una curva que representó a ambos, tanto de forma completa como por cada compartimento.

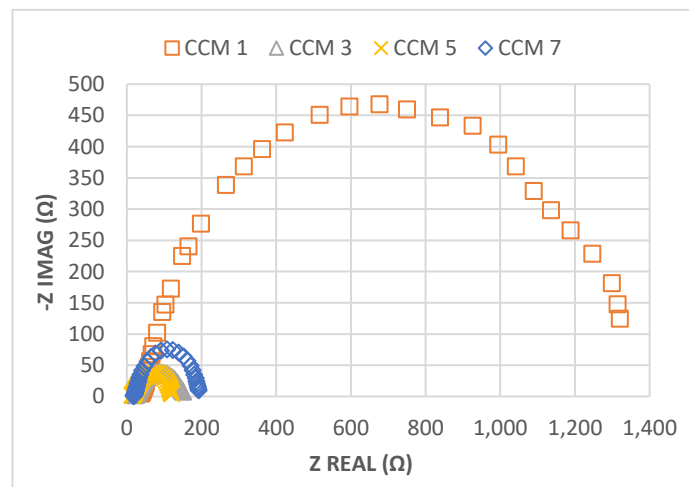
Las resistencias internas de mayor valor registradas fueron en las CCM 1, donde R_{Ω} y R_{tc} fueron de 44 y 129 Ω , respectivamente, para la EIS inicial. Las únicas celdas que presentaron una resistencia de transferencia de masa fueron las CCM 1, así que, hubo una relación entre estas resistencias ya que al dificultarse el transporte de especies redox del electrolito hacia la superficie anódica, algunos electrones (carga) acarreados no se transfirieron y otros tuvieron un flujo lento hacia ella. Asimismo, la difusión de dichas especies hacia el ánodo se vio obstaculizada posiblemente por la competitividad alta entre los microorganismos fijos en la biopelícula y los suspendidos en la cámara anódica ya que las vinazas poseyeron una gran concentración de materia orgánica, de la cual la mayoría es soluble.

En la Figura 4.17 I, se pudo observar que en la EIS inicial, día 16, las CCM 3 y 5 tuvieron curvas similares, pero los valores fueron distintos. En cuanto a R_{Ω} , las celdas de 3 y 5 cámaras presentaron valores de 28.40Ω y 13.41Ω de forma respectiva; en el mismo orden, para R_{tc} obtuvieron 90.20Ω y 78.89Ω . Para ambos, la resistencia de transferencia óhmica fue la de menor valor, lo cual indicó que el alambre de titanio utilizado para sostener a los electrodos y hacer las conexiones entre estos contribuyó a la mejora de transferencia de electrones ya que no experimentó corrosión como el cobre al estar en contacto directo y de manera continua con el agua. Asimismo, el dopado de los cátodos con el electrocatalizador Pt, mejoró el flujo de dicha carga negativa hacia la cámara catódica. Esto mismo sucedió con la CCM 7, puesto que tuvo una R_{tc} de 38.09Ω y R_{Ω} tuvo un valor de 13.51Ω . En primera instancia esta fue la celda con la menor resistencia interna de todos, sin embargo, esto cambió cuando se realizó la EIS final.

I.



II.



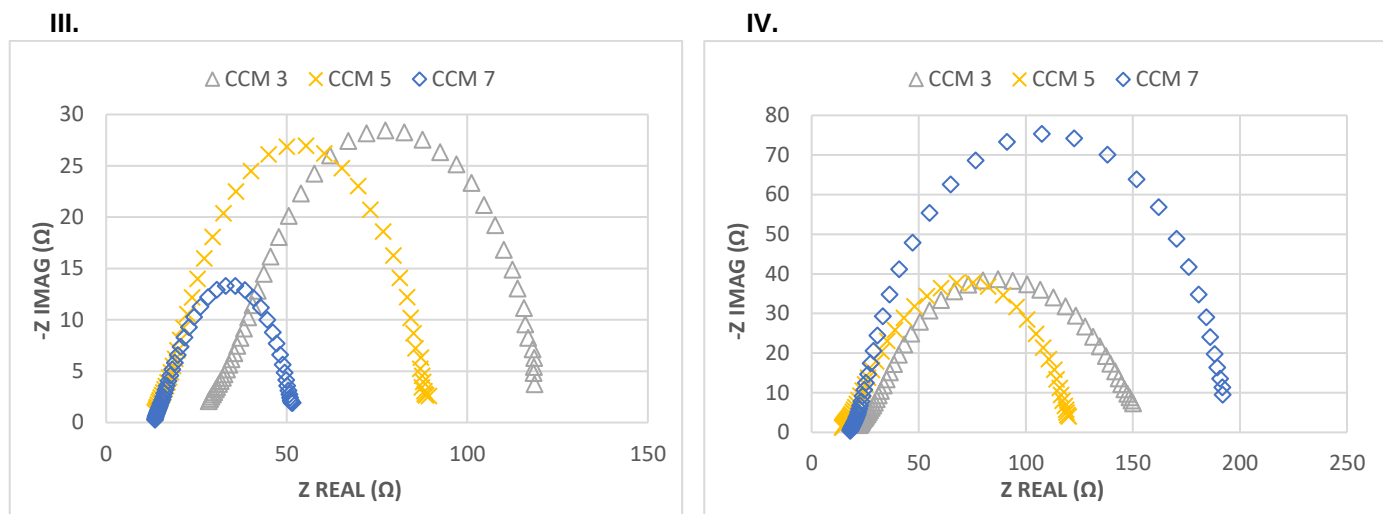


Figura 4.17. EIS de las celdas completas, al principio y final de la experimentación.

EIS inicial: I. Todas las celdas; III. Celdas de 3 a 7 cámaras.

EIS final: II. Todas las celdas; IV. Celdas de 3 a 7 cámaras.

Después de 71 días, se realizó la técnica de EIS al término de la operación de las CCM en circuito cerrado, los cuales operaron por 41 días. Se obtuvo que las resistencias de todas las celdas aumentaron, siendo la más alta la de las CCM 1, como se mencionó anteriormente. Estas tuvieron una R_{tc} y R_{Ω} de 1,283.3 Ω y 36.7 Ω , respectivamente, siendo la primera más del triple de las demás celdas, Tabla 4.7. Las CCM 1 operaron con una DQO entre 3 y 5 g/L y un TRH de 1.5 d en una cámara, por lo que solo en esta se realizó la degradación de la materia orgánica. Por el contrario, las celdas apiladas tuvieron más compartimentos de modo que el TRH se dividió entre estos y la remoción de DQO se llevó a cabo poco a poco en cada cámara, donde su concentración fue disminuyendo. Aunado a esto, las CCM 1 generaron el menor voltaje, por lo que se pudo ver reflejado con la resistencia de transferencia de carga ya que el transporte de electrones entre los microorganismos y/o especies redox de la biopelícula y la superficie anódica fue obstaculizado por la competitividad entre los electrógenos y los no electrógenos, la EC presentada por dichas celdas fue menor al 1%, lo que indicó que no se liberaron los electrones para la generación de energía.

Tabla 4.7. Resistencias internas de celda completa de cada celda.

No. De Compartimentos	EIS inicial			EIS final		
	R_{Ω}	R_{tc}	R_m	R_{Ω}	R_{tc}	R_m
1	44	129	195	36.7	1283.3	0
3	28.4	90.2	0	22.5	128	0
5	13.4	76	0	14.3	105.8	0
7	13.5	38.1	0	18	173.8	0

La resistencia de transferencia de carga que tuvieron las CCM 1 en el EIS final fue similar a la obtenida por Bampos *et al.* (2024), la cual fue de 1,420 Ω . Ellos trabajaron con una celda de tipo H de dos cámaras divididas por una MIP, donde el sustrato fue una mezcla de AGVs del efluente de un reactor anaerobio alimentado con suero de queso; el cátodo fue tela carbón y se dopó con Pt, siendo el mismo electrocatalizador que se utilizó para los cátodos de la presente investigación. Esto demostró que aunque los AGVs sean el alimento de primera calidad para obtener electrones del acetato, varias interferencias sucedieron que evitaron el paso de dichas cargas al ánodo. Los autores lo atribuyeron a la difusión del oxígeno a la cámara anódica ya que ellos airearon la cámara catódica, pero esto no aplicó para las celdas utilizadas.

Las CCM 3 presentaron una R_{tc} de 127.6 Ω y una R_{Ω} de 22.5 Ω . Las CCM 5 tuvieron una R_{tc} y R_{Ω} de 105.8 Ω y 14.3 Ω de forma respectiva. La resistencia de transferencia de carga para ambas celdas fue predominante otra vez, como pasó previo al cierre del circuito. El transporte de los electrones de la biopelícula hacia la superficie del ánodo se vio reducido ya que las especies de redox se movieron hacia otras rutas metabólicas, como la fermentación, para el crecimiento y desarrollo de otros microorganismos. Las vinazas se fermentaron conforme pasaron los días y al aumentar la temperatura fue más rápido, por lo que este proceso catabólico fue uno de los que se interpuso entre el exoelectrógeno y el ánodo. Incluso al utilizar cal para ajustar el pH del sustrato por encima de 8, cada dos días se tuvo que agregar esta para evitar llegar a un valor menor de 5.5. Esto mismo aplicó para la CCM 7, la cual presentó una resistencia interna mayor a la de las celdas de 3 y 5 compartimentos, puesto que su R_{Ω} y R_{tc} fueron 18 Ω y

173.8 Ω , respectivamente. La CCM 7 al tener el mayor número de cámaras, tuvo una cuantiosa cantidad de colonias microbianas, por lo que la competitividad fue muy alta, lo que ocasionó que un cierto número de electrones de las especies redox no pudieran llegar a la superficie anódica, y que otra porción sí pudiera. De igual forma, al haber una vasta cantidad de microorganismos, la excreción de sustancias poliméricas y la acumulación de materia muerta en el ánodo fue cuantiosa, causando la baja transferencia de electrones; también, pudo contribuir el que la vinaza tuviera compuestos recalcitrantes como los fenoles.

Vicari *et al.* (2018) obtuvieron resistencias de transferencia menores a las de todos las CCM. Ellos trabajaron con tres celdas de dos cámaras que estaban separadas por una MIP, las cuales fueron aclimatadas de tres diferentes modos, y utilizaron agua residual sintética como anolito; operaron en un flujo en continuo con un TRH de 3 días, siendo el doble del que se empleó para la presente investigación. Los autores concluyeron que no hubo una diferencia significativa entre las tres R_{tc} obtenidas, siendo de 17 Ohms en dos celdas que se aclimataron con lodo anaerobio y aerobio, y de 21 Ohms la que se inoculó con lodo aerobio mezclado con agua sintética, ya que el transporte de electrones del ánodo al cátodo fue alto. Estos valores presentados fueron menores a los registrados de las CCM 1, 3, 5 y 7, incluso la R_{tc} de las cámaras de las celdas apiladas fueron mayores a los mencionados anteriormente.

En la Figura 4.18 se presentaron las EIS de las cámaras de las CCM 3. Se observó que en C1 hubo una disminución de R_{Ω} y R_{tc} entre la EIS inicial y la final, siendo 71 días después, de los cuales los últimos 41 días correspondieron a la operación en circuito cerrado de las celdas. Primero se obtuvieron 94.2 Ω y 517.2 Ω de R_{Ω} y R_{tc} , respectivamente, mientras que los valores finales fueron menores, siendo 58.6 Ω y 479.3 Ω en el mismo orden. Esto pudo ser causado por la formación de una mayor cantidad de bacterias electroactivas, de modo que la transferencia de carga se vio mejorada, puesto que en la Figura 4.18 I se pudo observar que no se formó un medio círculo completo en el día 87. Aunque la EC de las CCM 3 fue menor del 1% y que no hubo una diferencia significativa con las CCM 1 y CCM 5 (punto 10 del Anexo 2), fue la segunda más alta de todas las

celdas, al igual que en la remoción de DQO, por lo que hubo un mayor transporte de los electrones obtenidos del sustrato oxidado hacia la superficie anódica.

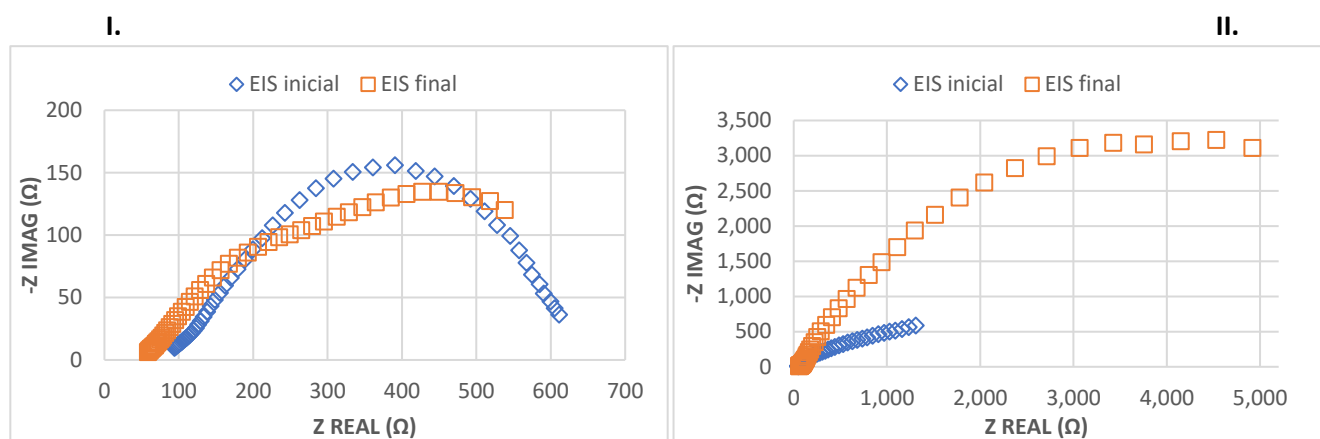


Figura 4.18. EIS de las cámaras de las celdas de 3 compartimentos: I. Cámara 1, C1; II. Cámara 3, C3, al principio y final de la experimentación.

Sin embargo, en la última cámara, C3, sucedió lo contrario en dichas celdas. Al inicio, la resistencia óhmica fue de 43 Ω , la R_{tc} no tuvo un impacto significativo ya que solo se presentó una resistencia tipo Warburg, R_m , de 4,872.5 Ω (Lazanas y Prodromidis, 2023), Tabla 4.8. La difusión de las especies redox fue baja, puesto que tuvieron que recorrer una larga distancia para llegar al ánodo, y el contenido de materia orgánica del sustrato al haber sido muy alto, los microorganismos suspendidos, iones libres y otros compuestos del anolito utilizaron electrones para realizar sus respectivos procesos catabólicos y químicos. Debido a la falta de especies redox en la superficie anódica, no hubo un gran transporte de electrones, y en la biopelícula hubo una alta competitividad entre los electrógenos y otras comunidades microbianas.

Tabla 4.8. EIS de las cámaras de las celdas de 3 compartimentos, cámaras 1 y 3.

Cámara	EIS inicial			EIS final		
	R_{Ω}	R_{tc}	R_m	R_{Ω}	R_{tc}	R_m
1	94.2	517.2	0	58.6	479.3	0
3	43	0	4,872.5	57.6	4,857.9	0

Los resultados de la EIS final de C3 mostraron que incrementó de forma exponencial R_{tc} ya que se registró un valor de 4,857.9 Ω , mientras R_{Ω} fue de 57.6 Ω , Figura 4.18

II. Nuevamente se formó la mitad de un medio círculo, así que, los electrones pudieron quedarse retenidos en la superficie del ánodo ya que las bacterias los utilizarían en su mayoría para su catabolismo. También, al ánodo de la última cámara le llegó lo que se generó y desprendió en C1 y C2 junto con el contenido del anolito que fluyó de cámara en cámara, de modo que nuevas bacterias pudieron adherirse a la biopelícula, siendo no exoelectrógenas; pudo haber una acumulación de sustancias poliméricas extracelulares y de bacterias muertas sobre la superficie anódica. Aun cuando C3 presentó una resistencia de transferencia de carga más grande que C1, ambos compartimentos generaron un mismo OCP final, alrededor de -0.800V , lo que indicó que hubo una mayor actividad bacteriana electroactiva en C3 pero se dificultó el transporte de electrones de la biopelícula hacia el ánodo.

En la Figura 4.19 se presentaron las EIS de las CCM 5. La cámara 1 de estas celdas, tuvo una resistencia óhmica al inicio y al final, 71 días después, de $67\ \Omega$ y $42\ \Omega$, respectivamente. En cuanto a R_{tc} , esta fue de $322\ \Omega$ al principio, mientras que al término de la operación fue de $181\ \Omega$ (Figura 4.19 I). Ambas resistencias disminuyeron y predominó la R_{tc} , puesto que la transferencia de los electrones a la superficie anódica se vio mejorada por un posible aumento de las bacterias electrógenas y la posible aparición de mediadores en la biopelícula ya que las CCM 5 generaron el segundo voltaje más alto, aunque no tuvieron una diferencia significativa con la CCM 7 (punto 3 del Anexo 2). Sin embargo, los electrones obtenidos de la oxidación ocurrida en el ánodo fueron empleados para otros procesos catabólicos como la fermentación porque el valor de la EC fue bajo, menor al 1%, aunque su valor de $0.17 \pm 0.05\%$ no difirió significativamente de las celdas de 1 y 3 compartimentos. De igual manera, en la C3 se registró un comportamiento similar al de C1, en el que la R_{Ω} y R_{tc} tuvieron una mayor magnitud al inicio de la operación: 65.9 y $1,215.2\ \Omega$, respectivamente; mientras que al final, en este mismo orden, dichos valores disminuyeron a 53.7 y $805.5\ \Omega$. No obstante, las resistencias de transferencia de carga de C3 sobrepasaron por más del doble a las de C1, lo cual demostró que en la cámara 3 se dificultó la transferencia de electrones al ánodo ya que la concentración de materia orgánica contenida pudo ser más alta, de manera que estas cargas negativas se aprovecharon en otros procesos metabólicos porque

los electrogénicos pudieron estar en menor proporción, puesto que los electrones posiblemente se emplearon en la fermentación, la cual sucedió por la digestión anaerobia y de manera natural en las vinazas. La C5 presentó este mismo escenario, donde R_{tc} fue de 1,683 Ω , y para R_{Ω} se obtuvieron 62.7 Ω al principio de la operación. Con la EIS final se registró que R_{tc} y R_{Ω} fueron de 827 Ω y 45.1 Ω , respectivamente, Tabla 4.9; tanto la C5 como la C3 presentaron valores muy cercanos entre ellas.

Tabla 4.9. EIS de las cámaras de 5 compartimentos, cámaras 1 y 5.

Cámara	EIS inicial			EIS final		
	R_{Ω}	R_{tc}	R_m	R_{Ω}	R_{tc}	R_m
1	67	322.1	0	42	180.8	0
3	66	1,215.2	0	53.7	805.5	0
5	62.7	1,683	0	45.1	827	0

En comparación con C1, C3 y C5 tuvieron una resistencia de transferencia de carga mayor, mientras que los valores de la resistencia óhmica no variaron en gran medida, ya que la diferencia osciló entre 4 y 8 Ohms. La tercera y última cámara recibieron de los compartimentos anteriores materia orgánica en un cierto nivel de degradación, productos de la respiración anaerobia como AGVs, SSV y demás materia suspendida. Además de lo que llegó a C3 y C5, también tuvieron sus respectivos volúmenes de sustrato que debió tratar cada biopelícula. Así que, la competitividad microbiana por los electrones fue muy alta, por lo que las reacciones catabólicas de las bacterias electroactivas se llevaron a cabo con dificultad para obtener dichas cargas de las especies redox en la superficie. Inclusive, el número de microorganismos no electrógenos pudo ser mayor, lo que posiblemente causó la acumulación de electrones en la biopelícula para el desarrollo de ellos. Esto se vio reflejado en la EC de las CCM 5 que previamente se mencionó. Aunque no hubo diferencia significativa de remoción de DQO y SSV entre todas las celdas, la primera fue pequeña, con un $28.03 \pm 6\%$, al igual que la otra con un valor $18.68 \pm \%$ en la CCM 5. De acuerdo con esto, la concentración de DQO pudo no ser la adecuada para los microorganismos, de manera que afectó el flujo de las especies redox o los procesos metabólicos de las bacterias en la biopelícula.

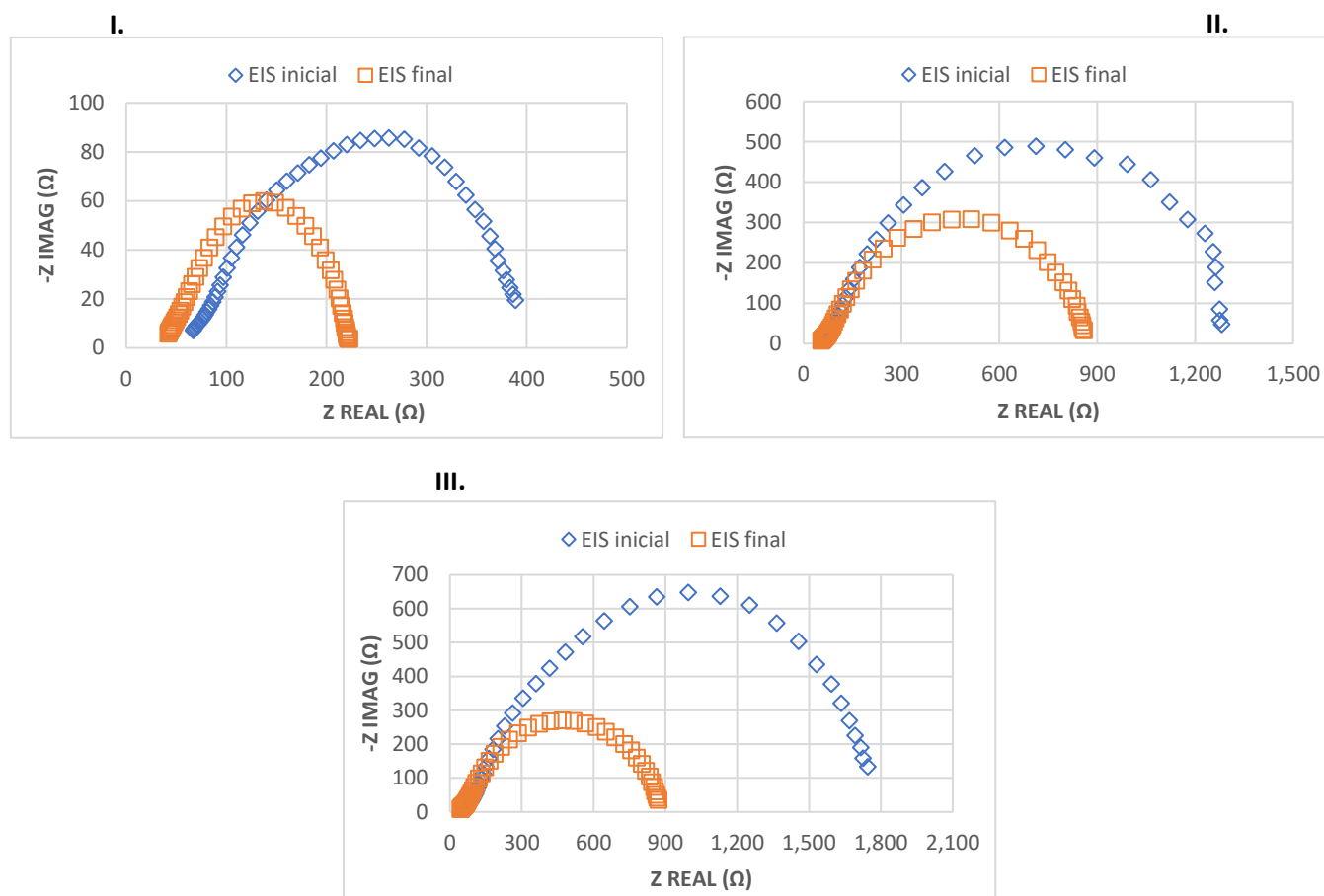
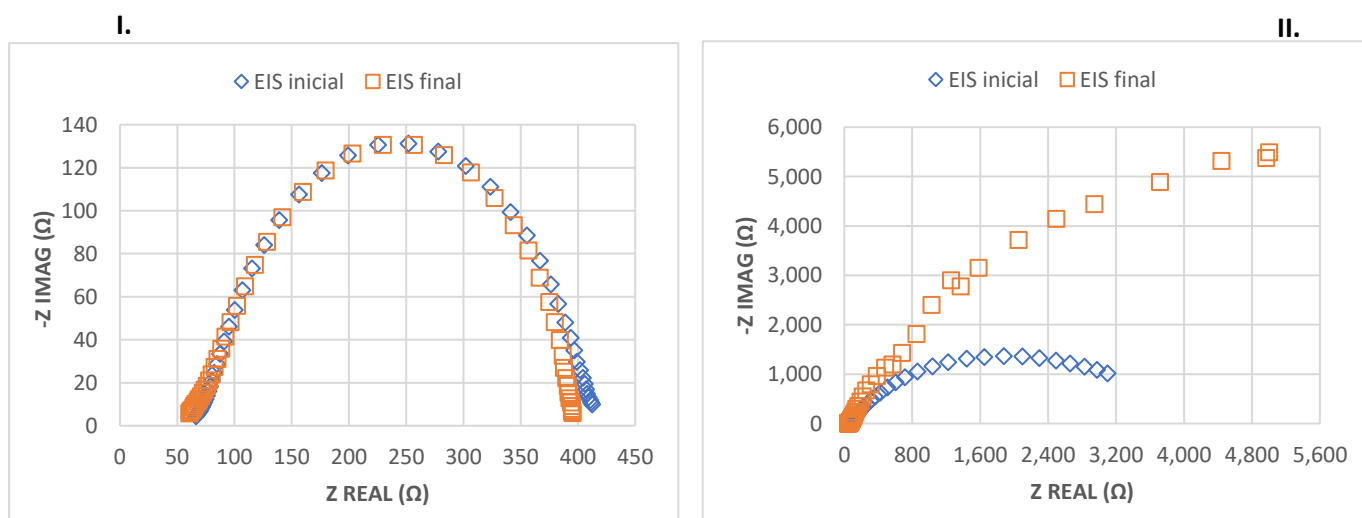


Figura 4.19. EIS de las cámaras de 5 compartimentos: I. Cámara 1, C1; II. Cámara 3, C3; III. Cámara 5, C5, al principio y final de la experimentación.

En la Figura 4.20 se presentó la EIS de la CCM 7. Se determinó que en la C1 la resistencia óhmica fue de 66.3 Ω y la de transferencia de carga fue de 346 Ω en el día 16 de operación. Al pasar 71 días, se obtuvo que R_{tc} y R_{Ω} disminuyeron a 334.8 Ω y 60.4 Ω , respectivamente. El decremento fue pequeño ya que la diferencia de los valores entre el inicio y final fue de 11 Ohms como máximo y de 6 Ohms como mínimo, hasta la forma de las curvas resultó casi igual. Así que, se pudo inferir que hubo un ligero aumento de las bacterias electroactivas en la biopelícula, por lo que la obtención de electrones de especies redox en la superficie anódica fue más rápida. Al ser la primera cámara, no recibió materia y compuestos orgánicos adicionales de otros compartimentos. No obstante, debido al gran número de microorganismos en la biopelícula y anolito, de forma visual se observó que el electrodo de C1 tuvo la biopelícula más gruesa; hubo una competitividad alta que causó la complicación de

la transferencia de carga al ánodo, puesto que la fermentación fue un proceso dominante en las vinazas. Asimismo, pudo haber una acumulación de iones en la superficie del electrodo debido a este tipo de procesos catabólicos ya que las vinazas poseen una conductividad alta. La resistencia óhmica de esta cámara fue muy similar a la de C4, 61.3 Ω , ya que difirió por 5 Ohms, pero la de transferencia de carga, 3,040.7 Ω , excedió por más del doble a la de C1, lo cual pudo ser causado por la baja actividad microbiana electroactiva, por lo que el transporte de electrones hacia el ánodo se vio disminuido. Aunado a esto, la concentración de sustrato contenido en C4 junto con la cantidad de materia orgánica degradada que fluyó desde C1 hasta esta cámara pudo obstaculizar el transporte de electrones hacia la superficie anódica ya que posiblemente hubo una disminución en la disponibilidad de especies redox y un aumento en el desarrollo de comunidades microbianas diversas, como acidogénicas por la fermentación de las vinazas, lo cual coincidió con la remoción de SSV ya que la CCM 7 presentó el menor valor, el cual fue de $15.88 \pm 16\%$. En comparación con la C7 de EIS inicial, 225.7 Ω , C4 presentó una R_{tc} de mayor magnitud, lo cual se pudo deber a que la biopelícula tardó más tiempo en formarse en esta cámara. En la EIS final de C4, la R_{tc} aumentó casi 2,000 Ω , 4,955.4 Ω , con respecto a su valor inicial, lo cual indicó que posiblemente hubo un incremento de la actividad microbiana que causó una mayor competitividad por la obtención de electrones, en la que los electrogénicos no se vieron favorecidos en C4, puesto que la CCM 7 presentó la menor EC de $0.13 \pm 0.05 \%$



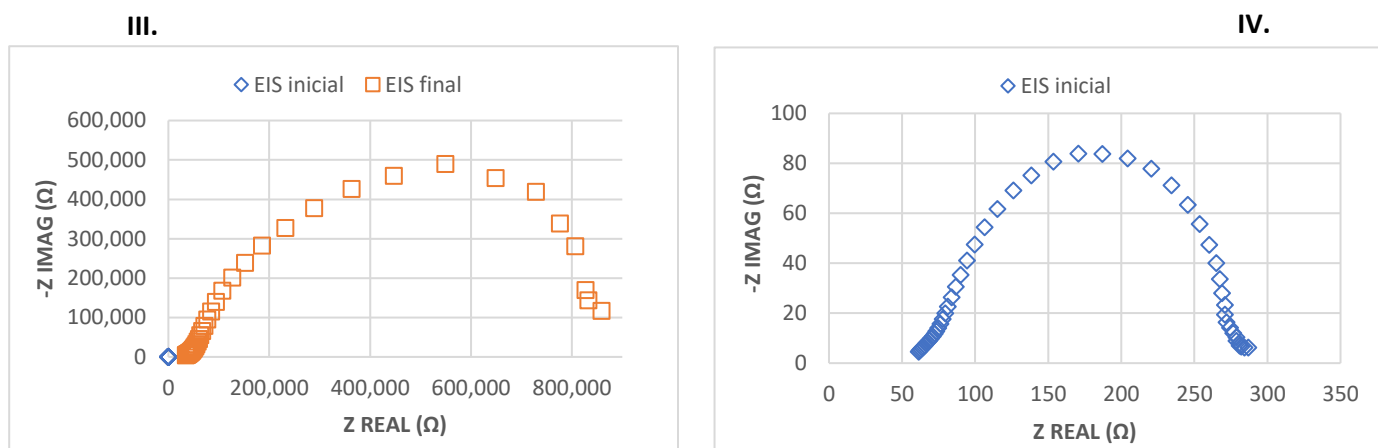


Figura 4.20. EIS de las cámaras de la celda de 7 compartimentos al principio y final de la experimentación: I. Cámara 1, C1; II. Cámara 4, C4; III. Cámara 7, C7; IV. EIS inicial de la Cámara C7.

En la última cámara de la celda de 7 compartimentos, C7, al inicio se obtuvo que R_{tc} fue 225.7Ω y R_{Ω} fue 61.3Ω , pero hubo un incremento exponencial de la resistencia interna al medirla el día 87 de operación, EIS final: R_{tc} y R_{Ω} tuvieron los valores de $824k \Omega$ y $35.1k \Omega$, respectivamente, Figura 4.20 III y Tabla 4.10. La razón de esto fue que, al ser la celda con el mayor número de cámaras, posiblemente hubo una gran acumulación de iones, sólidos y sustancias poliméricas extracelulares de los compartimentos anteriores junto con los presentes en la C7, de modo que la superficie anódica se vio saturada, lo cual no permitió la transferencia de los electrones. También, la remoción de SSV fue baja, menor al 20% ($15.88 \pm 16\%$ específicamente), por tanto, posiblemente hubo una gran concentración de microorganismos tanto fijos como suspendidos, de los cuales las bacterias no electroactivas superaron en número a las electrogénicas y con ello, la obtención de electrones para la generación de energía se vio reducida. Esto se vio reflejado en la EC de la CCM 7 ya que fue la de menor valor con $0.13 \pm 0.05\%$; aunque no fue diferente de manera significativa de las CCM 3 y 5, sí lo fue con las CCM 1, las cuales no difirieron estadísticamente de las celdas de 3 y 5 cámaras. Entonces, la CCM 1 al haber tenido una mayor EC ($0.23 \pm 0.07\%$) que la de 7 compartimentos, y que no difirió de la de 5 compartimentos, indicó que posiblemente sería más adecuado utilizar esta última para producir un voltaje elevado ($0.515 \pm 0.114 \text{ V}$) ya que se

liberaron una mayor cantidad de electrones hacia la superficie anódica al oxidarse el sustrato.

Tabla 4.10. EIS de las cámaras de la celda de 7 compartimentos, cámaras 1 y 7.

Cámara	EIS inicial			EIS final		
	R_{Ω}	R_{tc}	R_m	R_{Ω}	R_{tc}	R_m
1	66.3	346	0	60.4	334.8	0
4	61.3	3,040.7	0	47.5	4,955.4	0
7	61.3	225.7	0	35,110	824,090	0

Al emplear sustratos ricos en carbohidratos, fuente de carbono, no se garantizó la obtención de una mayor cantidad de electrones, puesto que hubo otros fenómenos como la fermentación de las vinazas que afectaron al flujo de estos hacia el ánodo para la generación de energía. Esto se demostró en el trabajo de Bampos *et al.* (2024), mencionado previamente. Los autores emplearon otro sustrato que fue una mezcla de jugos de fruta expirados, ricos en carbohidratos, y la R_{tc} que obtuvieron fue la más alta, siendo de 13k Ω , que incluso fue mucho menor a la registrada de la C7 de la CCM 7. Aunque se tuvo una fuente de carbono, debió haber un equilibrio entre la relación de C/N, siendo 800/5 (López *et al.*, 2019), para que hubiera un crecimiento adecuado de las bacterias electrogénicas en el ánodo, puesto que si hubo un exceso de este, la competitividad entre estas bacterias y las no electroactivas pudo haber aumentado, de modo que conseguirlo para su desarrollo fue más complicado. En este caso se tuvo una relación adecuada de C/N, siendo de 600/5 (56,909mgDQO*L⁻¹/474 mg-N*L⁻¹). Con respecto a la otra resistencia, la óhmica, o de solución, esta pudo aumentar debido al ensuciamiento de la membrana, por lo que el transporte de protones pudo verse obstaculizado por los procesos catabólicos que estaban sucediendo o por la dispersión de iones en el electrolito.

Arkatkar *et al.* (2021) establecieron diferentes zonas en la cámara anódica para estudiar el comportamiento electroquímico de *Pseudomonas aeruginosa* BR en una celda de doble cámara y con una MIP, que fue alimentada con glucosa como sustrato y operando en *batch*. La R_{Ω} de la cámara anódica, zona 1, de 12.55 Ohms, fue similar a las obtenidas de las celdas completas. Esto no aplicó para los compartimentos de

las CCM apiladas ya que sus valores fueron mayores, lo cual demostró que la suma de las resistencias de cada cámara no fue igual a la obtenida de celda completa. En cuanto a R_{tc} , hubo una similitud con la EIS inicial de la CCM 7 ya que en esta celda fue de 38 Ohms, mientras que en el trabajo referenciado fue de 39.71 Ohms en la zona del anolito donde se sedimentó. Los autores calificaron a esta como una resistencia alta que fue causada por falta de mediadores o microorganismos, lo cual pudo suceder con la CCM 7 ya que posiblemente en algunas biopelículas hubo un bajo desarrollo de bacterias electrogénicas. Esto se demostró con los resultados obtenidos de la caracterización de las biopelículas de la CCM 7 en el apartado 4.7.

4.7 Voltamperometría cíclica

La última técnica electroquímica utilizada para evaluar el desempeño de las celdas fue la Voltamperometría Cíclica (VC); para esta se empleó el electrodo de referencia de Ag/AgCl. La VC se realizó con el propósito de analizar el comportamiento de las biopelículas mediante las reacciones redox en el ánodo y su actividad catalítica, y con ello hacer una relación entre la producción de energía eléctrica y la remoción de DQO. Al igual que en la técnica de EIS, se obtuvieron las curvas de VC en la fase inicial y final, correspondiendo al día 4 de aclimatación y operación, y al día 100, respectivamente. En el día 0, VC cero, se registró el voltamograma de la cámara anódica operando con sustrato, pero sin inóculo, el cual fue un punto de comparación donde no hubo o fue muy baja la actividad microbiana. Se obtuvieron las VC para cada celda y su respectiva réplica, teniendo sus valores, se promediaron y se graficó una curva que representó a ambos, tanto de forma completa como por cada compartimento. En la Figura 4.21 se presentaron las VC de las CCM 1. En un orden ascendente del número de cámaras, se presentaron los resultados de las celdas completas y de sus respectivas cámaras.

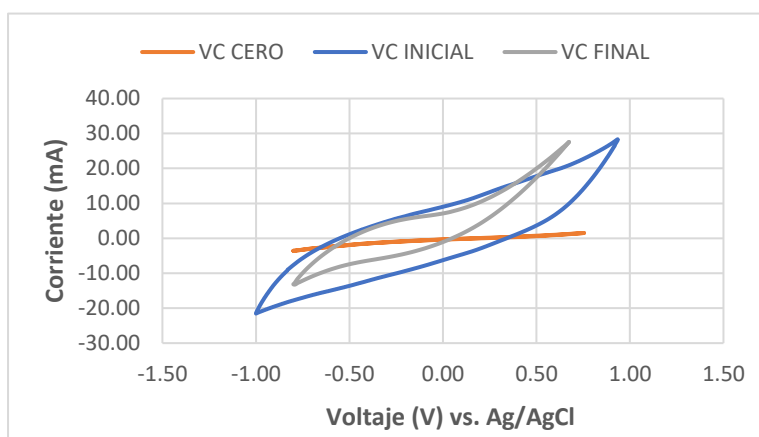


Figura 4.21. VC de las celdas de 1 compartimento, en el día 0, día 4 y día 100.

En el día 4 de operación de las CCM1, el cual correspondió a la etapa de aclimatación, se obtuvo una mayor producción de corriente anódica de 28 mA en 0.93 V. Esta permaneció igual al terminar la operación de las CCM 1, día 100, ya que fue de 28 mA, pero en 0.67 V. Las corrientes catódicas mostraron resultados distintos ya que al inicio y final de la operación fueron de 22 mA en -1 V y 13 mA en -0.8 V, respectivamente, Figura 4.21. No se observaron picos en los voltamogramas realizados. Así que, es posible que no hubiera una presencia de mediadores dado que no hubo picos de oxidación-reducción, o que las reacciones redox fueron lentas a causa del transporte de electrones limitado en la superficie anódica, puesto que la EIS inicial de estas celdas mostró que hubo una resistencia de difusión de las especies redox del anolito hacia la biopelícula, sección 4.5. Asimismo, dichas CCM tuvieron la R_{tc} más alta, tanto al principio como al finalizar la fase de experimentación, indicando que se complicó la transferencia de electrones al ánodo debido a una baja actividad catalítica de las especies redox, lo cual pudo ser ocasionado por la competitividad alta entre los electrogénicos y no electrogénicos ya que hubo una fuente cuantiosa de carbono y demás nutrientes, y por la alta concentración de H^+ en la interfase electrodo-biopelícula ya que el sustrato se acidificó continuamente. Esto se vio reflejado en la baja EC de las CCM 1, de $0.23 \pm 0.07\%$ (Chang S-H *et al.*, 2014; Elgrishi *et al.*, 2018; Sharma *et al.*, 2021; Arkatkar *et al.*, 2021).

La corriente anódica se mantuvo constante, lo que demostró que el sustrato continuó oxidándose ya que hubo una transferencia de electrones hacia la biopelícula y en la

interfase electrodo-biopelícula, puesto que las CCM 1 obtuvieron la mayor eficiencia coulombica de todas las celdas. La corriente catódica disminuyó, Figura 4.21, lo que pudo indicar que la reducción de metabolitos intermediarios en la biopelícula fue menor y que los agentes oxidantes de las especies redox se redujeron lentamente.

Las CCM apiladas tuvieron un ánodo y cátodo en cada compartimento, de modo que cada uno fue dividido por un deflector, por lo que al realizar la VC de la celda completa, el electrodo de referencia se colocó dentro de una sola cámara ya que la biopelícula formada en esta fue la que se analizó con dicha técnica electroquímica, puesto que se utilizó el área geométrica, 91.8 cm^2 , de un solo ánodo. Así que, de la CCM 7 se llevaron a cabo las VC de celda completa utilizando las biopelículas de las cámaras 1 y 7, C1 y C7, Figura 4.22 y 4.23. El voltamograma de celda completa, colocando el electrodo de referencia en la C1, mostró que hubo un aumento en la corriente anódica del día 4 al 100, siendo 32 mA en 0.98 V y 40 mA en 0.68 V, respectivamente. Esto indicó que hubo un incremento en la oxidación del sustrato, pero, no se pudo degradar una gran parte de él, su remoción de DQO fue de $27.68 \pm 9.6\%$, y la transferencia de electrones a la superficie anódica se dificultó ya que estos pudieron ser aprovechados para otras rutas metabólicas como la fermentación, puesto que la R_{tc} final de la CCM 7 aumentó más del triple y su EC ($0.13 \pm 0.05\%$) fue menor al de la CCM 1 ($0.23 \pm 0.07\%$). Esto mismo aplicó para la corriente catódica, aunque incrementó de 23 mA en -1 V a 30 mA en -0.79 V al finalizar la operación, Fig. 4.22, no se obtuvieron electrones en la interfase electrodo-biopelícula para generar energía eléctrica.

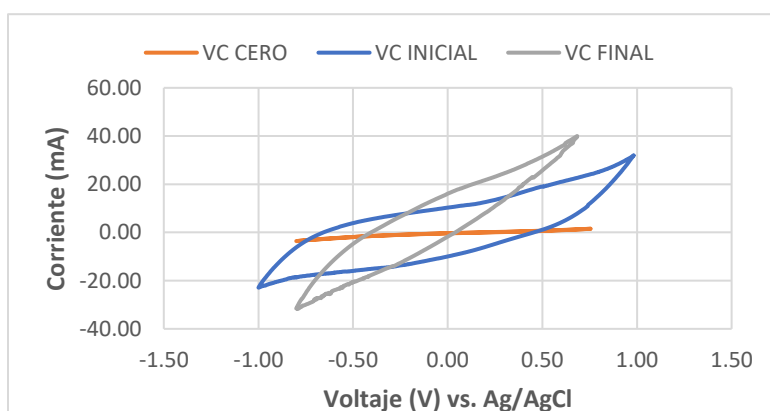


Figura 4.22. VC de CCM completa de 7 compartimentos, con el electrodo de referencia en C1, en los días 0, 4 y 100.

La VC realizada en la C7 de la CCM 7 se presentó en la Figura 4.23 y como se pudo observar, se obtuvieron corrientes menores con respecto a las obtenidas en C1; empezando con la corriente anódica, esta fue de 17 mA en 0.98 V al inicio y de 19 mA en 0.69 V al terminar de operar las celdas. En el mismo orden, la corriente catódica fue de 12 mA en -1 V y 12 mA en -0.8 V, Figura 4.23. Esto demostró que en la última cámara la actividad microbiana fue menor, comuna baja concentración de exoelectrogénicos. La oxidación y reducción del sustrato y metabolitos intermediarios en la biopelícula fue constante, pero el voltamograma del día 100 mostró que la difusión de iones hacia la superficie anódica disminuyó, de ahí su forma delgada, por lo que un menor número de reacciones redox se llevaron a cabo, causando la obtención de una cantidad limitada de electrones (Yang *et al.*, 2019). La R_{tc} de C7 fue la más alta de las siete cámaras, con un valor de 824 k Ω , lo cual señaló la dificultad del transporte de cargas.

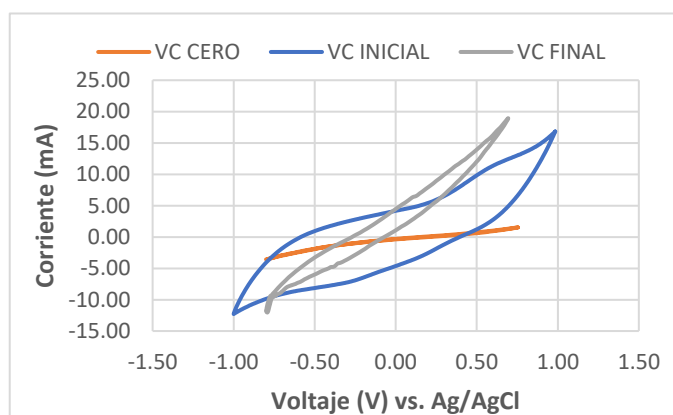


Figura 4.23. VC de CCM completa de 7 compartimentos, con el electrodo de referencia en C7, en los días 0, 4 y 100.

Se llevaron a cabo las voltamperometrías cíclicas de forma individual de las cámaras de la CCM 7, y se obtuvieron valores entre 8 y 18 mA de la corriente anódica, solo C2 produjo 63 mA en -0.8 V, Figura 4.24. De la catódica se registraron valores muy cercanos entre sí ya que la diferencia máxima fue de 0.010 mA, excepto por C2 ya que generó el mayor amperaje de 29 mA en -0.8 V, Figura 4.24. Las demás corrientes estuvieron en un rango de 3 a 13 mA en -0.8 V. En la Figura 4.24 se presentaron los voltamogramas de C1, C4 y C7 del día 100. Ninguna de estas cámaras generó picos de oxidación y reducción, lo cual se pudo deber a la ausencia de mediadores o que

la capa conductora de la superficie anódica no se formara adecuadamente, dificultando el paso de electrones al electrodo (Sharma *et al.*, 2021).

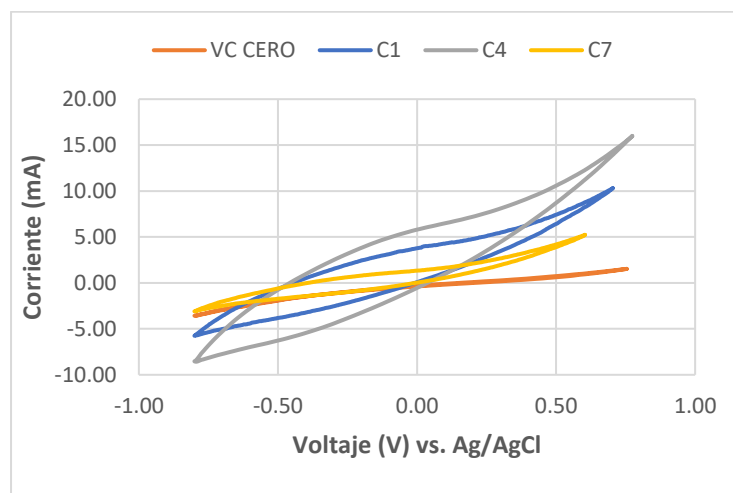


Figura 4.24. Voltamogramas individuales de la CCM 7, de los compartimentos C1 (primera cámara), C4 (cámara del medio) y C7 (última cámara), en los días 0 y 100.

En la figura anterior se pudo observar que C4 generó la mayor corriente anódica y catódica, 16 mA en 0.77 V y 9 mA en -0.8 V, respectivamente, ya que posiblemente la materia orgánica fue degradándose en moléculas más simples al fluir de cámara en cámara, por lo que fue más sencillo para las bacterias electroactivas consumirlas, lo cual no coincidió con la R_{tc} obtenida al final de la operación, 4,955.4 Ω . Una posible explicación de esto fue que pudo haber aumentado la concentración de electrogénicos en la biopelícula ya que esta prueba se hizo casi dos semanas después de la prueba de EIS final; otra razón pudo haber sido la cantidad de materia orgánica contenida en C4, aunque esta pudo ser cuantiosa para generar pérdidas de especies redox o electrones, la concentración de bacterias electroactivas pudo oxidar una parte para transferir dichas cargas negativas a la superficie anódica. También, el voltamograma al haber mostrado una mayor diferencia de amperaje entre la reacción de oxidación y reducción (espacio interior de la curva), indicó que hubo una difusión adecuada ya que dichas cargas negativas lograron ser transferidas al electrodo. Esto pudo suceder por la obtención de una mayor cantidad de H^+ a causa de la acidificación de las vinazas, aun cuando se ajustaron con cal, por su fermentación y los AGV producidos, por lo que la difusión de estos cationes

pudo ayudar al transporte de electrones a la superficie anódica. López *et al.* (2019) demostraron este comportamiento en una celda de doble cámara tipo H con una MIP alimentada con agua residual doméstica y estando al vacío; se dieron cuenta que el anolito al tener un pH ácido, hubo una gran difusión de H^+ que incrementó la densidad de corriente después de casi 9 días.

Sin embargo, en C1 disminuyó el transporte de electrones en la interfase electrodo-biopelícula, puesto que la corriente anódica fue de 10 mA en 0.7 V y la catódica fue de 6mA en -0.8V, Figura 4.24. Esto demostró que el influente tuvo una gran cantidad de materia orgánica que comenzó a degradarse por las bacterias electrogénicas en C1. El sustrato al ser oxidado en cada compartimento, llegó a la última cámara, C7, con una menor disponibilidad de la materia orgánica, puesto que al haber menor alimento, la estructura de la biopelícula no fue tan sólida y gruesa como lo fue en las primeras cámaras, lo cual se confirmó visualmente. Esto indicó que se redujeron los microorganismos en el ánodo, así como los suspendidos en el seno del anolito. Así que, se infirió que, a causa de un menor número de microorganismos electroactivos, se obtuvo la menor corriente anódica y catódica, 5 mA en 0.6 V y 3 mA en -0.8 V de forma respectiva, por lo que hubo una menor difusión de las especies redox hacia la superficie anódica y con ello el transporte de electrones fue menor, la forma delgada de la curva lo demostró. La oxidación y reducción de metabolitos intermediarios en la biopelícula para obtener electrones disminuyeron. La R_{tc} de C7 obtenida al final de la experimentación fue la más alta de todas, sobrepasando el valor de 100k ohms, lo cual soportó la premisa de la falta de microorganismos electrogénicos en la última cámara en comparación con los demás compartimentos. Al no haber estos se redujo el transporte de electrones hacia el ánodo.

Las VC de las CCM 5 se mostraron en la Figura 4.25. Para obtener el voltamograma de celda completa, el electrodo de referencia se colocó dentro de una sola cámara ya que la biopelícula formada en esta fue la que se analizó con la técnica de VC. Se analizó el funcionamiento de las cámaras 1 y 5, C1 y C5.

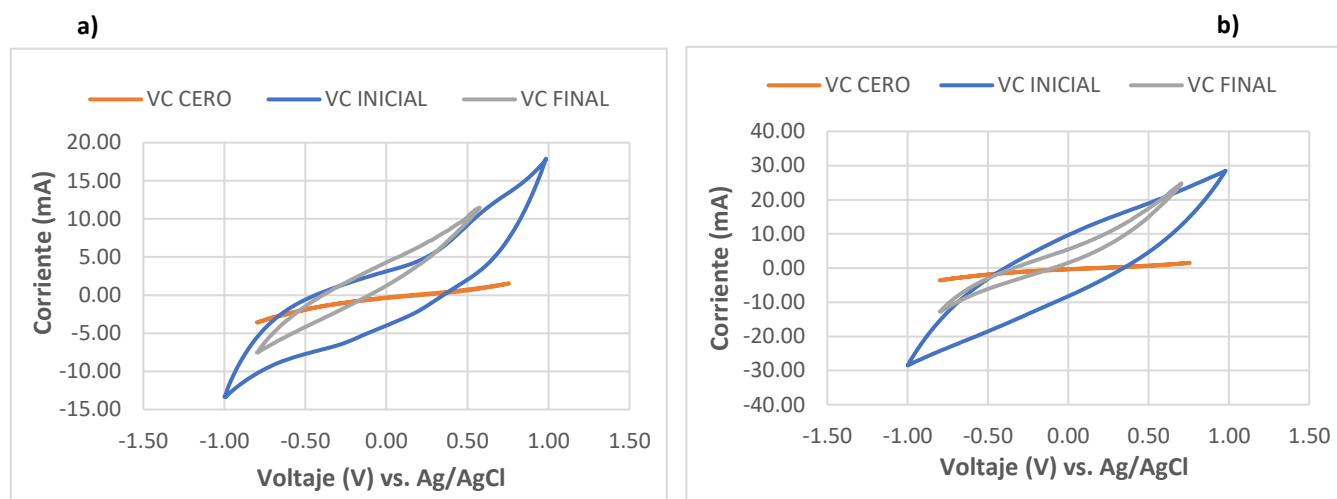


Figura 4.25. VC de CCM completa de 5 compartimentos, con el electrodo de referencia en a) C1 y b) C5, en los días 0, 4 y 100.

En los voltamogramas generados, Fig. 4.25, se pudo observar que en el día 4 de operación, tanto en C1 como en C5, se obtuvieron mayores corrientes anódicas y catódicas que al final de la experimentación. La primera fue de 18 mA en C1 y de 28 mA en C5, en 0.98V; la segunda fue de 13 mA y 28 mA en -1V, en el mismo orden. En la cámara 1 hubo un menor transporte de electrones hacia la superficie anódica que en la última ya que se dificultó la oxidación del sustrato, es posible que las bacterias empezaron a degradar las macromoléculas en productos más simples, por lo que el consumo de materia orgánica se vio limitado para esta. Además, es posible que la biopelícula aún no terminó de formarse, de modo que la concentración de sustrato oxidado en moléculas más pequeñas no fue la misma que en C5, puesto que este compartimento tuvo una biopelícula con una estructura más integrada. De este modo, pudo haber un incremento de la degradación del sustrato que causó la producción de una mayor cantidad moléculas más simples que tuvieron una mayor difusión hacia el ánodo, ocasionando la obtención de más electrones en C5. Sin embargo, en el día 100, la actividad microbiana electroactiva de las cámaras se vio modificada negativamente ya que hubo un decremento en el amperaje obtenido.

La corriente anódica y catódica en C1 fue de 11 mA en 0.57 V y 8 mA en -0.8 V, respectivamente. Estos valores fueron menores a los obtenidos por C5, siendo 25

mA en 0.7 V de la corriente de oxidación y 13 mA en -0.8V de la corriente de reducción. La última cámara continuó teniendo una mayor capacidad oxidativa que C1 para obtener electrones, lo cual se pudo deber a que hubo una concentración más alta de bacterias electrogénicas, o que la superficie anódica no se vio obstruida por sustancias poliméricas extracelulares o células muertas acumuladas. Al haber una disminución en C1 de la corriente anódica, indicó que se degradó una menor cantidad de materia orgánica, incluso la forma delgada de la curva mostró que hubo una baja difusión hacia el ánodo, puesto que hubo menor transferencia de masa, lo que ocasionó un menor transporte de electrones. Esto último también aplicó para C5.

En la Figura 4.26 se presentaron los voltamogramas individuales, puesto que se colocó el electrodo de referencia en cada compartimento para estudiarlos por separado, como se mencionó anteriormente. Las curvas obtenidas fueron de los compartimentos C1 (primera cámara), C3 (cámara del medio) y C5 (última cámara) en el inicio del experimento y en el día 100. No obstante, aunque una cámara tuvo un mejor desempeño que la otra, las CCM 5, presentaron una EC baja, siendo de $0.17\% \pm 0.05\%$, siendo menor a 1%, aunque no tuvieron una diferencia significativa con las demás CCM 1, 3 y 7; esto indicó que los electrones se aprovecharon para la formación de biomasa, la fermentación y otros procesos metabólicos.

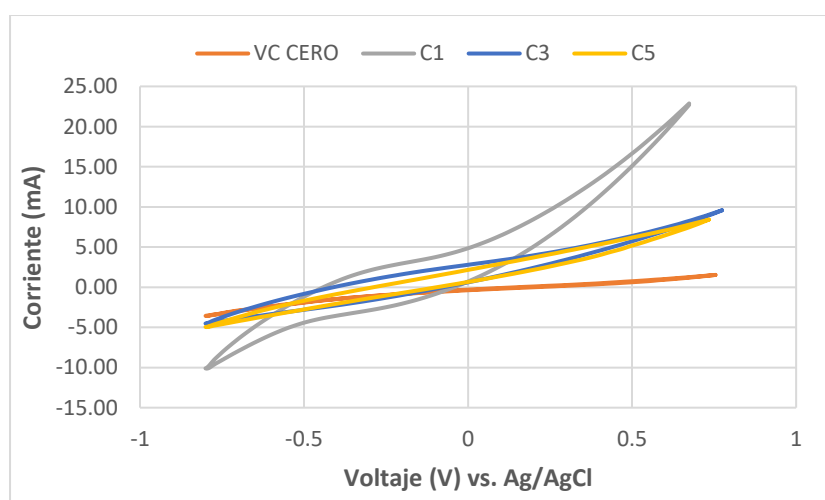


Figura 4.26. Voltamogramas individuales de las CCM 5, de los compartimentos C1 (primera cámara), C3 (cámara del medio) y C5 (última cámara), en los días 0 y 100.

En cuanto a los voltamogramas individuales de las CCM 5, se obtuvieron de C1, C3 y C5 del día 100, Figura 4.26. A diferencia de las CCM 7, en la primera cámara de dichas celdas se obtuvieron las mejores corrientes anódica y catódica, 23 mA en 0.67 V y 10 mA en -0.8 V, respectivamente, lo cual se pudo deber a que la biopelícula tuvo un mejor desarrollo, habiendo un mayor número de bacterias electrogénicas y difusión de especies redox hacia la superficie anódica para el transporte de electrones. Esto se vio demostrado con la DP máxima obtenida mediante curvas de polarización y con la R_{tc} de la primera celda ya que esta generó la DP más alta, 0.472 mW/m², por lo que dicha resistencia, 181 Ω , fue de las más bajas, específicamente fue la segunda. Así que, C1 tuvo una mayor capacidad oxidativa que las demás celdas, puesto que logró obtener, en el momento que entró el sustrato, una concentración mayor de moléculas más simples que pudieron ser consumidas por los exoelectrógenos. La difusión del anolito hacia el ánodo pudo ser mejor en C1 e incrementar con el tiempo, transcurrieron 41 días por la operación en circuito cerrado, de modo que contribuyó en la disponibilidad de alimento, moléculas pequeñas, para las bacterias electrogénicas y así mejorar la transferencia de electrones a la superficie anódica, lo cual se vio reflejado en el valor de R_{tc} . Esto mismo ocurrió en un trabajo ya reportado en la literatura, en el cual se operó una celda de dos cámaras separadas por una MIP usando agua residual doméstica como anolito. Los autores vieron que al incrementar la difusión del electrolito al ánodo, la transferencia de carga mejoró y con ello disminuyó la resistencia del flujo de iones a través de la MIP y los electrones mediante el anolito (López *et al.*, 2019).

Los compartimentos 3 y 5 tuvieron un desempeño similar, pero el primero tuvo una mayor corriente anódica, 10 mA en 0.77 V, que el otro, 8 mA en 0.73 V. Por el contrario, la corriente catódica permaneció igual en C3 y C5, la cual fue de 5 mA en -0.8 V. Esto mismo pasó con la R_{tc} obtenida mediante EIS, la cual fue de 805.5 Ω para C3 y 827 Ω para C5. La curva de polarización de la cámara 3 no se formó correctamente, por lo que la variable de DP no se utilizó para comparar el desempeño de los compartimentos. Así que, las dos cámaras tuvieron un comportamiento muy parecido, pero el transporte de electrones hacia el ánodo se vio menos limitado en C3 ya que tuvo una menor resistencia de transferencia de

carga. No obstante, ambos presentaron las cargas resistivas de mayor valor, lo que indicó que hubo una gran limitación del flujo de electrones hacia la superficie anódica en C3 y C5. Esto se pudo deber a una acumulación de sustancias poliméricas extracelulares en el ánodo; todavía hubo una gran concentración de materia orgánica que se debió oxidar, por lo que no hubo moléculas simples o en menor proporción; y es posible que en C5 hubo una menor densidad de bacterias electrogénicas, por lo que la transferencia de electrones hacia el ánodo se dificultó ya que hubo otro tipo de bacterias, como las fermentativas, que compitieron por ellos.

Por último, en la Figura 4.27 se presentaron las VC de las CCM 3, con el electrodo de referencia en C1 y C3, y en los días 0, 4 y 100 del experimento. Se observó que los voltamogramas difirieron entre ellos, lo único en común que tuvieron fue que la corriente anódica y catódica disminuyeron en el día 100.

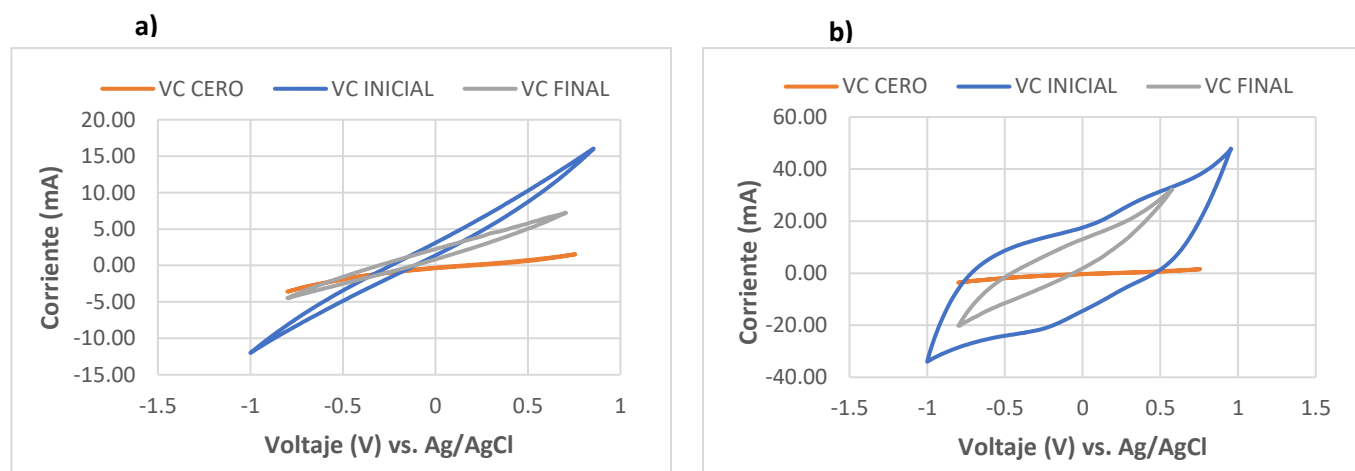


Figura 4.27. VC de CCM completa de 3 compartimentos, con el electrodo de referencia en a) C1 y b) C3, en los días 0, 4 y 100.

La primera medición, realizada en el día 4 de operación, mostró que en C1 se obtuvo 16 mA en 0.85 V y 12 mA en -1 V de la corriente anódica y catódica, respectivamente. En C3 se obtuvo más del doble, siendo la primera de 48 mA en 0.95 V, y la segunda fue de 34 mA en -1 V. Esto se pudo deber a que en la primera cámara la biopelícula empezó a degradar la materia orgánica para producir moléculas más simples para las siguientes cámaras, las cuales no pudieron ser consumidas por las bacterias de

C1 por lo que la difusión de especies redox hacia el ánodo para la transferencia de electrones fue muy baja, la forma delgada de la curva lo soportó, Figura 4.27a. También, la concentración de las bacterias electrogénicas en C3 pudo ser mayor que en C1, por lo que se obtuvo una mayor corriente de oxidación. Sin embargo, para el día 100, en ambas cámaras disminuyó el amperaje. En la primera, la corriente anódica fue de 7 mA en 0.7 V y la corriente catódica fue de 4 mA en -0.8 V; en el mismo orden, en el último compartimento fue de 32 mA en 0.57 V y 20 mA en -0.8V. La razón de esto es que la población de bacterias no electroactivas pudo aumentar y sobrepasar a las electrogénicas, puesto que hubo una alta competitividad ya que hubo materia suspendida y sedimentada en cada cámara. También, se pudo deber a que se trabajó con un TRH de 1.5 días, ya que este permitió la acumulación de una mayor cantidad de sedimentado, y el aumento de la competitividad bacteriana y materia orgánica depositada sobre el ánodo, como células muertas. Aunque hubo estas diferencias entre las cámaras, las CCM 3 tuvieron un valor bajo, menos del 1%: EC, $0.20 \pm 0.09\%$, al igual que las demás celdas; la remoción de DQO no alcanzó ni un tercio, $30.45 \pm 8.8\%$, por lo que hubo una mayor proporción de electrones transferidos a la superficie anódica aun cuando hubo una alta competitividad en las cámaras.

Al terminar de realizar la voltamperometría cíclica de la CCM completa, se obtuvieron los voltamogramas de cada compartimento de forma individual del día 100 de operación; aquí se presentaron los de C1, C2 y C3, Figura 4.28. Se pudo observar en la figura anterior que C3 generó la mayor corriente anódica, 27 mA en 0.73 V, y catódica, 12 mA en -0.8 V. C1 y C2 generaron los menores valores siendo 10 mA en 0.61 V y 10.5 mA en 0.77 V de la corriente de oxidación, respectivamente, y 6 mA y 5 mA en -0.8 V de la corriente de reducción de forma respectiva. La razón de esto fue que en la primera cámara apenas se degradaron las moléculas grandes como carbohidratos y proteínas que viajaron a los demás compartimentos, además de que las bacterias electrogénicas pudieron tener una menor concentración, lo que causó un reducido transporte de electrones al ánodo, puesto que la curva delgada de C1 indicó que hubo una baja difusión de especies redox hacia dicho electrodo (Yang *et al.*, 2019).

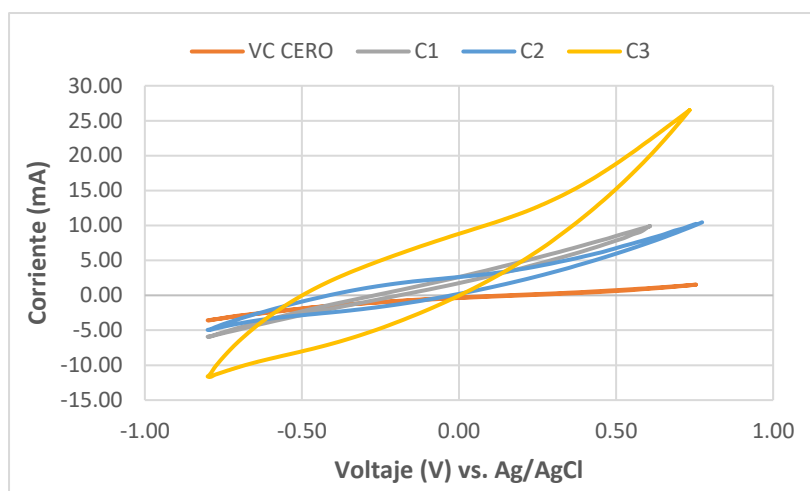


Figura 4.28. Voltamogramas individuales de las CCM 3, de los compartimentos C1 (primera cámara), C2 (cámara del medio) y C3 (última cámara), en los días 0 y 100.

En la segunda cámara incrementó un poco la corriente anódica al igual que la catódica, puesto que la llegada de moléculas más simples les facilitó a las bacterias electroactivas el consumo del sustrato oxidado, pero todavía hubo otras moléculas complejas que todavía no se degradaron completamente en C2. Esta cámara, al igual que en C1, tuvo una baja difusión hacia superficie anódica. Los voltamogramas obtenidos de estas dos cámaras fueron similares a los presentados por Yang *et al.* (2019), ya que ellos encontraron que al acidificarse el anolito, agua residual sintética, por un periodo largo de tiempo a causa del uso de ácido butírico como fuente de carbono, los electrogénicos pudieron ser inhibidos y con ello la transferencia de electrones se vio limitada, puesto que hubo una pobre difusión hacia el ánodo. Así que, al haber trabajado con vinazas en estas cámaras con un pH entre 4.83 y 5.27 durante la fase de circuito abierto, posiblemente fue el tiempo suficiente y un medio muy ácido para que en C1 y C2 se inhibieran los exoelectrógenos y otras comunidades microbianas.

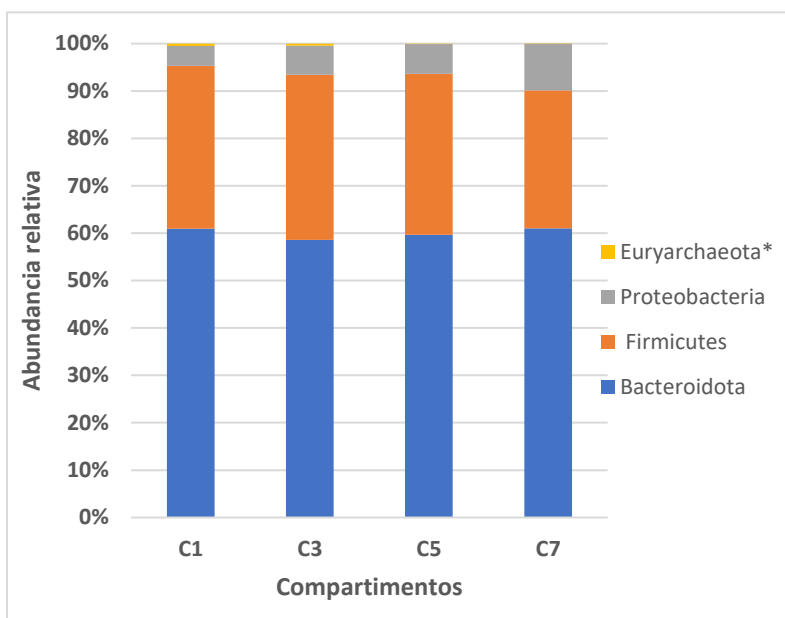
Esto no sucedió en C3 ya que presentó una corriente anódica y catódica que fue más del doble de las dos anteriores, lo cual pudo ser causado por una mayor presencia de electrogénicos que generaron una mayor difusión de especies redox hacia el ánodo para la obtención de electrones. Para ello, dichas bacterias recibieron moléculas pequeñas que pudieron consumir y así liberar una mayor cantidad de

electrones. Sin embargo, C3 presentó la mayor resistencia de transferencia de carga, $4.86\text{k}\Omega$, de modo que pudo haber una densidad más alta de microorganismos no electroactivos, lo que ocasionó un favorecimiento a estos en cuanto al uso de electrones para sus procesos metabólicos, como la fermentación de las vinazas. Esto se vio reflejado en la producción de voltaje de las CCM 3, el cual fue el segundo más bajo, $0.377\pm 0.161\text{ V}$.

En ninguna celda, ni en sus respectivas cámaras, se observaron picos predominantes en los voltamogramas realizados. Así que, es posible que no hubo una presencia de mediadores dado que no se identificaron picos de oxidación-reducción como tal, puesto que Arkatkar *et al.* (2021) encontraron en una celda de doble cámara con membrana de intercambio protónico alimentada con agua residual sintética y glucosa, que el voltamograma obtenido mostró dicho pico por el mediador de piocianina producido por *Pseudomonas aeruginosa* BR. También, las reacciones redox pudieron ser lentas a causa del transporte de electrones limitado en la superficie anódica (Sharma, *et al.*, 2021); como se explicó en la sección 4.5, todos presentaron una resistencia alta de transferencia de carga al final de la experimentación, lo que demostró que se dificultó la obtención de electrones en el ánodo.

4.8 Caracterización de microorganismos de la CCM 7

Al terminar la fase experimental, se identificó la celda que generó el mayor voltaje durante los 41 días de operación, en circuito cerrado, para la extracción de su biomasa y realizar su caracterización. La CCM 7 presentó el mejor desempeño eléctrico, produciendo $0.540\pm 0.154\text{ V}$ con una DP de $31.79\pm 16.45\text{ mW/m}^2$, por lo que se caracterizaron sus biopelículas. Así que, estas se extrajeron de las cámaras 1, 3, 5 y 7. El análisis filogenético se realizó mediante la técnica de secuenciación del gen 16S rRNA. Los resultados se presentan a continuación:



Nota: *Corresponde a las arqueas

Figura 4.29. Filos de bacterias y arqueas identificadas.

En la digestión anaerobia, generalmente se encuentran los filos de Firmicutes, Bacteroidetes y Proteobacteria (Harirchi *et al.*, 2022), lo cual sucedió en esta investigación, puesto que estos fueron los más abundantes. El filo predominante en todas las cámaras fue Bacteroidota o Bacteroidetes, con 60.9%, 58.6%, 59.7% y 61% en C1, C3, C5 y C7, respectivamente. Las bacterias dentro de este filo son en su mayoría hidrolíticas y acidogénicas, y tienen el potencial de hidrolizar polisacáridos ya que son sacrolíticas y fermentan los azúcares (Vincent *et al.*, 2018; Bertucci *et al.*, 2019; Wei *et al.*, 2020). También se les atribuye la degradación de proteínas para la generación de AGV (Qin *et al.*, 2021). Así que, el que este filo predominó porque las vinazas tuvieron un alto contenido de carbohidratos, y por la posible acumulación de AGV que causó la obtención de un pH ácido con el que se operó continuamente en la CCM 7 (Kabainova *et al.*, 2022). Cada dos días se revisó, colocando el pHmetro en la primera cámara (C1) y en la última (C7), y se ajustó con cal, pero el pH del sustrato osciló entre 5 y 6.20, Figura 4.30.

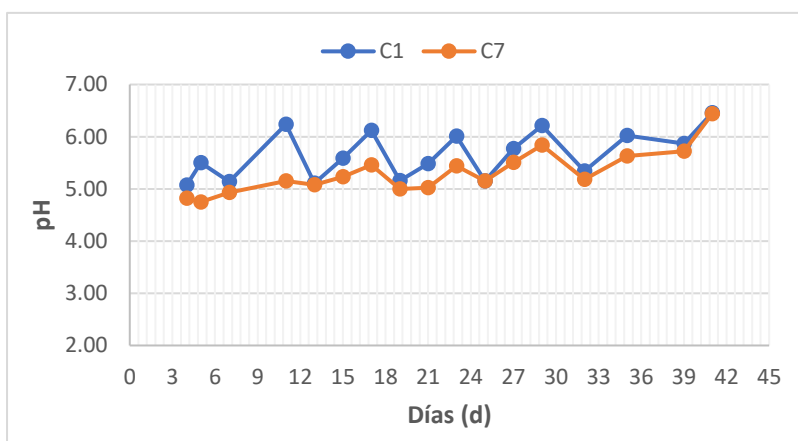


Figura 4.30. pH de las cámaras C1 y C7.

El siguiente filo fue el de Firmicutes, se encontró en proporción casi igual en C1, C3 y C5, entre 34 y 34.8%; pero en la C7 fue la que presentó el valor más bajo de 29.1%, Figura 4.29. Este filo presenta actividad hidrolítica, puesto que hay fermentadores, y abunda en un espacio donde hay baja concentración de AGV (Vincent *et al.*, 2018; Harirchi *et al.*, 2022); son acidogénicos en su mayoría, produciendo hidrógeno, y degradan polisacáridos complejos, al igual que Bacteroidota (Santiago *et al.*, 2019; Ahlberg *et al.*, 2022). Asimismo, Firmicutes incluye electrogénicos que pueden transferir los electrones de manera directa al ánodo (Almatouq *et al.*, 2020), pero estos presentan un rendimiento electroquímico menor de los que pertenecen al filo de Proteobacteria (Rivalland *et al.*, 2022). El que estuvieron presentes en menor cantidad que las Bacteroidota se pudo deber a que hubo una alta concentración de AGV, la cual pudo ser más alta en la C7 ya que este presentó el menor porcentaje de Firmicutes. En cuanto al filo de Proteobacteria, su abundancia fue la más baja, siendo menor del 10%. Este es conocido por el consumo y producción de hidrógeno, y poseen acidogénicos (Almatouq *et al.*, 2020; Wei *et al.*, 2020). En el tema de electroquímica, Proteobacteria posee una vasta cantidad de electrogénicos, puesto que se encuentran comúnmente en las CCM y pueden llegar a predominar en las biopelículas (Rivalland *et al.*, 2022; Guadarrama, 2022), aunque no se encontró en mayor proporción, fue uno de los filos principales. Almatouq *et al.* (2020) presentaron resultados similares a los obtenidos en el presente trabajo. Ellos trabajaron con una CCM de doble cámara con MIP que fue alimentada con agua residual sintética, y encontraron que los filos desarrollados en su biopelícula anódica fueron

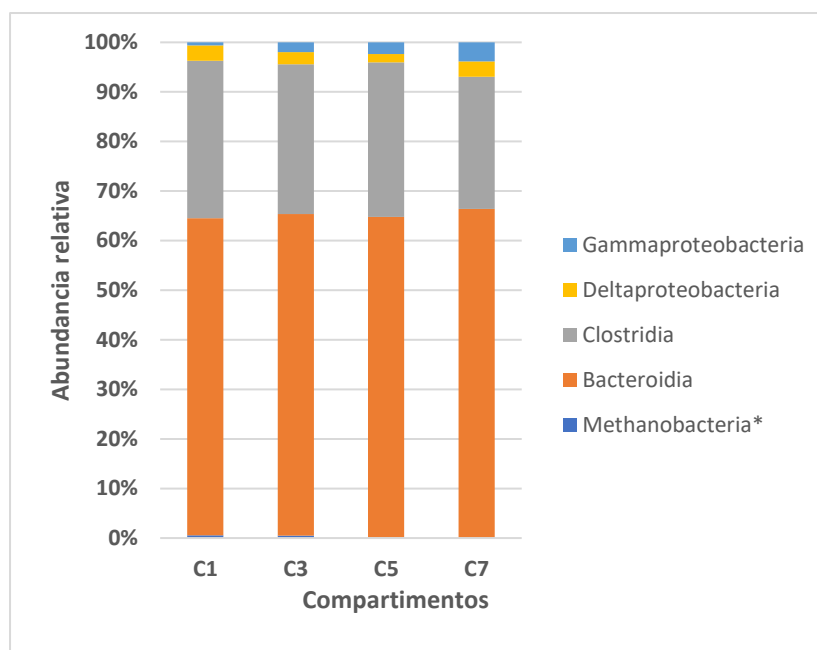
principalmente Bacteroidota, Proteobacteria y Firmicutes, donde el primero fue el que predominó (23%), y los otros dos presentaron una menor proporción, 14 y 9%, respectivamente. Con base en lo que registraron estos autores, concluyeron que los electrogénicos y otro tipo de microorganismos compitieron por el sustrato, el cual al final no se aprovechó para la producción de voltaje, lo cual se vio reflejado en su baja EC (no se mencionó el dato, pero sí su descripción).

La mayoría de las bacterias electroactivas de Proteobacteria usan flagelos para adherirse al electrodo y transferir los electrones, siendo directamente (Wang *et al.*, 2024). Entonces, en este trabajo, la forma en que se comportaron estas bacterias fue que su proporción incrementó conforme se avanzó de C1 hasta C7, en C3 y C5 fue casi lo mismo, de modo que siguiendo este orden los valores fueron 4.1%, 6.2%, 6.3% y 9.9%. Estas bajas concentraciones se pudieron deber a que dicho filo no tuvo la capacidad de degradar sustratos complejos como las vinazas mezcaleras, y el que en C7 se encontró dicho porcentaje, pudo ser la causa de que hubo una baja concentración de hidrógeno y una alta producción de AGV, como se mencionó anteriormente. Al haber menos hidrógeno, no hubo acarreadores de electrones que pudieron transportarlos hacia el electrodo, lo que posiblemente aumentó la resistencia de transferencia de carga (R_{tc}), la cual fue la más alta en C7 con un valor de 824 k Ω , Tabla 4.11.

Tabla 4.11. Resistencias de transferencia de carga del día 87, prueba final electroquímica de EIS.

Resistencia de transferencia de carga (Ω)			
C1	C3	C5	C7
334.8	73	564.7	824,090

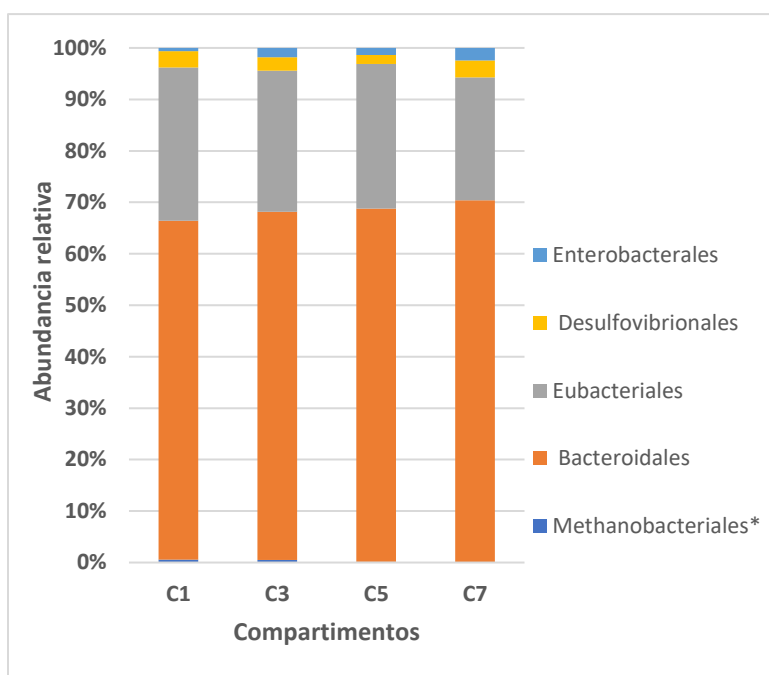
El filo Euryarchaeota, arquea, presentan metanogénicas (Lim *et al.*, 2020), y estas arqueas se encontraron en una concentración menor al 0.6%, ya que los valores oscilaron entre 0 y 0.5% en las cuatro cámaras estudiadas, lo cual demostró que las metanogénicas pudieron ser inhibidas.



Nota: *Corresponde a las arqueas

Figura 4.31. Clases de bacterias y arqueas identificadas.

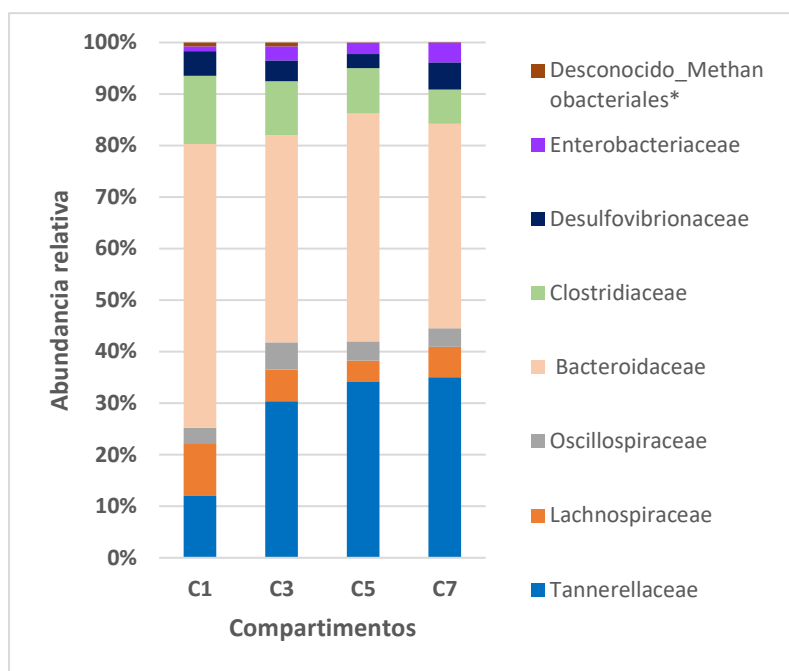
Del filo Bacteroidota, *Bacteroidia* fue la clase de mayor concentración en las cuatro cámaras, y fue la más abundante entre todas las clases, siendo 63.97% en C1, 64.86% en C3, 64.71% en C5, y 66.39% en C7. La clase Clostridia fue la segunda con mayor abundancia, con valores de 31.77%, 30.21%, 31.18% y 26.62% en las cámaras 1, 3, 5 y 7, respectivamente, Figura 4.31. Las bacterias pertenecientes a esta son de tipo electrogénicas al igual que las de las clases de Delta y Gammaproteobacteria, del filo Proteobacteria (Kumar *et al.*, 2015; Modestra *et al.*, 2020). De estas dos últimas clases, en la primera sus concentraciones se encontraron en 3.11% en C1, 2.51% en C3, 1.67% en C5 y 3.12% en C7, mientras que en la segunda fueron de 0.62%, 1.95%, 2.34% y 3.84% en los compartimentos 1, 3, 5 y 7, respectivamente, Figura 4.31. La clase *Methanobacteria* del filo Euryarchaeota tuvo el porcentaje de abundancia más bajo ya que sus valores se encontraron entre 0.03 y 0.53%, lo que nuevamente indicó que la actividad metanogénica pudo ser inhibida.



Nota: *Corresponde a las arqueas

Figura 4.32. Ordenes de bacterias y arqueas identificadas.

En la Figura 4.32 se pudo observar que el orden *Bacteroidales*, clase *Bacteroidia*, fue el predominante en todas las cámaras: 65.90% en C1, 67.64% en C3, 68.65% en C5 y 70.35% en C7, respectivamente. Como segundo orden se encontró Eubacteriales, con valores entre 27.43 y 29.74% en las tres primeras cámaras, mientras que en la última fue de 23.87%. Esto se vio reflejado en el género registrado de este orden, por lo que se explicó más adelante este comportamiento. *Desulfovibrionales*, clase *Deltaproteobacteria*, y *Enterobacterales*, clase *Gammaproteobacteria*, se encontraron en menores concentraciones. En el primero, en C1, C3, C5 y C7 hubo un 3.20%, 2.62%, 1.78% y 3.32%, respectivamente; en el segundo los porcentajes fueron aumentado de C1 hasta C7, excepto en C5, siendo 0.61%, 1.82%, 1.36% y 2.43%, Fig. 4.32. El orden *Methanobacteriales*, al que pertenecen las metanogénicas, continuó presentando una concentración menor a 1%, puesto que estuvo entre 0.03% y 0.55%.



Nota: *Corresponde a las arqueas

Figura 4.33. Familias de bacterias y arqueas identificadas.

La familia *Bacteroidaceae*, orden *Bacteroidales*, fue la más abundante, puesto que hidrolizó el alto contenido de polisacáridos de las vinazas mezcaleras; los valores fueron 55.11%, 40.19%, 44.20% y 39.70% en C1, C3, C5 y C7, respectivamente. La familia que le siguió en concentración fue la de *Tannerellaceae*, orden *Bacteroidales*, puesto que se pudo observar que en la primera cámara fue más baja, 12%, que en las demás, siendo 30.4% en C3, 34.21% en C5 y 35.01% en C7. Esta es de tipo hidrolítica (Zhu *et al.*, 2023), lo cual indicó que la C1 al ser la entrada de la CCM, fue la primera en recibir el sustrato para empezarlo a hidrolizar, sobre todo los carbohidratos, de modo que a las bacterias les pudo costar trabajo hacerlo y por eso no se desarrollaron como en las demás cámaras, puesto que las vinazas al fluir de una a otra se fueron degradando poco a poco y con ello se obtuvieron moléculas más pequeñas que pudieron consumir las bacterias de *Tannerellaceae* en los siguientes compartimentos, permitiendo así su desarrollo. La familia *Clostridiaceae*, orden *Eubacteriales*, fue la que siguió en cuanto a abundancia, esta fue disminuyendo a lo largo de las cámaras, en C1 fue 13.18%, en C3 fue 10.47%, en C5 fue 8.80% y en C7 fue 6.66%. Estas producen hidrógeno, son acidogénicas, y

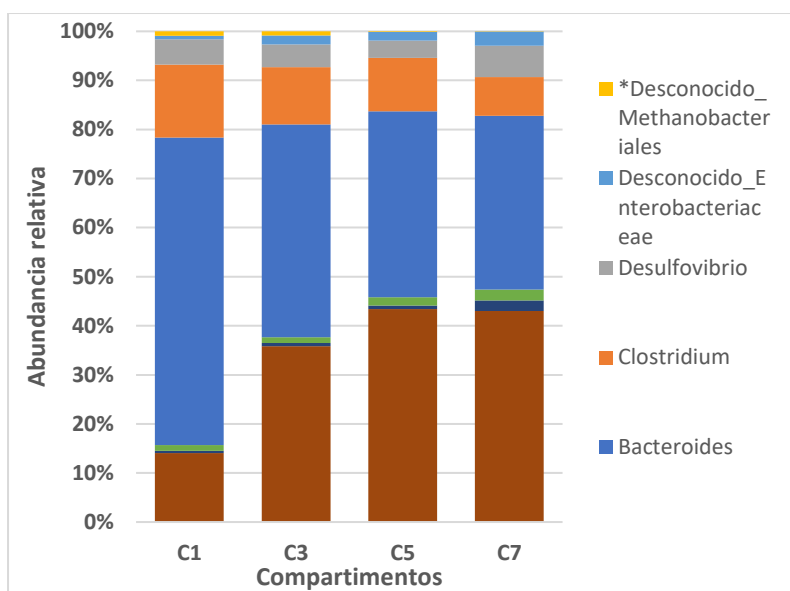
pueden vivir en un ambiente con un pH de 4.5 a 6 (Sarkar *et al.*, 2016; Bu *et al.*, 2021), entonces, dicho cambio secuencial pudo indicar que posiblemente a lo largo de las cámaras la concentración de H₂ fue disminuyendo, de modo que no hubo un acarreador de electrones accesible para liberar electrones hacia el electrodo y con ello la R_{tc} (día 87) fue aumentando, ya que en C5 fue de 564.6 Ω y en C7 fue de 824k Ω .

Otra familia que se registró fue la de *Lachnospiraceae*, orden Eubacteriales, con 10.23%, 6.12%, 4.06% y 5.95% en C1, C3, C5 y C7, respectivamente. Las bacterias de esta familia pueden degradar sustratos complejos, asimilan polisacáridos, para producir hidrógeno y AGV, puesto que son hidrolíticas y fermentativas (Khafipour *et al.*, 2020; Bu *et al.*, 2021), y también pueden ser homoacetogénicas, produciendo acetato (Qin *et al.*, 2021). En este caso, su alta concentración en C1 se pudo deber a la entrada del sustrato, por lo que hubo un contenido elevado de carbohidratos para hidrolizar, y con la ayuda de las electrogénicas pertenecientes a *Clostridiaceae*, y *Desulfovibrionaceae* y *Enterobacteriaceae* (se mencionaron más adelante), los electrones pudieron ser transferidos de manera directa o indirecta a la superficie anódica, puesto que la R_{tc} de C1 fue de 334.76k Ω , siendo menor a la de C7. La familia *Oscillospiraceae*, orden Eubacteriales, se caracteriza por ser hidrolítica y degradar carbohidratos, al igual que por producir AGV (Gu *et al.*, 2021); su concentración en la cámara 1 representó el 2.99%, en la 3 fue 5.30%, en la 5 fue 3.74% y en la 7 fue 3.56%. Así que, es posible que en C3 hubo una mayor hidrólisis de carbohidratos permitiendo la liberación de electrones para ser transportados al electrodo, puesto que C3 presentó la menor R_{tc} de las cuatro (del día 87), siendo 73.08 Ω .

Las familias de *Desulfovibrionaceae*, orden Desulfovibrionales, y *Enterobacteriaceae*, orden Enterobacterales, son otras que presentan bacterias electroactivas. La primera tuvo los valores de 4.79%, 4.01%, 2.78% y 5.25% en C1, C3, C5 y C7, respectivamente, y su comportamiento se explicó por medio de su respectivo género encontrado; de la segunda se obtuvo 0.91% en la cámara 1, 2.77% en la cámara 3, 2.12% en la cámara 5 y 3.84% en la cámara 7, Figura 4.34. *Enterobacteriaceae* es una familia que fermenta azúcares y que posee

electrogénicos, siendo *Enterobacter* un género de este tipo de bacterias, el cual oxida diferentes fuentes de carbón, como la glucosa (fermentación), y produce hidrógeno (Rodríguez, 2016). Una de sus especies, *Enterobacter bugandensis* 247BMC, fue registrada como electrogénica (Becerril-Valera *et al.*, 2021). Así que, el que se tuvo dicha familia en menor proporción en todas las cámaras es posible que se debió a que fue menos competitiva, es decir, que *Bacteroidaceae* y *Tannerellaceae* pudieron ser más fuertes de modo que lograron oxidar una mayor cantidad de carbohidratos para la liberación de electrones, los cuales utilizaron para sus procesos metabólicos (p. ej., fermentación) y no para la producción de voltaje ya que la EC de la CCM 7 ($0.13 \pm 0.05\%$) fue baja, menor a 1%, y más pequeña que la de las CCM 1 ($0.17 \pm 0.05\%$).

La última familia perteneció al orden *Methanobacteriales*, Figura 4.33, pero se clasificó como desconocida ya que el laboratorio que realizó el estudio de comunidades microbianas de las biopelículas señaló que no se pudo realizar una determinación certera sobre su nivel taxonómico. Aun así, dado que las metanogénicas pertenecen a esta, estas posiblemente fueron inhibidas dado que su representación fue menor al 1%, puesto que varió entre 0.03 y 0.78%. Estas bacterias pudieron afectar la EC ya que consumieron acetato o AGV para la generación de metano, y por tanto, las electrogénicas obtuvieron menos alimento para liberar electrones hacia el ánodo. El pH ácido constante con el que se operó pudo ser una de las causas porque dichas arqueas necesitan estar en un medio de entre 6.5 y 8 para tener un desarrollo adecuado (Vivanco *et al.*, 2018; Velarde *et al.*, 2019). En la celda, el pH del sustrato estuvo mayormente entre 4.75 y 5.9 (Figura 4.30), puesto que durante los 41 días de operación, solo siete de las treinta y cuatro mediciones realizadas en la C1 y C7 tuvieron valores mayores de 6, pero no se alcanzó un pH de 6.5.



Nota: *Corresponde a las arqueas

Figura 4.34. Géneros de bacterias identificadas.

El género *Bacteroides*, familia *Bacteroidaceae*, fue el que predominó con los siguientes valores: 75.74% en C1, 72.68% en C3, 72.43% en C5 y 71.20% en C7, Figura 4.34. Este se caracteriza por tener bacterias hidrolíticas y acidogénicas (fermentadoras), que pueden producir AGV (Sarkar *et al.*, 2016; Kabainova *et al.*, 2022), y que pueden degradar diversas fuentes de carbono, como glucosa, fructuosa, almidón, entre otros, por lo que generalmente se encuentran presentes en la degradación anaerobia de materia orgánica (Kabainova *et al.*, 2022). También, son productoras de hidrógeno y contribuyen a la generación de voltaje ya que producen metabolitos para los electrogénicos (Almatouq *et al.*, 2020). Así que, este género pudo contribuir para la obtención de una remoción alta de carbohidratos, entre 78% y 82%, ya que el contenido de las vinazas fue en su mayoría azúcares. Sin embargo, esto pudo afectar la producción de voltaje ya que su población superó a la de los géneros electrogénicos como *Clostridium* y *Desulfovibrio*, por lo que fue posible que no les pudo proveer metabolitos ya que los utilizó para su desarrollo. Esto se vio reflejado en la EC que obtuvo la CCM 7, la cual fue $0.13 \pm 0.05\%$, menor al 1%.

El siguiente género que tuvo la representación más alta fue *Clostridium*, el cual tiene bacterias fermentadoras y productoras de hidrógeno, pero que también generan voltaje (Díaz-Barajas *et al.*, 2024). El transporte de electrones lo pueden hacer mediante proteínas externas en la membrana o mediadores solubles (Modestra *et al.*, 2020). Aunque esto indicó la presencia de electrogénicos, solo entre el 15% y 21% de las bacterias se encontraron en este género. En C1, C3 y C5 su representación fue de 18%, 19.52% y 20.82%, respectivamente, pero en C7 fue de 15.87%, Figura 4.34. Esto coincidió con la R_{tc} (del día 87) de esta última cámara ya que fue la más alta, siendo 824 k Ω , por lo que se dificultó la transferencia de electrones por la posible falta de mediadores, y posiblemente debieron competir con *Bacteroides* para obtener carbono para su sobrevivencia. Además, al operar con un pH ácido, pudo haber una concentración alta de H^+ en C7 que afectó la transferencia de electrones entre especies redox y la superficie anódica, lo cual se vio reflejado en su R_{tc} .

Por último, se obtuvo el género *Desulfovibrio*, el cual presenta bacterias sulfato reductoras (SBR por sus siglas en inglés) y que pueden oxidar parcialmente los sustratos, como glucosa, acetato (Becerril-Valera *et al.*, 2021; Harirchi *et al.*, 2022); debido a esto, las SBR están en continua competencia con los metanogénicos para la obtención de acetato (Logan *et al.*, 2019). También, este género presenta electrogénicos, los cuales transfieren electrones mediante los citocromos c (Kumar *et al.*, 2020). Entonces, sobre su representación, se encontró en mayor proporción en C7, 12.93%, mientras que en C1, C3 y C5 fue de 6.26%, 7.80% y 6.74%, respectivamente, Figura 4.34. Primeramente, la presencia de los SBR se pudo deber a las sales inorgánicas contenidas en las vinazas, siendo en este caso los sulfatos, y su baja concentración pudo ser causada por dos posibles razones, la primera fue por la competencia con *Bacteroides* ya que estas tuvieron la facilidad de degradar compuestos complejos, y la segunda fue porque del total de SDT de las vinazas utilizadas, se encontró que solo una décima parte perteneció a los SDF, en los que se encuentran los sulfatos. En C7 pudo haber una acumulación de dichas sales ya que dichas bacterias no oxidaron del todo el sustrato, lo que afectó al transporte de cargas para la obtención de electrones en la superficie anódica, esto lo demostró la

R_{tc} de 824k Ω , por lo que la generación de voltaje fue afectada, y la baja EC de la CCM 7, la cual fue menor al 1%.

Los géneros que pertenecieron a las familias de *Methanobacteriales*, *Enterobacteriaceae*, *Oscillospiraceae*, *Lachnospiraceae* y *Tannerellaceae*, Figura 4.35, se clasificaron como desconocidos ya que el laboratorio que realizó el estudio de comunidades microbianas de las biopelículas señaló que no se pudo realizar una determinación certera sobre su nivel taxonómico.

5 Conclusiones

Las CCM apiladas y las CCM 1 lograron producir un voltaje mayor de 0.2 V, y brindaron un tratamiento a las vinazas mezcaleras ya que se obtuvo una remoción de DQO en todas las celdas. Sin embargo, esta última no alcanzó un valor alto ya que fue menor a 35%, y no hubo una diferencia significativa entre todas las celdas, lo que demuestra que las vinazas mezcaleras son sustratos complejos difíciles de degradar. El contenido de carbohidratos que contiene esta agua residual provee una fuente rica en carbono para las bacterias y arqueas para su desarrollo, lo cual se demostró con la remoción elevada de estos, que osciló entre el 78 y 82%. Como tal, no hubo diferencia significativa entre todas las CCM respecto las remociones de SSV, proteínas, carbohidratos y DQO, por tanto, la degradación de materia orgánica no varió en función del número de cámaras anódicas.

En cuanto a la generación de voltaje, las celdas apiladas lograron producir un diferencial de potencial mayor a las CCM 1, 0.164 ± 0.180 V y 2.93 ± 4 mW/m², por lo que se aceptó la hipótesis planteada. Las CCM 5 y 7 generaron los voltajes más altos, 0.515 ± 0.114 V (28.89 ± 11.98 mW/m²) y 0.540 ± 0.154 V (31.79 ± 16.45 mW/m²), respectivamente. No hubo una diferencia significativa entre las CCM 5 y 7 en cuanto al voltaje producido. Esto mismo aplicó para las remociones medidas de SSV, proteínas, carbohidratos y DQO de dichas celdas ya que no variaron de forma significativa entre todas las celdas utilizadas en la experimentación. Sin embargo, sobre la EC sí hubo diferencias, puesto que difirió significativamente entre las celdas de 1 ($0.23 \pm 0.07\%$) y 7 ($0.13 \pm 0.05\%$) cámaras, mientras que no lo hizo entre las de 1, 3 ($0.20 \pm 0.09\%$) y 5 ($0.17 \pm 0.05\%$) cámaras. Esto demuestra que la celda con el menor número de cámaras utilizó una mayor cantidad de electrones para la generación de voltaje respecto a la celda que tuvo más cámaras, lo cual puede ser causa de la competitividad microbiana en la CCM 7 ya que tuvo seis biopelículas más que la CCM 1, y al proceso natural de fermentación de las vinazas mezcaleras. No obstante, la generación de potencial eléctrico en las celdas se vio limitada por el catolito, $K_2S_2O_8$, ya que conforme se consumió, es decir, se hidrolizó para generar sulfatos y protones, los valores del voltaje disminuyeron, este fue un factor limitante para el desempeño de las CCM.

A partir del comportamiento electroquímico se observó que las resistencias de transferencia de carga (R_{tc}) de celda completa, del día 87 (EIS final), aumentaron en todas las celdas, lo cual indicó la formación de una biopelícula a lo largo de los 41 días de operación en circuito cerrado. Las CCM 1 presentaron el valor más alto, siendo de 1,283.3 Ω , mientras que en las CCM 3, 5 y 7 fueron de 127.5, 105.8 y 173.85 Ω , respectivamente. Con esto se dedujo que utilizar una sola cámara anódica, con una biopelícula para la degradación de vinaza mezcalera, no fue adecuado a causa de su alto contenido de materia orgánica, mientras que el emplear entre tres y siete biopelículas facilitó la transferencia de electrones a la superficie anódica, donde la CCM 5 mostró la R_{tc} más pequeña. Con base en lo anterior, y a que esta última celda presentó el mayor voltaje junto con la EC obtenida, se sugiere que la CCM 5 continúe en investigación para mejorar su desempeño eléctrico y su remoción de DQO ($28.03 \pm 6.0\%$), ya que este fue menor al 36%, en tanto se emplee como sustrato vinazas mezcaleras. Respecto a la CCM 7, con la que no tuvo diferencias significativas tanto en voltaje como en remoción de DQO, puede concluirse que la cantidad de recursos empleados se reduce, así como los costos generados, siendo más fácil su operación, ya que la CCM 5 tuvo 5 compartimentos.

De las bacterias identificadas en la CCM 7 mediante el gen 16S rRNA, se obtuvo que Bacteroidota fue el filo predominante, con una representación mayor al 58%, después de este se encontró Firmicutes que osciló entre 29 y 35% y Proteobacteria varió entre 4 y 10%. Esto demostró que hubo una mayor actividad sobre la fermentación de azúcares y la reducción de sulfatos en las biopelículas de C1, C3, C5 y C7, lo cual coincidió con la baja EC de la CCM 7. Aun así, se obtuvieron electrogénicos pertenecientes a *Desulfovibrio* y *Clostridium*, aunque estos se vieron superados por *Bacteroides* ya que degrada sustratos complejos con facilidad y utiliza los electrones liberados para el metabolismo de las bacterias. Esto se vio reflejado en C7 ya que presentó la R_{tc} de mayor valor, 824k Ω , puesto que la competitividad por la obtención de electrones para el desarrollo dentro de la biopelícula afectó el transporte de estas cargas al ánodo. Así que, aunque se tengan electrogénicos, no significa que el voltaje aumentará de forma exponencial ya que ciertas especies electroactivas son mejores que otras, por ejemplo, las Proteobacteria tienen

electrogénicos con mayor capacidad de transferencia de electrones al ánodo que los que pertenecen a Firmicutes. Además, la competitividad microbiana es alta, ya que se interponen otros procesos metabólicos, en este caso la fermentación de las vinazas. Es por esto que, para investigaciones futuras sobre celdas apiladas con deflectores y alimentadas con vinazas mezcaleras, se sugiere un monitoreo continuo de cada compartimento para registrar los parámetros que llevan a una mayor comprensión de las comunidades microbianas, como es el caso de las condiciones ambientales: pH, temperatura y potencial de oxidación-reducción, las remociones de SSV, DQO y carbohidratos, y el voltaje producido en cada cámara.

Bibliografía

Abellan-Schneyder, I., Matchado, M.S., Reitmeier, S., Sommer, A., Sewald, Z., Baumbach, J., List, M., y Neuhaus, K. (2021). Primer, pipelines, parameters: issues in 16S rRNA gene sequencing. *mSphere*, 6 (1). <https://doi.org/10.1128/mSphere.01202-20>.

Aelterman, P., Rabey, K., Pham, P., Boon, N., y Verstraete. (2006). Continuous Electricity Generation at High Voltages and Currents Using Stacked Microbial Fuel Cells. *ENVIRONMENTAL SCIENCE & TECHNOLOGY*, 40 (10), pp. 3388-3394.

Ahmed, J. Thakur, A. y Goyal, A. (2022). De Biological Treatment of Industrial Wastewater. En *Industrial Wastewater and Its Toxic Effects* (pp. 1-14). The Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/9781839165399>

Alaei, M. A., Saeid, S., Luo, J., y Ortiz, I. (2018). Significance, evolution and recent advances in adsorption technology, materials and processes for desalination, water softening and salt removal. *Journal of Environment Management*, 215, 324-344. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.03.040>

Almatouq, A., Babatunde, A. O., Khajah, M., Webster, G., y Alfodari, M. (2020). Microbial community structure of anode electrodes in microbial fuel cells and microbial electrolysis cells. *Journal of Water Process Engineering*, 34. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101140>

American Public Health Association, American Water Works Association y Water Environment FEDERATION. (1990). 2310 B. Titration Method. https://beta-static.fishersci.com/content/dam/fishersci/en_US/documents/programs/scientific/technical-documents/white-papers/apha-water-testing-standard-methods-introduction-white-paper.pdf

Anónimo. (27 de febrero, 2012). CEA exhorta a tequileros a tratar sus vinazas. CEA Jalisco. Recuperado de http://www.ceajalisco.gob.mx/notas/2012/nota_exhorta_tratar_vinazas.html

Arkatkar, A., Mungray, A. y Sharma, P. (2019). Effect of treatment on electron transfer mechanism in microbial fuel cell. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*. 10.1080/15567036.2019.1668878

Arkatkar, A., Mungray A. y Sharma, P. (2021). *Study of electrochemical activity zone of Pseudomonas aeruginosa in microbial fuel cell*. *Process Biochemistry*, 101, 213-217. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2020.11.020>

Arvin, A., Hosseini, M., Mehdi, M., Najafpour, G., y Ghasemi, Y. (2019). A comparative study of the anaerobic baffled reactor and an integrated anaerobic baffled reactor and microbial electrolysis cell for treatment of petrochemical

wastewater. *Biochemical Engineering Journal*, 144, 157-165. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2019.01.021>.

Asensio, Y. Mansilla, E., Fernandez-Marchantes, C. M., Lobato, J., Cañizares, P., y Rodrigo M. A. (2017). Towards the scale-up of bioelectrogenic technology: stacking microbial fuel cells to produce larger amounts of electricity. *Journal of Applied Electrochemistry*, 47. 10.1007/s10800-017-1101-2

AutoSolar. (2024). ¿Qué voltaje se necesita para encender un LED? AutoSolar. Consultado el 25 de octubre de 2024. <https://autosolar.es/en/eficiencia-energetica/que-voltaje-se-necesita-para-encender-un-led>

Bamos, G., Gargala, Z., Apostolopoulos, I., y Antonopoulou, G. (2024) Electrochemical Characteristics of Microbial Fuel Cells Operating with Various Food Industry Wastewaters. *Processes*, 12 (1244). <https://doi.org/10.3390/pr12061244>

Banerjee, A., Rajnish, K. y Subhashis, D. (2023). Effect of pH, COD, and HRT on the Performance of Microbial Fuel Cell Using Synthetic Dairy Wastewater. *Water* 15, 19 (3472). <https://doi.org/10.3390/w15193472>

Bazina, N., Ahmed T. G., Almdaaf, M., Jibia, S., y Sarker, M. (2023). Power generation from wastewater using microbial fuel cells: A review. *Journal of Biotechnology*, 374, 17-30. <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2023.07.006>

Becerril-Varela, K., Serment-Guerrero, J. H., Manzanares-Leal, G. L., Ramírez-Durán, N., y Guerrero-Barajas, C. (2021). Generation of electrical energy in a microbial fuel cell coupling acetate oxidation to Fe³⁺ reduction and isolation of the involved bacteria. *World journal of microbiology & biotechnology*, 37(6), 104. <https://doi.org/10.1007/s11274-021-03077-4>

bp. (2022). *bp Statistical Review of World Energy* (Edición 71). Whitehouse Associates. <https://www.bp.com/content/dam/bp/business-sites/en/global/corporate/pdfs/energy-economics/statistical-review/bp-stats-review-2022-full-report.pdf>

Bulsamen, J. P. (2010). Bacterias electrogénicas: de los sedimentos a las celdas de combustible microbianas. *CIENCIA E INVESTIGACIÓN*, 60 (2). https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/12626/CONICET_Digital_Nro.15745.pdf?sequence=1&isAllowed=y#:~:text=Microorganismos%20electrog%C3%A9nicos%3A%20tambi%C3%A9n%20definidos%20como,produciendo%20entonces%20una%20corriente%20el%C3%A9ctrica.

California Water Board. (2010). *Folleto Informativo Conductividad Eléctrica/Salinidad* [folleto informativo]. https://www.waterboards.ca.gov/water_issues/programs/swamp/docs/cwt/guidance/3130sp.pdf

Cárcamo, B. y Noriega, G. (2009). Producción artesanal y tradicional de mezcal. SIPIG-UNAM. https://www.nacionmulticultural.unam.mx/edespig/diagnostico_y_perspectivas/REC UADROS/CAPITULO%206/2%20PRODUCCION%20ARTESANAL.pdf

Cárdenas, A., Alvarado, C. D., Pichardo, E. G., Martínez, J. D., Camacho, E., Rodríguez, M. C., Pérez, V., y Rico, M. A. (2022). Celdas de combustible microbiano como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. *Temas de Ciencia y Tecnología*, 26 (76), pp. 3-10.

Cercado, B. (2014). Sistemas Bioelectroquímicos Microbianos (SBEM) para remoción de contaminación, generación de energía limpia y otros usos prometedores. *Nthe*, (8), pp. 10-15.

Chang, Shih-Hsien; Wu, Chih-Hung; Chang, Dong-Kai y Lin, Chi-Wen. (2014). Effects of mediator producer and dissolved oxygen on electricity generation in a baffled stacking microbial fuel cell treating high strength molasses wastewater. *International Journal of Hydrogen Energy*. 39, pp.11722–11730. 10.1016/j.ijhydene.2014.05.107.

Chauca, G. y Lizet D. (2018). Aprovechamiento de residuos sólidos orgánicos y de aguas residuales en bioceldas para generar energía eléctrica a nivel de laboratorio – 2018 [tesis de licenciatura, Universidad Cesar Vallejo].

Cheng, K., Hu, J., Hou, H., Liu, B., Chen, Q., Pan, K., Pu, W., Yang, J., Wu, X., y Yang, C. (2017). Aerobic granular sludge inoculated microbial fuel cells for enhanced epoxy reactive diluent wastewater treatment. *Bioresource Technology*, 229, pp. 126–133. 10.1016/j.biortech.2016.12.115

Comité Consultivo Nacional de Normalización de la Secretaría de Economía. (2016, 18 de agosto). *NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-070-SCFI-2016, BEBIDAS ALCOHÓLICAS-MEZCAL-ESPECIFICACIONES*. Diario Oficial de la Federación. https://www.dof.gob.mx/normasOficiales/6437/seeco11_C/seeco11_C.html

Consejo Regulador del Tequila. (2019a). Manual del Técnico Tequilero. CRT: Guadalajara. Recuperado de https://www.crt.org.mx/images/Documentos/Manual_Tecnico_Tequilero/ManualTecnicoTequilero%20-ImpresionAlta.pdf

Consejo Regulador del Tequila. (2019b). Proceso de Elaboración del Tequila. CTR. Recuperado de <https://www.crt.org.mx/index.php/es/el-tequila-3/elaboracion-normativa/63-proceso-de-elaboracion-de-tequila>

INEGI y Consejo Agropecuario de Jalisco. (2019). Conociendo la Industria del tequila y Mezcal. Recuperado de

https://www.inegi.org.mx/contenidos/productos/prod_serv/contenidos/espanol/bvinegi/productos/nueva_estruc/702825189600.pdf

Consejo Regulador del Mezcal. (2022). *Informe Estadístico 2022* (informe del 2022). Consejo Mexicano Regulador de la Calidad del Mezcal. https://comercamdom.org.mx/wp-content/uploads/2022/06/INFORME-2022-_II_-SINTESIS.pdf

Costa, J. M. (2004). LA ELECTROQUÍMICA: CUANDO EL PASADO ERA PRESENTE. *Diagonal*, 647. Recuperado de <http://www.uco.es/electroquimica-rseq/Costa.pdf>

Debabrata Das. (2018). Fuel cell A Bioelectrochemical System that Converts Waste to Watts. *Springer*. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-66793-5>

Deng, Y. (2022, 23 de diciembre). *Surface Roughness: Everything You Need to Know*. <https://proleantech.com/surface-roughness-everything-you-need-to-know/>

Destilería Cazales. (2022). ¿Quiénes somos? Mezcal de Morelos. <http://mezcaldemorelos.com/services.html>

Diario Oficial de la Federación. (2022, 2 de mayo). *NORMA Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-2021, Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de la calidad del agua*. https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5650705&fecha=02/05/2022#gsc.tab=0

Díaz Barajas, S. A. Garzón Zuñiga, M. A. y Moreno Andrade, I. (2020). Tratamiento de vinazas de mezcal: revisión de procesos y propuesta de tren de tratamiento. *Revista Latinoamericana el Ambiente y las Ciencias*, 11(28), 216-220.

Estrada, E. B. (2018). *CARACTERIZACIÓN DE UN SISTEMA HÍBRIDO CONFORMADO POR UN STACK DE CELDAS DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS-PANELES FOTOVOLTAICOS PARA LA PRODUCCIÓN DE ELECTRICIDAD A TRAVÉS DEL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES Y RADIACIÓN SOLAR* (proyecto 221433). Instituto Mexicano de Tecnología del Agua. <http://repositorio.imta.mx/bitstream/handle/20.500.12013/2149/TC-1514.6.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

Elgrishi, N. (2018). A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry. *Journal of Chemical Education*, 95, 197-206. <http://dx.doi.org/10.1021/acs.jchemed.7b00361>

Feng, Y., Yang, Q., Wang, X., y Logan, B. E. (2010). Treatment of carbon fiber brush anodes for improving power generation in air-cathode microbial fuel cells. *Journal of Power Sources*, 195(7), pp. 1841–1844. 10.1016/j.jpowsour.2009.10.030

Flimban, S. G. A., Ismail, I. M. I., Kim, T., y Oh, S. -E. (2019). Overview of Recent Advancements in the Microbial Fuel Cell from Fundamentals to Applications:

Design, Major Elements, and Scalability. *Energies*, 12(17), 3390. <https://doi.org/10.3390/en12173390>

Fondriest Environmental, Inc. (2014). Conductivity, Salinity and Total Dissolved Solids. Fundamentals of Environmental Measurements. <https://www.fondriest.com/environmental-measurements/parameters/water-quality/conductivity-salinity-tds/>

Galindo, R. (2022). Determinaciones de los niveles mediante voltamperometría cíclica [presentación]. https://www.cio.mx/invest_13/gpom/archivos/Taller%20_CaracterizacionEQ_sesion2.pdf

Gallardo, J. et al. (2015). *CIENCIA Y TECNOLOGÍA DEL TEQUILA: AVANCES Y PERSPECTIVA*. Grupo Promueve y Ping Pong Branding.

GAMRY INSTRUMENTS. (2023). Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy. GAMRY INSTRUMENTS. Recuperado de <https://www.gamry.com/application-notes/EIS/basics-of-electrochemical-impedance-spectroscopy/>

Ghasemi, M., Wan Daud, W. R., Ismail, M., Rahimnejad, M., Ismail, A. F., Leong, J. X., Miskan, M., y Liew, K. B. (2013). Effect of pre-treatment and biofouling of proton exchange membrane on microbial fuel cell performance. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(13), 5480–5484. 10.1016/j.ijhydene.2012.09.148

González, J. A. y Dzib, L. R. (2015). *Introducción a la electroquímica* (pp. 116-119). CONACULTA. https://www.researchgate.net/publication/278159066_Problematika_y_diagnostico_de_Sistemas_Constructivos_con_Metales_Estado_del_Arte

Guadarrama, V. H. (2022). *DINÁMICA POBLACIONAL DE CONSORCIOS EN CELDAS DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS USADAS PARA EL TRATAMIENTO DE VINAZAS Y MELAZA* (tesis de doctorado, IMTA). Repositorio Institucional del IMTA

Gurung, A. y Oh, S. (2012) The Performance of Serially and Parallely Connected Microbial Fuel Cells. *Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization, and Environmental Effects*, 34 (17), pp. 1591-1598. 10.1080/15567036.2011.629277

HACH. (2024). Sólidos (totales y disueltos). *HACH Be Right*. <https://es.hach.com/parameters/solids>

Hamilton, D. & Zhang, H. (2016). *Solids Content of Wastewater and Manure* (código BAE-1759). Oklahoma State University. <https://extension.okstate.edu/fact-sheets/print-publications/bae/solids-content-of-wastewater-and-manure-bae-1759.pdf>

HIOKI. (2021). Diagrama de Nyquist para la medición de impedancia de baterías de iones de litio. HIOKI. <https://www.hioki.com/us-es/learning/electricity/nyquist.html>

Huang, L., Regan, J. M., y Quan, X. (2010) Electron transfer mechanisms, new applications, and performance of biocathode microbial fuel cells. *Bioresource Technology*, 102, pp.316-323.

Huarachi-Olivera, R., Dueñas-Gonza, A., Yapo-Pari, U., Vega, P., Romero-Ugarte, M., Tapia, J., Lonia, L., Lazarte-Rivera, A., Pacheco-Salazar, D. G., y Esparza, M. (2018). Bioelectrogenesis with microbial fuel cells (MFCs) using the microalga *Chlorella vulgaris* and bacterial communities. *Electronic Journal of Biotechnology*, 31, pp. 34-43. <https://doi.org/10.1016/j.ejbt.2017.10.013>.

Huipeng Liu, Baogang Zhang, Ye Liu, Zhijun Wang y Liting Hao. (2015). Continuous bioelectricity generation with simultaneous sulfide and organics removals in an anaerobic baffled stacking microbial fuel cell. *International Journal of Hydrogen Energy*, 40 (25), pp. 8128-813. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2015.04.103>.

Ibarra-Camacho, R. y León-Duharte, L. (2018). CARACTERIZACIÓN QUÍMICO-FÍSICA DE VINAZAS DE DESTILERÍAS. *Ciencia en su PC*, 1 (2). <https://www.redalyc.org/journal/1813/181358410001/html/#:~:text=La%20conductividad%20el%C3%A9ctrica%20est%C3%A1%20entre,fundamentalmente%20sodio%2C%20potasio%20y%20hierro>.

Jadhav, D. Ghadge A. y Ghangrekar, M. (2014). Simultaneous organic matter removal and disinfection of wastewater with enhanced power generation in microbial fuel cell. *Bioresource Technology*, 163, 328-334. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2014.04.055>

Jain, S. y Mungray, A.K. (2020). Comparative study of different hydro-dynamic flow in microbial fuel cell stacks, *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 27 (8). <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2020.10.016>

Kim J., Cheng S., OH S., y Logan (2007). Power Generation Using Different Cation, Anion, and Ultrafiltration Membranes in Microbial Fuel Cells. *Environmental SCIENCE and TECHNOLOGY*, 41(3), 1004-1009. 10.1021/es062202m

Kim, T., Kang, S., Kim, H.W., Paek, Y., Sung, J. H., Kim, Y. H., y Jang, J. K. (2017). Assessment of organic removal in series- and parallel-connected microbial fuel cell stacks. *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, 22, pp. 739–747. <https://doi.org/10.1007/s12257-017-0378-7>

Kim, B., Mohan, S. V., Fapyane, D., y Chang, I. S. (2020). Controlling Voltage Reversal in Microbial Fuel Cells. *Trends in biotechnology*, 38(6), 667–678. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2019.12.007>

Kumar, R., Singh, L., Wahid, Z. A., y Din, M. F. M. (2015). Exoelectrogens in microbial fuel cells toward bioelectricity generation: a review. *Int. J. Energy Res.*, 39, 1048–1067. doi: 10.1002/er.3305.

Kurita. (s.f.) *Acerca de nosotros*. Kurita. <https://www.kurita.eu/es/about-us>

Lazanas, A. y Prodromidis, M. (2023). Electrochemical Impedance Spectroscopy-A Tutorial. *ACS Measurement Science*, 3, 162-193. <https://doi.org/10.1021/acsmesuresciau.2c00070?urlappend=%3Fref%3DPDF&jav=VoR&rel=cite-as>

Li, J., Fu, Q., Liao, Q., Zhu, X., Ye, D., y Tian, X. (2009). Persulfate: A self-activated cathodic electron acceptor for microbial fuel cells. *Journal of Power Sources*, 194 (1), 269–274. doi:10.1016/j.jpowsour.2009.04.055

Lim, J. W., Park, T., Tong, Y. W. y Yu, Z. (2020). Chapter One - The microbiome driving anaerobic digestion and microbial análisis. *Advances in Bioenergy*, 5, 1-61. <https://doi.org/10.1016/bs.aibe.2020.04.001>

Logan, B. (2008). *MICROBIAL FUEL CELLS*. WILEY.

López, C., Buitrón, G., García, H. y Cervantes, F. (2017). *Tratamiento biológico de aguas residuales: Principios, modelación y diseño*. IWA PUBLISHING.

López. M. A., González, O. I., Cabral, H., Delgado, C., y Guizani, M. (2019). Use of Cyclic Voltammetry to Describe the Electrochemical Behavior of a Dual-Chamber Microbial Fuel Cell. *Energies*, 12. <http://dx.doi.org/10.3390/en12183532>

Mahdi, F., Abu-Alhail, S. y Dawood, A. (2022). Performance of the anaerobic baffled reactor for primary treatment of rural domestic wastewater in Iraq. *Open Engineering*, 12(1), 859-865. <https://doi.org/10.1515/eng-2022-0346>

Mahmoud, R. H., Samhan, F. A., Ali, G. H., Ibrahim, M. K. y Hassan, R. Y. A. (2018). Assisting the biofilm formation of exoelectrogens using nanostructured microbial fuel cells. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 824, 128-135. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2018.07.045>.

Matus, S., Sevilla, S.G., Fernández, D., Montañez, A., Blanco, E., Naranjo, L., Llanova, A., y Sarmanto, N. (2022). Oportunidades de la economía circular en el tratamiento de aguas residuales en América Latina y el Caribe. *CEPAL-Serie Recursos Naturales y Desarrollo*, 213, 1-97.

Mehravanfar, H. Mahdavi, M. y Gheshlaghi, R. (2019). Economic optimization of stacked microbial fuel cells to maximize power generation and treatment of

wastewater with minimal operating costs. *International Journal of Hydrogen Energy*, 44. 10.1016/j.ijhydene.2019.06.010.

Mezcal Carreño. (2023). Proceso del Mezcal. *Mezcal Carreño*. <https://mezcalcarreno.com/cultura/proceso-del-mezcal/>

Mezcal Cómplice. (18 de febrero, 2018). AGAVES SILVESTRES Y CULTIVADOS. *Mezcal Cómplice*. <https://mezcalcomplice.com/agaves-silvestres-cultivados/>

METCALF y EDDY. (2014). *Wastewater Engineering, Treatment and Resource Recovery* (quinta edición). McGrawHill.

Minutillo, M., Di Micco, S., Di Giorgio, P., Erme, G. y Jannelli, E. (2021). Investigating Air-Cathode Microbial Fuel Cells Performance under Different Serially and Parallely Connected Configurations. *Energies*, 14 (5116). <https://doi.org/10.3390/en14165116>

Modestra, A., Nagendranatha, C., Vamshi, K., Min, B., y Venkata, S. (2020). Regulated surface potential impacts bioelectrogenic activity, interfacial electron transfer and microbial dynamics in microbial fuel cell. *Renewable Energy*, 149, 424-434. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2019.12.018>

Mora Collazos A. y Bravo Montañó E. (2017). Diversidad bacteriana asociada a biopelículas anódicas en celdas de combustible microbianas alimentadas con aguas residuales. *Acta Biológica Colombiana*, 22(1), pp. 77-84. DOI: <http://dx.doi.org/10.15446/abc.v22n1.55766>

New Mexico Environmental Public Health Tracking. (2021). pH and Conductivity and Drinking Water. NM-EPHT. [https://nmtracking.doh.nm.gov/environment/water/PHConductivity.html#:~:text=Wa%20with%20conductivity%20above%20840,%2Fcm\)%20for%20drinking%20water.](https://nmtracking.doh.nm.gov/environment/water/PHConductivity.html#:~:text=Wa%20with%20conductivity%20above%20840,%2Fcm)%20for%20drinking%20water.)

ONU. (2016). AGUA LIMPIA Y SANEAMIENTO: POR QUÉ ES IMPORTANTE. https://www.un.org/sustainabledevelopment/es/wpcontent/uploads/sites/3/2016/10/6_Spanish_Why_it_Matters.pdf

Ordaz-Díaz, L. A., Rodríguez, M. D. J., Rivera, O. F., y Valle-Cervantes, S. (2019). La vinaza del mezcal, un producto que de contaminante puede ser fertilizante. *eeek'*, 8(4). Recuperado de https://www.researchgate.net/publication/342987865_La_Vinaza_del_Mezcal_un_producto_que_de_contaminante_puede_ser_un_fertilizante

PAQUES. (2022). *Sobre nosotros*. PAQUES. <https://es.paques.nl/about-us-es>

Parkash, A. (2016). Microbial Fuel Cells: A Source of Bioenergy. *Journal of Microbial & Biochemical Technology*, 8 (3), pp. 247-255. doi: 10.4172/1948-5948.1000293

Parra, R. A. (2015). Digestión anaeróbica: mecanismos biotecnológicos en el tratamiento de aguas residuales y su aplicación en la industria alimentaria. *Producción + Limpia*, 10 (2), pp. 142-159. http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1909-04552015000200014&lng=en&tlng=es.

Programa para el Medio Ambiente de las Naciones Unidas. (2021). *Informe sobre la Brecha de Producción 2021 Resumen Ejecutivo*. https://productiongap.org/wp-content/uploads/2021/10/SEI_PG2021_ExecSummary_Spanish.pdf

Ramírez, E. (2021). PUNTO DE ACUERDO QUE EXHORTA A LA SECRETARÍA DE ECONOMÍA PARA QUE DENTRO DE SUS FACULTADES PUEDA RECONOCER Y REGISTRAR AL CONSEJO DIRECTIVO DEL CONSEJO MEXICANO REGULADOR DE CALIDAD DEL MEZCAL A.C. QUE ES PRESIDIDO POR Q.B. ABELINO COHETERO VILLEGAS. Recuperado de https://infosen.senado.gob.mx/sgsp/gaceta/64/3/2021-07-13-1/assets/documentos/155-PA_Dip_Alejandra_consejo_regulador_mezcal.pdf

Rivalland C., Radouani, F., González-Rizzo, Robert, F., y Salvin, P. (2022). Enrichment of Clostridia enhances Geobacter population and electron harvesting in a complex electroactive biofilm. *Bioelectrochemistry*, 143. 10.1016/j.bioelechem.2021.107954

Read, S.T., Dutta, P., Bond, P.L., Keller, J., y Rabaey, K. (2010). Initial development and structure of biofilms on microbial fuel cell anodes. *BMC Microbiol*, 10 (98). <https://doi.org/10.1186/1471-2180-10-98>

Retes Pruneda, J. L. (2014). BIORREMEDIACIÓN DE VINAZAS DE LA INDUSTRIA TEQUILERA Y MEZCALERA MEDIANTE TRATAMIENTO FÍSICOQUÍMICO Y BIOLÓGICO (tesis de doctorado, Universidad Autónoma de Aguascalientes). <http://bdigital.dgse.uaa.mx:8080/xmlui/bitstream/handle/11317/1089/387365.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

Revelo, D., Hurtado, N., y Ruiz, J. (2013). Celdas de Combustible Microbianas (CCMs): Un Reto para la Remoción de Materia Orgánica y la Generación de Energía Eléctrica. *Información Tecnológica*, 24 (6), pp. 17-28. doi: 10.4067/S0718-07642013000600004

Rismani-Yazdi et al. (2008). Cathodic limitations in microbial fuel cells: An overview. *Journal of Power Sources*, 180, pp. 683-694

Robles-González, V., Galíndez-Mayer, J., Rinderknecht-Seijas, N., y Poggi-Varaldo, H. M. (2012). Treatment of mezcal vinasses: a review. *Journal of biotechnology*, 157(4), pp. 524–546. <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2011.09.006>

Robles-González, V., Poggi-Varaldo, H., Galíndez-Mayer, J. y Ruiz-Ordaz, N. (2018). Combined treatment of mezcal vinasses by ozonation and activated sludge. *Water environment research: a research publication of the Water Environment Federation*, 90 (11), pp. 1985-1996. <https://doi.org/10.2175/106143017X15054988926433>

SAGARPA, CONADESUCA y Universidad Autónoma Chapingo. (2016). *VINAZAS: ALTERNATIVAS DE USO* (nota informativa). CONADESUCA. https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/171932/Nota_Informativa_Septiembre_Vinazas.pdf

Sandoval, M. y Carrillo, E. (2022, 20 de mayo). *El imperio del mezcal quiere crecer en el mundo*. FORBES MÉXICO. <https://www.forbes.com.mx/nuestra-revista-el-imperio-del-mezcal-quiere-crecer-en-el-mundo/>

Santiago, S. G., Trably, E., Latrille, E., Buitrón, G., y Moreno-Andrade, I. (2019). The hydraulic retention time influences the abundance of Enterobacter, Clostridium and Lactobacillus during the hydrogen production from food waste. *Letters in applied microbiology*, 69(3), 138–147. <https://doi.org/10.1111/lam.13191>

Schalk, T., Marx, C., Ahnert, M., Krebs, P., y Kühn, V. (2019). Operational experience with a full-scale anaerobic baffled reactor treating municipal wastewater. *Water Environment Research*, 91, 54-68. <https://doi.org/10.2175/106143017X15131012188295>

Scott, K. y Hao Yu, E. (2016). *Microbial Electrochemical and Fuel cells Fundamentals and Applications*. WOODHEAD PUBLISHING.

SECRETARIA DE ECONOMIA. (2011). NMX-AA-030/2-SCFI-2011. *ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA - PARTE 2 - DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE LA DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO – MÉTODO DE TUBO SELLADO A PEQUEÑA ESCALA*. <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166775/NMX-AA-030-2-SCFI-2011.pdf>

SECRETARIA DE ECONOMIA. (2015). NMX-AA-034-SCFI-2015. *ANÁLISIS DE AGUA - MEDICIÓN DE SÓLIDOS Y SALES DISUELTAS EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS – MÉTODO DE PRUEBA*. <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166146/nmx-aa-034-scfi-2015.pdf>

SECRETARÍA DE ECONOMÍA. (2016). NMX-AA-008-SCFI-2016 ANÁLISIS DE AGUA.- MEDICIÓN DEL pH EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS.- MÉTODO DE PRUEBA-
<https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166767/NMX-AA-008-SCFI-2016.pdf>

SECRETARÍA DE ENERGÍA (SENER). (2020). BALANCE NACIONAL DE ENERGÍA. Gobierno de México.
https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/707654/BALANCE_NACIONAL_ENERGIA_0403.pdf

SECRETARÍA DE GOBERNACIÓN. (2022, 11 de marzo). NORMA Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021 Que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación. Diario Oficial de la Federación.
https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5645374&fecha=11/03/2022#gsc.tab=0

SECRETARÍA DE GOBERNACIÓN. (2022, 2 de mayo). NORMA Oficial Mexicana NOM-127-SSA1-2021, Agua para uso y consumo humano. Límites permisibles de la calidad del agua. Diario Oficial de la Federación.
https://www.dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=5650705&fecha=02/05/2022#gsc.tab=0

SENER. (2022). NUEVO ESQUEMA DEL SISTEMA ELÉCTRICO NACIONAL [presentación]. México.
https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/700083/Presentacio_n1.pdf

Slate, A. J., Whitehead, K. A., Brownson, D., y Banks, C. E. (2019). Microbial fuel cells: An overview of current technology. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 101, pp. 60–81.

Tan, W.H., Chong, S., Fang, H.-W., Pan, K.-L., Mohamad, M., Lim, J.W., Tiong, T.J., Chan, Y.J., Huang, C.-M., y Yang, T.C.-K. (2021) Microbial Fuel Cell Technology—A Critical Review on Scale-Up Issues. *Processes*, 9 (985).
<https://doi.org/10.3390/pr906098>

Torres, L. M., Montes, A., Vázquez, G., y Pérez, E. (2019). Uso de curvas de polarización para entender el transporte de iones a través de una membrana de intercambio iónico. *Educación Química*, 30 (4).
 10.22201/fq.18708404e.2019.4.67333

Tremouli, A., Kamperidis, T. y Lyberatos, G. (2021). Comparative Study of Different Operation Modes of Microbial Fuel Cells Treating Food Residue Biomass. *Molecules*, 26 (3987). <https://doi.org/10.3390/molecules26133987>

Tutar, O. (2023). WASTEWATER TREATMENT AND ENERGY PRODUCTION USING A BAFFLED MICROBIAL FUEL CELL. *En International Gap Summit Scientific Research Congress*. <https://orcid.org/0000-0002-2713-7379>

Ucar, D., Zhang, Y., y Angelidaki, I. (2017). An Overview of Electron Acceptors in Microbial Fuel Cells. *Frontiers in microbiology*, 8, 643. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2017.00643>

Universidad de Valencia. (2025). *Secuenciación del gen 16S rRNA*. <https://www.uv.es/uvweb/coleccion-espanola-cultivos-tipo/es/servicios/identificacion-caracterizacion/identificacion-procariotas/secuenciacion-del-gen-16s-rna-1285978908165.html>

Vázquez, E. (2022, 7 de agosto). *Retos y oportunidades en el tratamiento de aguas residuales*. Forbes México. <https://www.forbes.com.mx/retos-y-oportunidades-en-el-tratamiento-de-aguas-residuales/>

Vázquez, J. L. (2007). *EMPLEO DE LA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIAS ELECTROQUÍMICAS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE BIOMATERIALES. APLICACIÓN A UNA ALEACIÓN BIOMÉDICA DE Co-Cr-Mo* (tesis de maestría, Universidad Politécnica de Valencia). Recuperado de https://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/12346/TesisMaster_LuisVazquez.pdf?sequence

Velarde, M., Ventura, E., Rodriguez, J. y Hensel, O. (2019). INOCULUM ADAPTATION FOR THE ANAEROBIC DIGESTION OF MEZCAL VINASSES. *Rev. Int. Contam. Ambie*, 35 (2), pp. 447-458. Recuperado de <https://www.scielo.org.mx/pdf/rica/v35n2/0188-4999-rica-35-02-447.pdf>

Vicari, F., Asensio, Y., Fernandez-Marchante, C. M., Lobato, J., Cañizares, P., Scialdone, O., y Rodrigo, M. A. (2018). Influence of the initial sludge characteristics and acclimation on the long-term performance of double-compartment acetate-fed microbial fuel cells. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 825, 1-7. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2018.08.003>

Villalobos Castillejos, F. (2009). *Disminución de la materia orgánica biodegradable presente en vinazas mezcaleras mediante digestión anaerobia* (tesis de grado, Universidad Tecnológica de la Mixteca). http://jupiter.utm.mx/~tesis_dig/10960.pdf

Wang, Y., Cheng-Gang, N., Guang-Ming, Z., Wen-Juan, H., Da-Wei, H. y Ruan, M. (2011). Microbial fuel cell using ferrous ion activated persulfate as a cathodic reactant. *Fuel and Energy Abstracts*, 36, pp. 15344-15351. [10.1016/j.ijhydene.2011.08.071](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.08.071).

Wang, H., Long, X., Sun, Y., Wang, D., Wang, Z., Meng, H., Jiang, C. Dong, W., y Lu, N. (2022) Electrochemical impedance spectroscopy applied to microbial fuel

cells: A review. *Frontiers in Microbiology*, 13. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2022.973501>

Wang, H., Zheng, L., Tan, C., Li, L., Liu, F., y Hui, F. (2024). Changes in the microbial community structure and diversity during the electricity generation process of a microbial fuel cell with algal-film cathode. *Clean Energy*, 8 (5), 177-185. <https://doi.org/10.1093/ce/zkae066>

Wang, Y-J., Wilkinson, D., y Zhang, J. (2011) Noncarbon Support Materials for Polymer Electrolyte Membrane Fuel Cell Electrocatalysts. *Chemical Reviews*, 111, pp. 7625-7651. [dx.doi.org/10.1021/cr100060r](https://doi.org/10.1021/cr100060r)

WATERLEAU. (2022). *WASTEWATER TREATMENT*. WATERLEAU. <https://www.waterleau.com/en/technologies/wastewater-treatment>

Wia, J., Mahmood, A., Liang, Z., Zou, R., y Guo, S. (2016). Earth-Abundant Nanomaterials for Oxygen Reduction. *Angewandte Internationala Edition*, 55, pp. 55-265. <http://dx.doi.org/10.1002/anie.201504830>

Yang, G., Wang, J., Zhang, H., Jia, H., Zhang, Y., Cui, Z., y Gao, F. (2019). Maximizing energy recovery from homeostasis in microbial fuel cell by synergistic conversion of short-chain volatile fatty acid. *Bioresource Technology Reports*, 7. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100200>

Yamada, H., Yoshii, K., Asahi, M., Chiku, M., y Kitazumi, Y. (2022a). Cyclic Voltammetry Part 1: Fundamentals. *Novel Aspects and Approaches to Experimental Methods for Electrochemistry*, 90 (10). <https://doi.org/10.5796/electrochemistry.22-66082>

Yamada, H., Yoshii, K., Asahi, M., Chiku, M., y Kitazumi, Y. (2022b). Cyclic Voltammetry Part 2: Surface Adsorption, Electric Double Layer, and Diffusion Layer. *Novel Aspects and Approaches to Experimental Methods for Electrochemistry*, 90 (10). <https://doi.org/10.5796/electrochemistry.22-66084>

Ye, Z., Zhang, B., Liu, Y., Wang, Z., y Tian, C. (2015) Continuous electricity generation with piggery wastewater treatment using an anaerobic baffled stacking microbial fuel cell. *Desalination and Water Treatment*, 55 (8), pp. 2079-2087. [10.1080/19443994.2014.930702](https://doi.org/10.1080/19443994.2014.930702)

Zheng T., Li, J., Ji, Y., Zhang, W., Fang, Y., Xin, F., Dong, W., Wei, P., Ma, J. y Jiang M. (2020). Progress and Prospects of Bioelectrochemical Systems: Electron Transfer and Its Applications in the Microbial Metabolism. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 8 (10). doi: 10.3389/fbioe.2020.00010

ANEXOS

Anexo 1

Tablas

1. Aclimatación

Tabla 1.1. Voltajes de aclimatación de las CCM de 1, 3 y 5 compartimentos con sus respectivas réplicas (valores promediados), y de la CCM de 7 compartimentos.

Día de operación	1 compartimento: R1 y R2 (V)	3 compartimentos: R4 y R5 (V)	5 compartimentos: R6 y R7 (V)	7 compartimentos: R3 (V)
1	0.947±0.08	0.679±0.24	0.243±0.21	0.670±0.11
2	1.043±0.08	0.602±0.24	0.614±0.21	0.863±0.11
3	1.176±0.08	0.680±0.24	0.592±0.21	1.053±0.11
4	1.156±0.08	1.220±0.24	0.854±0.21	0.916±0.11
5	1.165±0.08	1.119±0.24	0.833±0.21	0.949±0.11
6	1.155±0.08	1.114±0.24	0.855±0.21	0.985±0.11
7	1.158±0.08	1.101±0.24	0.853±0.21	1.000±0.11
8	1.167±0.08	1.097±0.24	0.858±0.21	0.990±0.11
9	1.192±0.08	1.111±0.24	0.864±0.21	0.983±0.11

2. Producción de voltaje en circuito cerrado

Tabla 2.1. Voltajes de la fase experimental en circuito cerrado de las CCM de 1, 3 y 5 compartimentos con sus respectivas réplicas (valores promediados), y de la CCM de 7 compartimentos.

Día de operación	1 compartimento: R1 y R2 (V)	3 compartimentos: R4 y R5 (V)	5 compartimentos: R6 y R7 (V)	7 compartimentos: R3 (V)
1	0.210±0.11	0.662±0.16	0.491±0.11	0.601±0.15
2	0.193±0.11	0.663±0.16	0.505±0.11	0.606±0.15
3	0.150±0.11	0.641±0.16	0.469±0.11	0.559±0.15
4	0.189±0.11	0.593±0.16	0.461±0.11	0.557±0.15
5	0.142±0.11	0.576±0.16	0.529±0.11	0.517±0.15
6	0.097±0.11	0.560±0.16	0.479±0.11	0.511±0.15
7	0.064±0.11	0.547±0.16	0.452±0.11	0.511±0.15
8	0.035±0.11	0.534±0.16	0.383±0.11	0.520±0.15
9	0.022±0.11	0.499±0.16	0.291±0.11	0.495±0.15
10	0.016±0.11	0.474±0.16	0.272±0.11	0.443±0.15
11	0.014±0.11	0.506±0.16	0.212±0.11	0.440±0.15
12	0.010±0.11	0.466±0.16	0.167±0.11	0.420±0.15
13	0.008±0.11	0.421±0.16	0.131±0.11	0.331±0.15

14	0.009±0.11	0.353±0.16	0.121±0.11	0.273±0.15
15	0.237±0.11	0.376±0.16	0.215±0.11	0.310±0.15
16	0.234±0.11	0.718±0.16	0.582±0.11	0.598±0.15
17	0.290±0.11	0.719±0.16	0.585±0.11	0.611±0.15
18	0.276±0.11	0.704±0.16	0.550±0.11	0.614±0.15
19	0.241±0.11	0.691±0.16	0.496±0.11	0.622±0.15
20	0.203±0.11	0.691±0.16	0.463±0.11	0.635±0.15
21	0.111±0.11	0.692±0.16	0.435±0.11	0.615±0.15
22	0.111±0.11	0.692±0.16	0.435±0.11	0.615±0.15
23	0.078±0.11	0.703±0.16	0.342±0.11	0.600±0.15
24	0.052±0.11	0.672±0.16	0.288±0.11	0.578±0.15
25	0.096±0.11	0.533±0.16	0.176±0.11	0.455±0.15
26	0.313±0.11	0.468±0.16	0.174±0.11	0.361±0.15
27	0.277±0.11	0.246±0.16	0.250±0.11	0.311±0.15
28	0.244±0.11	0.469±0.16	0.626±0.11	0.443±0.15
29	0.228±0.11	0.733±0.16	0.635±0.11	0.690±0.15
30	0.183±0.11	0.721±0.16	0.569±0.11	0.670±0.15
31	0.126±0.11	0.688±0.16	0.554±0.11	0.637±0.15
32	0.052±0.11	0.594±0.16	0.500±0.11	0.625±0.15
33	0.028±0.11	0.578±0.16	0.527±0.11	0.597±0.15
34	0.111±0.11	0.541±0.16	0.476±0.11	0.582±0.15
35	0.373±0.11	0.531±0.16	0.410±0.11	0.566±0.15
36	0.328±0.11	0.512±0.16	0.328±0.11	0.510±0.15
37	0.293±0.11	0.440±0.16	0.247±0.11	0.545±0.15
38	0.286±0.11	0.288±0.16	0.159±0.11	0.494±0.15
39	0.284±0.11	0.203±0.16	0.134±0.11	0.410±0.15
40	0.269±0.11	0.169±0.16	0.125±0.11	0.303±0.15
41	0.250±0.11	0.283±0.16	0.198±0.11	0.318±0.15

3. Remoción de materia orgánica

Tabla 3.1 Valores de entrada, garrafas, de DQO (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	Garrafa de: 1 compartimento (R1 y R2)	Garrafa de: 3 compartimentos (R4 y R5)	Garrafa de: 5 compartimentos (R6 y R7)	Garrafa de: 7 compartimentos (R3)
1	1-5	4,536.81±230.8	4,580.19±377.4	4,616.36±323	5,209.97±437
	6-11	4,677.50±230.8	4,805.66±377.4	5,118.47±323	5,081.69±437
1 y 2	12-17	4,334.66±230.8	4,704.13±377.4	4,835.13±323	4,181.63±437

2	18-23	4,230.38±230.8	4,206.47±377.4	4,887.97±323	4,105.81±437
2 y 3	24-29	4,180.25±230.8	3,750.63±377.4	4,339.72±323	4,511.72±437
3	30-35	4,239.31±230.8*	4,473.88±377.4	4,431.31±323	4,269.84±437
	36-41	3,986.78±230.8**	4,073.31±377.4	4,236.13±323	4,693.78±437

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.2 Valores de salida de DQO (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento (R1 y R2)	3 compartimentos (R4 y R5)	5 compartimentos (R6 y R7)	7 compartimentos (R3)
1	1-5	3,561.97±663.6	3,761.03±423.7	3,791.00±356.8	3,658.375±381.8
	6-11	3,142.17±663.6	3,203.77±423.7	3,725.73±356.8	3,510.000±381.8
1 y 2	12-17	2,860.92±663.6	3,131.25±423.7	3,357.22±356.8	3,111.781±381.8
2	18-23	2,643.22±663.6	2,840.11±423.7	3,266.80±356.8	3,303.656±381.8
2 y 3	24-29	3,111.97±663.6	3,028.98±423.7	3,348.13±356.8	3,411.125±381.8
3	30-35	2,740.47±663.6*	2,927.86±423.7	3,141.05±356.8	3,531.313±381.8
	36-41	1,452.20±663.6**	2,354.55±423.7	2,734.70±356.8	2,524.625±381.8

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.3. Remoción de DQO total de las CCM de 1, 3, 5 y 7 compartimentos en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento: R1 y R2	3 compartimentos: R4 y R5	5 compartimentos: R6 y R7	7 compartimentos: R3
1	1-5	21%±13.5	18%±8.8	18%±6	30%±9.6
	6-11	33%±13.5	33%±8.8	27%±6	31%±9.6
1 y 2	12-17	34%±13.5	33%±8.8	31%±6	26%±9.6
2	18-23	38%±13.5	32%±8.8	33%±6	20%±9.6
2 y 3	24-29	26%±13.5	19%±8.8	23%±6	24%±9.6
3	30-35	35%±13.5*	35%±8.8	29%±6	17%±9.6
	36-41	64%±13.5**	42%±8.8	35%±6	46%±9.6

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.4. Valores de entrada, garrafas, de carbohidratos totales (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	Garrafa de: 1 compartimento (R1 y R2)	Garrafa de: 3 compartimentos (R4 y R5)	Garrafa de: 5 compartimentos (R6 y R7)	Garrafa de: 7 compartimentos (R3)
1	1-5	956.68±21.2	939.13±35.5	1,010.04±41.1	998.10±22.3
	6-11	961.13±21.2	986.07±35.5	1,107.24±41.1	1,008.55±22.3
1 y 2	12-17	1,013.21±21.2	982.51±35.5	1,014.86±41.1	961.95±22.3

2	18-23	1,001.70±21.2	1,029.11±35.5	1,048.85±41.1	991.28±22.3
2 y 3	24-29	977.30±21.2	919.46±35.5	999.78±41.1	969.35±22.3
3	30-35	987.72±21.2*	984.16±35.5	986.35±41.1	1,008.83±22.3
	36-41	967.71±21.2**	976.75±35.5	1,005.81±41.1	955.65±22.3

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.5. Valores de salida de carbohidratos totales (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento (R1 y R2)	3 compartimentos (R4 y R5)	5 compartimentos (R6 y R7)	7 compartimentos (R3)
1	1-5	232.10±24.7	221.13±31.8	191.94±71.4	246.217±22.7
	6-11	252.52±24.7	191.80±31.8	358.88±71.4	230.044±22.7
1 y 2	12-17	210.44±24.7	204.00±31.8	192.90±71.4	227.851±22.7
2	18-23	186.18±24.7	173.30±31.8	160.96±71.4	206.195±22.7
2 y 3	24-29	191.39±24.7	151.23±31.8	152.06±71.4	191.667±22.7
3	30-35	198.38±24.7*	131.36±31.8	174.40±71.4	182.072±22.7
	36-41	231.41±24.7**	156.85±31.8	171.93±71.4	210.033±22.7

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.6. Remoción de carbohidratos totales de las CCM de 1, 3, 5 y 7 compartimentos en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento: R1 y R2	3 compartimentos: R4 y R5	5 compartimentos: R6 y R7	7 compartimentos: R3
1	1-5	76%±2.9	76%±3.4	81%±5.9	75%±2.3
	6-11	74%±2.9	81%±3.4	68%±5.9	77%±2.3
1 y 2	12-17	79%±2.9	79%±3.4	81%±5.9	76%±2.3
2	18-23	81%±2.9	83%±3.4	85%±5.9	79%±2.3
2 y 3	24-29	80%±2.9	84%±3.4	85%±5.9	80%±2.3
3	30-35	80%±2.9*	87%±3.4	82%±5.9	82%±2.3
	36-41	76%±2.9**	84%±3.4	83%±5.9	78%±2.3

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de carbohidratos totales se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.7. Valores de entrada, garrafas, de proteínas totales (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	Garrafa de: 1 compartimento (R1 y R2)	Garrafa de: 3 compartimentos (R4 y R5)	Garrafa de: 5 compartimentos (R6 y R7)	Garrafa de: 7 compartimentos (R3)
1	1-5	586.02±113.6	644.27±111.8	621.86±111.3	631.72±115.7
	6-11	553.43±113.6	457.66±111.8	604.84±111.3	466.73±115.7
1 y 2	12-17	603.83±113.6	501.01±111.8	588.71±111.3	569.56±115.7

2	18-23	381.05±113.6	346.77±111.8	332.66±111.3	356.85±115.7
2 y 3	24-29	383.06±113.6	327.62±111.8	430.44±111.3	371.98±115.7
3	30-35	320.56±113.6*	389.11±111.8	430.44±111.3	359.88±115.7
	36-41	431.45±113.6**	364.92±111.8	442.54±111.3	349.80±115.7

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.8. Valores de salida de proteínas totales (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento (R1 y R2)	3 compartimentos (R4 y R5)	5 compartimentos (R6 y R7)	7 compartimentos (R3)
1	1-5	430.44±112.2	460.69±113.2	354.33±99.4	394.153±73.5
	6-11	509.58±112.2	443.55±113.2	520.67±99.4	429.435±73.5
1 y 2	12-17	257.56±112.2	229.33±113.2	272.18±99.4	275.202±73.5
2	18-23	241.43±112.2	251.51±113.2	279.23±99.4	316.532±73.5
2 y 3	24-29	215.22±112.2	277.72±113.2	352.32±99.4	229.839±73.5
3	30-35	276.21±112.2*	179.44±113.2	242.94±99.4	292.339±73.5
	36-41	249.50±112.2**	405.75±113.2	437.50±99.4	392.137±73.5

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.9. Remoción de proteínas totales de las CCM de 1, 3, 5 y 7 compartimentos en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento: R1 y R2	3 compartimentos: R4 y R5	5 compartimentos: R6 y R7	7 compartimentos: R3
1	1-5	27%±17.5	28%±21.1	43%±16.8	38%±19
	6-11	8%±17.5	3%±21.1	14%±16.8	8%±19
1 y 2	12-17	57%±17.5	54%±21.1	54%±16.8	52%±19
2	18-23	37%±17.5	27%±21.1	16%±16.8	11%±19
2 y 3	24-29	44%±17.5	36%±21.1	18%±16.8	38%±19
3	30-35	14%±17.5*	54%±21.1	44%±16.8	19%±19
	36-41	42%±17.5**	2%±21.1	16%±16.8	0%±19

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de proteínas totales se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.10. Valores de entrada, garrafas, de SSV (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	Garrafa de: 1 compartimento (R1 y R2)	Garrafa de: 3 compartimentos (R4 y R5)	Garrafa de: 5 compartimentos (R6 y R7)	Garrafa de: 7 compartimentos (R3)
1	1-5	80±38.5	50±34.4	125±18.9	130±33.9
	6-11	100±38.5	115±34.4	95±18.9	85±33.9
1 y 2	12-17	100±38.5	38.9±34.4	77.8±18.9	33.3±33.9

2	18-23	72.7±38.5	100±34.4	68.2±18.9	72.7±33.9
2 y 3	24-29	131.8±38.5	131.8±34.4	104.5±18.9	90.9±33.9
3	30-35	186.4±38.5*	109±34.4	95.5±18.9	131.8±33.9
	36-41	100±38.5**	100±34.4	81.8±18.9	90.9±33.9

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.11. Valores de salida de SSV (mg/L) en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento (R1 y R2)	3 compartimentos (R4 y R5)	5 compartimentos (R6 y R7)	7 compartimentos (R3)
1	1-5	62.50±19.5	80±23.5	77.5±55.4	80±24.9
	6-11	86.81±19.5	58.33±23.5	24.17±55.4	70.83±24.9
1 y 2	12-17	54.55±19.5	65.91±23.5	81.82±55.4	40.91±24.9
2	18-23	97.73±19.5	75±23.5	97.73±55.4	54.55±24.9
2 y 3	24-29	95.45±19.5	118.18±23.5	202.27±55.4	95.45±24.9
3	30-35	68.18±19.5*	52.27±23.5	127.27±55.4	90.91±24.9
	36-41	104.55±19.5**	100±23.5	129.55±55.4	113.64±24.9

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de DQO se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.12. Remoción de SSV de las CCM de 1, 3, 5 y 7 compartimentos en cada ciclo de operación.

Ciclo	Días de operación	1 compartimento: R1 y R2	3 compartimentos: R4 y R5	5 compartimentos: R6 y R7	7 compartimentos: R3
1	1-5	22%±23.4	0%±22.5	38%±28.6	38%±16.2
	6-11	13%±23.4	49%±22.5	75%±28.6	17%±16.2
1 y 2	12-17	45%±23.4	0%±22.5	18%±28.6	0%±16.2
2	18-23	0%±23.4	25%±22.5	0%±28.6	25%±16.2
2 y 3	24-29	28%±23.4	10%±22.5	0%±28.6	0%±16.2
3	30-35	63%±23.4*	52%±22.5	0%±28.6	31%±16.2
	36-41	0%±23.4**	5%±22.5	0%±28.6	0%±16.2

Nota: *Valor correspondiente al ciclo 3 y 4; la evaluación de remoción de SSV se realizó entre estos dos ciclos. **Valor correspondiente al ciclo 4.

Tabla 3.13. Cálculo y valores finales promediados de la eficiencia coulombica de las CCM de 1, 3, 5 y 7 compartimentos de los 41 días de operación.

$$\epsilon_{cb} = \frac{M I}{F b q \Delta D Q O} \times 100$$

$M = 32 \text{ g/mol}$

I= Corriente (A) F= 96,500 C/mol*é b= 4 mol é/mol q= Flujo del influente (L/s) ΔDQO = (g/L)				
CCM	I	q	ΔDQO	ε_{Cb}
1 compartimento (R1 y R2)	0.000164	3.92361E-06	1.5247	0.23%±0.07
3 compartimentos (R4 y R5)	0.000377	1.16705E-05	1.3352	0.20%±0.09
5 compartimentos (R6 y R7)	0.000516	1.94618E-05	1.3002	0.17%±0.05
7 compartimentos (R3)	0.000540	2.73438E-05	1.2861	0.13%±0.05

Anexo 2

Análisis estadístico

1. Aclimatación

Se realizó la prueba t de Student para muestras independientes mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre cada celda y su respectiva réplica durante la aclimatación. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

a) CCM de 1 compartimento (R1 y R2):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: media1 = media2

Hipótesis Alt.: media1 <> media2

suponiendo varianzas iguales: t = -1.53674 valor-P = **0.143897**

No se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0.05.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los

intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.143827 hasta 0.022938. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

b) CCM de 3 compartimentos (R4 y R5):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

suponiendo varianzas iguales: $t = 2.12523$ valor-P = **0.0518514**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.00242111 hasta 0.528421. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

c) CCM de 5 compartimentos (R6 y R7):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

suponiendo varianzas iguales: $t = 1.24368$ valor-P = **0.231531**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.0937046 hasta 0.359705. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

2. Producción de voltaje en circuito cerrado

Se realizó la prueba t de Student para muestras independientes mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre cada celda y su respectiva réplica sobre la producción de voltaje

en circuito cerrado. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

d) CCM de 1 compartimento (R1 y R2):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

suponiendo varianzas iguales: $t = -1.6883$ valor-P = **0.095249**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.0972994 hasta 0.00798237. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

e) CCM de 3 compartimentos (R4 y R5):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

sin suponer varianzas iguales: $t = 1.50348$ valor-P = **0.13741**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.0777759 hasta 0.0777759. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados no asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

f) CCM de 5 compartimentos (R6 y R7):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media}$

Hipótesis Alt.: media1 $\neq$ media2

sin suponer varianzas iguales: $t = -0.207747$ valor-P = **0.836064**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.0546127 hasta 0.0546127. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados no asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

3. Producción de voltaje de las CCM de 5 y 7 compartimentos

Se realizó la prueba t de Student para muestras independientes mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre las celdas de 5 y 7 compartimentos sobre la producción de voltaje en circuito cerrado. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: media1 = media2

Hipótesis Alt.: media1 $\neq$ media2

suponiendo varianzas iguales: $t = 0.857001$ valor-P = **0.394005**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -0.0338917 hasta 0.08516. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

4. Comparación de remoción de DQO entre cada celda y su respectiva réplica

Se realizó la prueba t de Student para muestras independientes mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre cada celda y su respectiva réplica sobre la

remoción de DQO. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

a) CCM de 1 compartimento (R1 y R2):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

suponiendo varianzas iguales: $t = 0.185413$ valor-P = **0.856002**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los

intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -728.069 hasta 863.509. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

b) CCM de 3 compartimentos (R4 y R5):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

suponiendo varianzas iguales: $t = -0.862176$ valor-P = **0.405491**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -747.859 hasta 323.796. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

c) CCM de 7 compartimentos (R6 y R7):

Comparación de Medias

Prueba t para comparar medias

Hipótesis nula: $\text{media1} = \text{media2}$

Hipótesis Alt.: $\text{media1} <> \text{media2}$

suponiendo varianzas iguales: $t = 0.0660588$ valor-P = **0.948419**

No se rechaza la hipótesis nula para $\alpha = 0.05$.

El StatAdvisor

Esta opción ejecuta una prueba-t para comparar las medias de las dos muestras. También construye los intervalos, ó cotas, de confianza para cada media y para la diferencia entre las medias. De interés particular es el intervalo de confianza para la diferencia entre las medias, el cual se extiende desde -426.973 hasta 453.673. Puesto que el intervalo contiene el valor de 0, no hay diferencia significativa entre las medias de las dos muestras de datos, con un nivel de confianza del 95.0%.

NOTA: estos resultados asumen que las varianzas de las dos muestras son iguales.

5. Comparación de voltaje producido en circuito cerrado entre todas las CCM

Se realizó la prueba ANOVA para cuatro muestras mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre las celdas sobre la producción de voltaje en circuito cerrado. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Tabla ANOVA

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	3.64644	3	1.21548	65.37	0.0000
Intra grupos	2.97485	160	0.0185928		
Total (Corr.)	6.62129	163			

El StatAdvisor

La tabla ANOVA descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 65.3736, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 5% de significación. Para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras, seleccione Pruebas de Múltiples Rangos.

Pruebas de Múltiple Rangos

Método: 95.0 porcentaje LSD

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
1 COMP	41	0.16422	X
3 COMP	41	0.376634	X
5 COMP	41	0.51461	X
7 COMP	41	0.540244	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
1 COMP - 3 COMP	*	-0.212415	0.059476
1 COMP - 5 COMP	*	-0.35039	0.059476
1 COMP - 7 COMP	*	-0.376024	0.059476
3 COMP - 5 COMP	*	-0.137976	0.059476
3 COMP - 7 COMP	*	-0.16361	0.059476
5 COMP - 7 COMP		-0.0256341	0.059476

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. El asterisco que se encuentra al lado de los 5 pares indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se han identificado 3 grupos homogéneos según la alineación de las X's en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X's. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

6. Comparación de remoción de DQO entre todas las CCM

Se realizó la prueba ANOVA para cuatro muestras mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre las celdas sobre la remoción de DQO. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Tabla ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>		<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor -P</i>
Entre grupos	1.36408E6		454695.	2.04	0.1355
Intra grupos	5.35823E6		223259.		
Total (Corr.)	6.72231E6				

El StatAdvisor

La tabla ANOVA descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 2.03662, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 5% de significación.

Pruebas de Múltiple Rangos

Método: 95.0 porcentaje Tukey HSD

	Casos	Media	Grupos Homogéneos
RE-DQO	7	2787.56	X
RE-DQO- 3 COMP	7	3035.36	X
RE-DQO- 7 COMP	7	3292.98	X
RE-DQO-5 COMP	7	3337.8	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
RE-DQO - RE-DQO- 3 COMP		-247.804	696.903
RE-DQO - RE-DQO-5 COMP		-550.244	696.903

RE-DQO - RE-DQO- 7 COMP		-505.424	696.903
RE-DQO- 3 COMP - RE-DQO-5 COMP		-302.44	696.903
RE-DQO- 3 COMP - RE-DQO- 7 COMP		-257.62	696.903
RE-DQO-5 COMP - RE-DQO- 7 COMP		44.82	696.903

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

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

7. Comparación de remoción de carbohidratos totales entre todas las CCM

Se realizó la prueba ANOVA para cuatro muestras mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre las celdas sobre la remoción de carbohidratos totales. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Tabla ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>		<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor -P</i>
Entre grupos	6878.39		2292.8	1.27	0.3078
Intra grupos	43405.8		1808.57		
Total (Corr.)	50284.2				

El StatAdvisor

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

1.26774, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 5% de significación.

Pruebas de Múltiple Rangos

Método: 95.0 porcentaje LSD

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
RE-CARBO-3 COMP	7	175.667	X
RE-CARBO- 5 COMP	7	200.439	X
RE-CARBO- 7 COMP	7	213.44	X
RE-CARBO	7	214.631	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
RE-CARBO - RE-CARBO-3 COMP		38.9643	46.9163
RE-CARBO - RE-CARBO- 5 COMP		14.1929	46.9163
RE-CARBO - RE-CARBO- 7 COMP		1.19157	46.9163
RE-CARBO-3 COMP - RE-CARBO- 5 COMP		-24.7714	46.9163
RE-CARBO-3 COMP - RE-CARBO- 7 COMP		-37.7727	46.9163
RE-CARBO- 5 COMP - RE-CARBO- 7 COMP		-13.0013	46.9163

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

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

8. Comparación de remoción de proteínas totales entre todas las CCM

Se realizó la prueba ANOVA para cuatro muestras mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente

significativa entre las celdas sobre la remoción de proteínas totales. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Tabla ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>		<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor -P</i>
Entre grupos	6180.41		2060.14	0.20	0.8936
Intra grupos	244186.		10174.4		
Total (Corr.)	250367.				

El StatAdvisor

La tabla ANOVA descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 0.202482, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 5% de significación.

Pruebas de Múltiple Rangos

Método: 95.0 porcentaje LSD

	<i>Cas os</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
RE-PROTE	7	311.42	X
RE-PROTE- 3 COMP	7	321.141	X
RE-PROTE- 7 COMP	7	332.805	X
RE-PROTE- 5 COMP	7	351.31	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
RE-PROTE - RE-PROTE- 3 COMP		-9.72143	111.278
RE-PROTE - RE-PROTE- 5 COMP		-39.89	111.278
RE-PROTE - RE-PROTE- 7 COMP		-21.3853	111.278
RE-PROTE- 3 COMP - RE-PROTE- 5 COMP		-30.1686	111.278
RE-PROTE- 3 COMP - RE-PROTE- 7 COMP		-11.6639	111.278
RE-PROTE- 5 COMP - RE-PROTE- 7 COMP		18.5047	111.278

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

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

Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

9. Comparación de remoción de SSV entre todas las CCM

Se realizó la prueba ANOVA para cuatro muestras mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre las celdas sobre la remoción de SSV. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Tabla ANOVA

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>		<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor -P</i>
Entre grupos	3714.97		1238.32	1.07	0.3799
Intra grupos	27746.3		1156.1		
Total (Corr.)	31461.3				

El StatAdvisor

La tabla ANOVA descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 1.07112, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 5% de significación.

Pruebas de Múltiple Rangos

Método: 95.0 porcentaje LSD

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
RE-SSV- 7 COMP	7	78.0411	X
RE-SSV- 3 COMP	7	78.5282	X
RE-SSV	7	81.3964	X
RE-SSV- 5 COMP	7	105.758	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
RE-SSV - RE-SSV- 3 COMP		2.8682	37.5105
RE-SSV - RE-SSV- 5 COMP		-24.3612	37.5105
RE-SSV - RE-SSV- 7 COMP		3.35529	37.5105
RE-SSV- 3 COMP - RE-SSV- 5 COMP		-27.2294	37.5105
RE-SSV- 3 COMP - RE-SSV- 7 COMP		0.487086	37.5105

RE-SSV- 5 COMP - RE-SSV- 7 COMP		27.7165	37.5105
---------------------------------	--	---------	---------

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

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

10. Comparación de eficiencia coulombica entre todas las CCM

Se realizó la prueba ANOVA para cuatro muestras mediante el programa Statgraphics Centurion 18 para definir si había diferencia estadísticamente significativa entre las celdas sobre la EC. De acuerdo con los resultados obtenidos, se encontró lo siguiente:

Tabla ANOVA

Fuente	Suma de Cuadrados		Cuadrado Medio	Razón-F	Valor -P
Entre grupos	0.00000437077		0.00000145692	3.20	0.0413
Intra grupos	0.000010918		4.54915E-7		
Total (Corr.)	0.0000152887				

El StatAdvisor

La tabla ANOVA descompone la varianza de los datos en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 3.20263, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos.

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medias de las 4 variables con un nivel del 5% de significación. Para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras, seleccione Pruebas de Múltiples Rangos.

Pruebas de Múltiple Rangos

Método: 95.0 porcentaje Tukey HSD

	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
7 COMP	7	0.00144731	X
5 COMP	7	0.00177776	XX
3 COMP	7	0.00222719	XX
1 COMP	7	0.0024685	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
1 COMP - 3 COMP		0.000241313	0.000994792
1 COMP - 5 COMP		0.000690743	0.000994792
1 COMP - 7 COMP	*	0.00102119	0.000994792
3 COMP - 5 COMP		0.00044943	0.000994792

3 COMP - 7 COMP		0.000779879	0.000994792
5 COMP - 7 COMP		0.000330449	0.000994792

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

Esta tabla aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se ha colocado un asterisco junto a 1 par, indicando que este par muestra diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se han identificado 2 grupos homogéneos según la alineación de las X's en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X's. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia honestamente significativa (HSD) de Tukey. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que uno o más pares son significativamente diferentes, cuando la diferencia real es igual a 0.

Anexo 3

Código utilizado en el software ARDUINO IDE

```
#include <Adafruit_Sensor.h>
#include <DHT.h>
#include <DHT_U.h>
```

```
const int entrada = A0;
const int entrada2 = A1;
const int entrada3= A2;
const int entrada4= A3;
const int entrada5= A4;
const int entrada6 = A5;
const int entrada7 = A10;
const int entrada8= A11;
/*const int entrada9= A12;
const int entrada10= A13;*/
```

```
int R1= 0;
int R2= 0;
int R3= 0;
int R4= 0;
int R5= 0;
int R6= 0;
```

```

int R7= 0;
/*int R8= 0;
int R9= 0;
int R10= 0;*/

float PotencialR1 = 0;
float PotencialR2= 0;
float PotencialR3= 0;
float PotencialR4= 0;
float PotencialR5= 0;
float PotencialR6 = 0;
float PotencialR7= 0;
float PotencialR8= 0;
/*float PotencialR9= 0;
float PotencialR10= 0;*/

int SENSOR = 3;
int TEMPERATURA;
//int HUMEDAD; *No voy a medir humedad por lo tanto no necesito programar esto
DHT dht(SENSOR, DHT11);

void setup() {
  pinMode(entrada, INPUT);
  Serial.begin(9600);
  dht.begin();
}

void loop() {
  TEMPERATURA=dht.readTemperature();
  //HUMEDAD=dht.readHumidity(); */ No voy a medir humedad por lo tanto no necesito programar esto
  Serial.print("Temperatura: ");
  Serial.println(TEMPERATURA);
  //Serial.print(" Humedad: ");
  //Serial.println(HUMEDAD);
  //delay(3600); Este delay está puesto únicamente para saber que pertenece al bloque de programación del sensor de humedad y temperatura

  R1 = analogRead(entrada);
  PotencialR1 = ((R1 * 5.015 )/ 1024.0); //https://startingelectronics.org/articles/arduino/measuring-voltage-with-arduino/ de ahí se sacó el factor 5.015
  Serial.print("R1 (V)= ");
  Serial.println(PotencialR1,5);
  delay(1);

```

```

R2 = analogRead(entrada2);
PotencialR2 = ((R2 * 5.015 )/ 1024.0);
Serial.print("R2 (V)= ");
Serial.println(PotencialR2,5);
delay(1);

```

```

R3 = analogRead(entrada3);
PotencialR3 = ((R3 * 5.015 )/ 1024.0);
Serial.print("R3 (V)= ");
Serial.println(PotencialR3,5);
delay(1);

```

```

R4 = analogRead(entrada4);
PotencialR4 = ((R4 * 5.015 )/ 1024.0);
Serial.print("R4 (V)= ");
Serial.println(PotencialR4,5);
delay(1);

```

```

R5 = analogRead(entrada5);
PotencialR5 = ((R5 * 5.015 )/ 1024.0);
Serial.print("R5 (V)= ");
Serial.println(PotencialR5,5);
//Serial.println("\r");
delay(1);

```

```

R6 = analogRead(entrada6);
PotencialR6 = ((R6 * 5.015 )/ 1024.0); //https://startingelectronics.org/articles/arduino/measur
ing-voltage-with-arduino/ de ahí se sacó el factor 5.015
Serial.print("R6 (V)= ");
Serial.println(PotencialR6,5);
delay(1);

```

```

R7 = analogRead(entrada7);
PotencialR7 = ((R7 * 5.015 )/ 1024.0);
Serial.print("R7 (V)= ");
Serial.println(PotencialR7,5);
delay(1);

```

```

/*R8 = analogRead(entrada8);
PotencialR8 = ((R8 * 5.015 )/ 1024.0);
Serial.print("R8 (V)= ");
Serial.println(PotencialR8,5);
delay(1);

```

```

R9 = analogRead(entrada9);
PotencialR9 = ((R9 * 5.015 )/ 1024.0);

```

```
Serial.print("R9 (V)= ");  
Serial.println(PotencialR9,5);  
delay(1);  
  
R10 = analogRead(entrada10);  
PotencialR10 = ((R10 * 5.015 )/ 1024.0);  
Serial.print("R10 (V)= ");  
Serial.println(PotencialR10,5);*/  
//Serial.println("\r");  
//delay(120000);  
//delay (5000);  
delay(3600000);
```

```
}
```