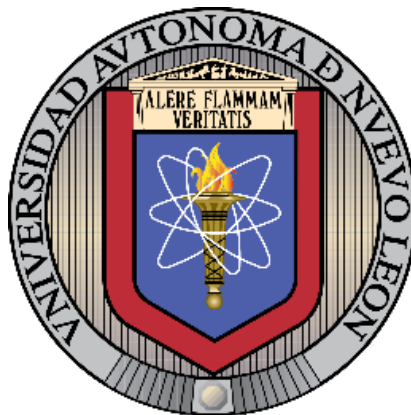


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



TESIS

**TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CERVECERO ARTESANAL ENRIQUECIDO CON
GLIFOSATO APLICANDO ELECTROCOAGULACIÓN Y OXIDACIÓN ANÓDICA**

PRESENTA

L. Q. I. FÁTIMA MARIÁN CAVAZOS ARREDONDO

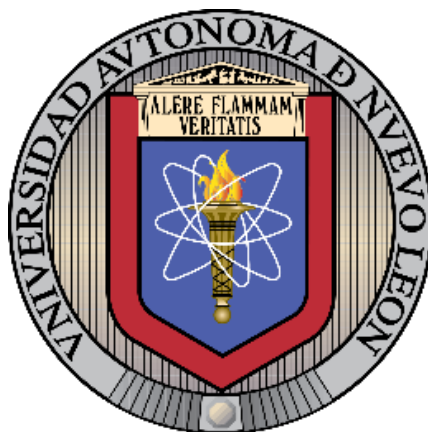
**COMO REQUISITO PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRA EN CIENCIAS CON ORIENTACIÓN EN QUÍMICA Y TECNOLOGÍA
AMBIENTAL**

Dr. Edgar Jocsan Ruiz Ruiz

Director de tesis

Septiembre de 2025

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS



TESIS

***TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CERVECERO ARTESANAL ENRIQUECIDO CON
GLIFOSATO APLICANDO ELECTROCOAGULACIÓN Y OXIDACIÓN ANÓDICA***

Por

L. Q. I Fátima Marián Cavazos Arredondo

**Como requisito para obtener el grado de
MAESTRA EN CIENCIAS con Orientación En Química Y Tecnología Ambiental**

Dr. Edgar Jocsan Ruiz Ruiz

Director de tesis

Septiembre de 2025

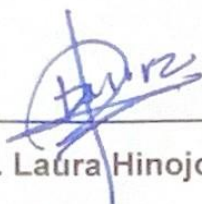
TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CERVECERO ARTESANAL ENRIQUECIDO CON
GLIFOSATO APLICANDO ELECTROCOAGULACIÓN Y OXIDACIÓN ANÓDICA

Aprobación de Tesis



Dr. Edgar Jocsan Ruiz Ruiz

Presidente



Dra. Laura Hinojosa Reyes

Secretaria



Dra. Adriana Karina Leura Vicencio

Vocal



Dr. Juan Manuel Hernández López

Suplente



Dr. Javier Rivera de la Rosa

Subdirector de Estudios de Posgrado

TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CERVECERO ARTESANAL ENRIQUECIDO CON
GLIFOSATO APLICANDO ELECTROCOAGULACIÓN Y OXIDACIÓN ANÓDICA

Revisores



Dr. Edgar Jocsan Ruiz Ruiz

Director de Tesis



Dra. Minerva Villanueva Rodríguez
Co-directora de Tesis



Dra. Laura Hinojosa Reyes

Comité tutorial



Dra. Adriana Karina Leura Vicencio

Comité tutorial



Dr. Juan Manuel Hernández López

Comité tutorial

Resumen

L. Q. I. Fátima Marián Cavazos Arredondo

Facultad de Ciencias Químicas

Universidad Autónoma de Nuevo León

TÍTULO

TRATAMIENTO DE UN EFLUENTE CERVECERO ARTESANAL ENRIQUECIDO CON GLIFOSATO APLICANDO ELECTROCOAGULACIÓN Y OXIDACIÓN ANÓDICA

Número de páginas: 103

Candidata para el grado de Maestra en Ciencias con Orientación en Química y Tecnología Ambiental

Área de estudio: Química y Tecnología Ambiental

Propósito y método del estudio:

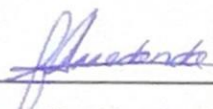
En este trabajo se evaluó el tratamiento secuencial de electrocoagulación (EC), floculación (FLO) y oxidación anódica con H_2O_2 (OA- H_2O_2) para un efluente cervecero enriquecido con glifosato. Se muestreó el efluente proveniente de una empresa cervecera artesanal del área metropolitana de Monterrey, el cual fue caracterizado antes y después del tren de tratamiento mediante las siguientes técnicas: demanda bioquímica de oxígeno (DBO_5), demanda química de oxígeno (DQO), sólidos suspendidos totales (SST), pH, carbono orgánico total (COT), turbidez, conductividad y espectro de absorción UV-Vis. Primero se establecieron las condiciones de reacción mediante EC evaluando la eficiencia de los electrodos de Al obtenidos de latas de aluminio y electrodos de acero (316), aplicando una corriente de 0.5, 1 y 1.5 A, además de diferente tiempo de tratamiento (20, 30 y 40 min). Adicionalmente, se evaluó el efecto de la adición de quitosano como floculante a una concentración de 2 g/L. La eficiencia de EC y FLO se evaluó midiendo DBO_5 , DQO, SST, COT y turbidez. Para el tratamiento por OA- H_2O_2 se utilizó un cátodo de carbón mesoporoso, y un ánodo diamante dopado con boro (DDB), aplicando dos corrientes: 0.1 y 0.2 A. La cuantificación de glifosato se llevó a cabo mediante espectrofotometría UV-Vis y cromatografía de líquidos de alta resolución (HPLC), con derivatización en pre-columna con FMOC-Cl (agente derivatizante) en medio alcalino. Se evaluó la remoción y la degradación del glifosato (GLY) en el efluente enriquecido con dos concentraciones: 10 y 20 mg/L. Finalmente, se caracterizaron los lodos obtenidos en EC mediante la evaluación de DQO, sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV) y sólidos fijos (SF).

Contribuciones y conclusiones:

Las condiciones finales para operar el tratamiento del efluente cervecero mediante EC fueron las siguientes: un litro de efluente, cuatro electrodos de aluminio en un acomodo vertical monopolar, aplicando una corriente de 1 A durante 30 minutos, seguido del proceso de floculación (FLO), el cual se adicionó con una concentración de 2 g/L de quitosano. En el caso de FLOC, se dejó agitar a velocidad media/baja durante 15 minutos, como lo indica el "Test de Jarras". Después, el sobrenadante fue sometido a OA-H₂O₂.

El tratamiento mediante OA-H₂O₂ del sobrenadante obtenido por EC, obtuvo la degradación del glifosato >97% en 90 minutos en el efluente enriquecido con 10 mg/L, al aplicar 0.1 A. Mientras que al realizarla con una concentración de 20 ppm se obtuvo una degradación del >67%, en 15 minutos. Al aplicar 0.2 A, el ensayo con 10 mg/L, al paso de los 60 minutos del proceso de OA-H₂O₂ presentó una degradación del 80.9%. Mientras que, se logró una degradación de 89.8% con una concentración inicial de 20 mg/L.

A pesar de que no se logra remover más del 80% de DQO como se planteó en el proyecto, el tratamiento secuencial EC-FLO-OA-H₂O₂ de un efluente cervecero artesanal enriquecido con glifosato permitió modificar la condición del efluente de no biodegradable a poco biodegradable (DBO₅/DQO de 0.36), se removi6 alrededor de 70% de turbidez y 14% de DQO. En el caso de la degradación del GLY, no fue posible determinar su concentración final con el método establecido, debido a la complejidad de la matriz; sin embargo, se logró una disminución de la concentración del analito.



L. Q. I Fátima Marián Cavazos Arredondo

Alumna



Dr. Edgar Jocsan Ruiz Ruiz

Director de Tesis

Agradecimientos

A mi co asesora, que fue más que eso, Dra. Minerva Villanueva Rodríguez, la cual este proyecto no tendría un avance o no estaría terminado sin su apoyo, desde acompañarme en la hora de la comida, conseguir efluente cervecero hasta llevar a cabo el método analítico, y todas las dudas que salían sobre el camino durante estos dos años, que se pasaron por fin volando. Le agradezco todo lo que vio e hizo por mí por estos dos años de maestría, muchos dicen que no conocas a tus héroes porque te llevas grandes desilusiones, pero algo que aquí pasó, fue que sucedió de manera contraria, primero la conocí, y después pude deducir que podía verla hacia arriba, como una persona a seguir, pero aun viéndonos a la par. Excelente maestra, pude aprender en varias áreas de usted, desde como ser buena profesionista, investigadora, maestra, madre e hija. Aprendí mucho con usted, hay mucho cariño hacía usted y también a su bodoquito, que me hacía el día más bonito cuando llegaba su pequeña visita. Gracias por ver por mí estos dos años, tanto fuera y dentro del laboratorio.

A mi comité tutorial, los doctores: Laura Hinojosa Reyes, Adriana Karina Leura y Juan Manuel Hernández, que leyeron este proyecto, preguntaron muchas cosas para retroalimentarme, y su apoyo ofrecido para la mejora continua de este proyecto.

Al Laboratorio de Fotocatálisis y Electroquímica Ambiental (LAFEAM) por recibirme en el laboratorio desde licenciatura cuando realicé mi Servicio Social, especialmente a Jacinto Hernández por ayudarme inclusive cuando ni pedía ayuda siempre extendió su apoyo hacía mí, por leer mis muestras de TOC, todas las dudas que tuve de herramientas, y de todo un poco más.

A mis amigos del laboratorio: Brando (bodoque, gracias por todo tu cariño, es recíproco), Pedro y Matheus que siempre me brindaron su ayuda, y me escuchaban cuando necesitaba ser escuchada y fueron mi claro ejemplo de resiliencia, los quiero muchísimo.

A mi novio, Derian Cassio quién me ayudó a estudiar durante clases, por darme ideas para poder seguir con mi proyecto, por el apoyo brindado para seguir adelante aun tirando la toalla cada dos meses, por aligerar la carga de este trabajo, por su paciencia, comprensión, y sacarme una sonrisa aun teniendo mil experimentos pendientes. En el lugar menos indicado conocí a la persona más indicada.

A mis amigos de la maestría Luis, Martín y Moni que siempre me incluyeron en todos los aspectos y me hicieron sentir querida y aceptada, los quiero muchísimo.

Al Laboratorio de Electroquímica y Biocatálisis Ambiental (LAEyBA) en los que hice a mis amigos: Melissa, Elisa, Víctor, Hugo y Raquel (que me enseñó quien quiero ser y como), los cuales me hicieron los momentos más amenos y las risas no faltaban inclusive en los momentos más estresantes, los quiero mucho.

Al Laboratorio de Materiales 3 por las instalaciones brindadas para realizar pruebas para este proyecto, al Dr. Ricardo Briones, Dr. Juan Manuel Hernández López y Lesly Aválos, por mis tapitas muchas gracias, quienes siempre me recibieron con las puertas abiertas.

Al Dr. José Antonio Barrios, por su paciencia y por recibirme, primeramente, y tratarme como si fuera una más de su equipo de trabajo, y también por incluirme en todas las actividades dentro y fuera del IIA. Muchas gracias.

A mis amigos que hice en el Instituto, Ingrid Quevedo y Max Espinosa, por ser mis amigos, escucharme, brindarme su apoyo y ayuda cuando la necesitaba, y por llevarme a todos los lugares que se podía de la CDMX, los quiero muchísimo.

Al Instituto de Ingeniería Ambiental de la Universidad Nacional Autónoma de México en donde realicé mi estancia de investigación, por recibirme de la mejor manera, por recordarme cosas tan básicas que pensaba que era un pedir, pero no. A todos los doctores del IIA: Caty, Gustavo, Daniel, Diana, Sol, Gerardo, Ulises e Ingrid por brindarme ayuda de una forma tan amable, amigable y resolverme dudas y enseñarme cada uno sobre su área, por el puro amor de compartir todo su conocimiento. Gracias infinitas, por haberme acogido, aún sin haberme conocido del todo, lo hicieron y en el momento que más necesitaba y sin pedirlo.

Y a todas las personas de buen corazón que me tope durante estos años, que solo hicieron lo más humano posible por mí, apoyarme al ser empáticos.

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca de maestría otorgada para el desarrollo del proyecto de tesis.

Dedicatoria

A mis abuelos, Simón Arredondo Veliz (1942-2024) y Consuelo Castillo de Arredondo (1936-2023) que los extraño cada día desde su partida, aun estando tan lejos están muy adentro de mi corazón y presentes en memoria como lo han estado desde el primer día de mi vida.

A mi mami, María Guadalupe Arredondo, quien siempre me apoyo desde el tomar la decisión de realizar una maestría y en los momentos más difíciles durante estos dos años, y su apoyo al superar la pérdida de mi persona en muchos aspectos, durante esta depresión.

“Porque la vida es seguir remando y poquito más”

-Antón Álvarez Alfaro

TABLA DE CONTENIDO

Contenido

1.1 Introducción	1
1.2 Marco Teórico	4
1.2.1 Industria Cervecera	4
1.2.2 Coagulación	6
1.2.3 Electrocoagulación (EC)	6
1.2.4 Parámetros operacionales de la EC	8
1.2.4.1 Arreglo de electrodos	8
1.2.4.2 Electrodos de sacrificio	11
1.2.4.3 Densidad de corriente y electrolitos soporte	13
1.2.5 Floculación (FLO)	14
1.2.6 Quitosano como agente floculante	14
1.2.7 Procesos Avanzados de Oxidación (PAO)	18
1.2.8 Oxidación Anódica (OA)	18
1.2.9 Glifosato	19
1.2.10 Lodos	21
1.2.11 Demanda Biológica de Oxígeno (DBO ₅)	21
1.2.12 Demanda Química de Oxígeno (DQO)	22
1.2.13 Carbono Orgánico Total	23
1.2.14 Espectrofotometría de Ultravioleta-Visible (UV-Vis)	24
1.2.15 Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC)	25
a) Derivatización	26
b) Extracción líquido-líquido	27
1.2.16 Espectrofotometría de Absorción Atómica de horno de grafito (GFAAS)	27
1.2.17 Potencial Zeta	28
1.2.18 Espectroscopía Electrónica de Barrido (SEM)	29
1.3 Antecedentes:	30
1.3.1 Tratamiento mediante electrocoagulación de efluentes agroindustriales:	30
1.3.2 Remoción de glifosato mediante electrocoagulación:	31
1.3.3 Uso de aluminio de latas como electrodos:	31
1.3.4 Quitosano como agente floculante:	31
1.3.5 Electrocoagulación acoplada a Procesos Avanzados de Oxidación:	32

1.3.6 Glifosato en efluentes cerveceros	33
1.4 Análisis crítico:.....	33
1.5 Hipótesis:.....	33
1.6 Objetivo general:	34
1.7 Objetivos específicos:	34
CAPÍTULO II	35
MATERIAL Y MÉTODOS.....	35
2.1 Reactivos y equipo instrumental	35
2.2 Construcción de una celda para la electrocoagulación	37
2.3 Muestreo de efluente cervecero	38
2.4 Caracterización fisicoquímica:.....	39
2.5 Determinación de glifosato	40
2.6 Electrocoagulación del efluente cervecero	41
2.7 Floculación del efluente cervecero:	41
2.8 Oxidación Anódica- H_2O_2	41
2.9 Caracterización de los lodos provenientes de EC:	42
CAPÍTULO III	43
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	43
3.1 Caracterización fisicoquímica del efluente cervecero artesanal.	43
3.2 Efecto del tiempo en la electrocoagulación	44
3.3 Efecto de la corriente aplicada y adición de floculante	45
3.4 Evaluación de la biodegradabilidad del efluente.	50
3.5 Doble tratamiento de EC	52
3.6 Efluente tratado mediante EC-FLO-OA- H_2O_2	54
3.7 Cuantificación de glifosato.....	55
3.8 Electrogenación de H_2O_2	61
3.9 Oxidación Anódica- H_2O_2 de GLY.....	63
3.10 EC y FLO de GLY	64
3.11 Seguimiento de la degradación mediante OA- H_2O_2 del GLY mediante UV-Vis en un efluente cervecero artesanal	65
3.12 Seguimiento de la degradación mediante OA- H_2O_2 del GLY mediante HPLC-DAD en un efluente cervecero artesanal	68
3.13 Potencial Zeta	68
3.14 DQO en lodos provenientes de EC/FLO	73

3.15 Caracterización de lodos obtenidos por EC/FLO: Sólidos Totales (ST), Sólidos Volátiles (SV), Sólidos Fijos (SF).....	74
3.16 Electrogenación de $Al(OH)_3$ mediante la ecuación de Faraday	77
3.17 Cuantificación de Al en la solución y lodos mediante Espectrometría de Absorción Atómica con horno de grafito (GFAAS)	78
3.18 Caracterización de electrodos por SEM-EDS.....	80
CONCLUSIONES	84
Referencias	86
Anexos:	100

Índice de Figuras

Fig. 1: Proceso de adición de coagulante y su floculación.	6
Fig. 2: Reacciones involucradas durante el proceso EC, el material del cátodo inerte y del ánodo es el mismo.	7
Fig. 3: Electrodo monopolar con conexión paralela (MP-P).	9
Fig. 4: Electrodo monopolar con conexión en serie (MP-S).	9
Fig. 5: Electrodo bipolar en conexiones seriadas (BP-S).	10
Fig. 6: Reactor tipo filtro prensa.	10
Fig. 7: Reactor de electrodo cilíndrico rotativo.	11
Fig. 8: Reactor de lecho fluidizado.	11
Fig. 9: Estructura química del quitosano.	15
Fig. 10: Estructura química del glifosato.	19
Fig. 11: Reacción de derivatización del agente derivatizante y glifosato.	26
Fig. 12: Potencial Z Zeta-Meter 4.0.	28
Fig. 13: Diagrama de flujo del procedimiento experimental general.	36
Fig. 14: Tren de tratamiento EC-FLO-OA -H ₂ O ₂ , con sus muestreos para agua y lodos.	36
Fig. 15: Celda de polycarbonato para realizar el tratamiento de EC.	38
Fig. 16: Tanque de maceración y de fermentación de la empresa.	39
Fig. 17: Muestra de efluente cervecero.	40
Fig. 18: Comparación del grado de mineralización después del tratamiento por EC a diferentes tiempos de duración.	45
Fig. 19: Remoción de turbidez utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes variando la cantidad de quitosano añadida.	46
Fig. 20: Remoción de turbidez utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes (0.5, 1 y 1.5 A) variando la cantidad de quitosano añadida.	47
Fig. 21: A) Celda de EC con electrodos de sacrificio en un acomodo paralelo monopolar, B) Efluente tratado por EC con electrodos de Al, C) Efluente después de EC utilizando electrodos de Al y agregando quitosano, D) Efluente después de EC utilizando electrodos de Fe.	48
Fig. 22: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes variando la cantidad de quitosano añadida. Corriente aplicada: 0.5, 1 y 1.5 A.	49
Fig. 23: Remoción de COT utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes variando la cantidad de quitosano añadida. Corriente aplicada: 0.5, 1 y 1.5 A.	50
Fig. 24: Análisis de DBO ₅ a los diferentes efluentes tratados mediante EC aplicando una corriente de 1 A durante 30 min comparado con el efluente sin tratar.	51
Fig. 25: Análisis de DQO a los diferentes efluentes tratados mediante EC, aplicando una corriente de 1 A, durante 30 min.	51
Fig. 26: Comparación del DQO al aplicar un tratamiento doble de EC a 4 fracciones del efluente cervecero.	53
Fig. 27: Comparación de turbidez de 4 fracciones al aplicar un tratamiento doble de EC.	53
Fig. 28: Efluente sin tratar (izquierda), efluente después del tratamiento de EC aplicando 1 A, durante 30 min utilizando electrodos de Al (derecha), y agregando 2 g/L de quitosano para la floculación.	55

Fig. 29: Espectro de UV-Vis del buffer de boratos, FMOC-Cl y FMOC-GLY.	55
Fig. 30: Curva de calibración de GLY (1-30 ppm), en HPLC.	57
Fig. 31: Cromatograma de un estándar de 15 ppm de GLY.	57
Fig. 32: Cromatogramas de los estándares de GLY (1-30 ppm).	58
Fig. 33: Glifosato grado comercial (CAYAANA®).	59
Fig. 34: Curva de calibración de GLY comercial (CAYAANA®), en UV-Vis a una longitud de onda de 265 nm.	59
Fig. 35: Curva de calibración de GLY comercial (CAYAANA®), en HPLC.	60
Fig. 36: Cromatograma de un estándar de 15 ppm de GLY comercial.	60
Fig. 37: Estándares de H ₂ O ₂ (5, 10, 15, 20, 25, 30 y 40 ppm).	61
Fig. 38: Curva de calibración de H ₂ O ₂ formando complejo con TiO ₂ SO ₄	61
Fig. 39: Electrogenación de H ₂ O ₂ al utilizar electrodos de DDB y EDA, al aplicar 0.1 y 0.2 A en una celda de 1 L y 0.17 M de NaCl como electrolito soporte.	62
Fig. 40: Degradación de GLY en agua bidestilada (10 y 20 ppm) aplicando dos densidades de corriente diferente (0.2083 y 0.4166 A/m ²).	63
Fig. 41: Blancos de EC y FLO en agua bidestilada con 20 ppm de GLY.	64
Fig. 42: Degradación de 10 mg/L de GLY mediante OA-H ₂ O ₂ aplicando una corriente de a) 0.1 y b) 0.2 A.	66
Fig. 43: Degradación de 20 mg/L de GLY mediante OA-H ₂ O ₂ aplicando una corriente de a) 0.1 y b) 0.2 A.	67
Fig. 44: Seguimiento de la degradación de GLY mediante OA-H ₂ O ₂ aplicada con 0.2 A al efluente enriquecido con 20 mg/L de glifosato comercial.	68
Fig. 45: Resultados de Potencial Zeta medido en diferentes fracciones del efluente sin tratar, n= 7. Condiciones de medición: 50 V, escala ¼, temperatura: 17 °C.	69
Fig. 46: Celda de electroforesis con la muestra de lodos obtenidos mediante EC.	70
Fig. 47: Resultados obtenidos a partir del Potencial Zeta del efluente tratado por EC, n= 7. Condiciones de medición: 50 V, escala ¼, temperatura: 17.6 °C.	70
Fig. 48: Resultados obtenidos a partir del Potencial Zeta del efluente después de OA-H ₂ O ₂ , n= 7. Condiciones de medición: 100 V, escala ¼, temperatura: 17.2 °C.	72
Fig. 49: Resultados de Potencial Zeta del efluente S/T con modificaciones de pH con HC al 10%, n= 6.	73
Fig. 50: DQO de los lodos obtenidos después de aplicar el proceso.	74
Fig. 51: Sólidos totales, volátiles y fijos del efluente S/T.	75
Fig. 52: Sólidos totales, volátiles y fijos de lodos obtenidos después de aplicar el proceso de EC por 30 minutos a cada una de las fracciones.	76
Fig. 53: SST obtenidos después de aplicar el proceso de EC por 30 minutos a cada una de las fracciones.	77
Fig. 54: Curva de calibración de Al en GFAAS (10-100 µg/L).	79
Fig. 55: Microscopía vía SEM del electrodo antes del proceso de EC.	80
Fig. 56: EDS del electrodo de Al antes del proceso de electrocoagulación.	81
Fig. 57: Microscopía vía SEM del electrodo después del proceso de EC.	82
Fig. 58: EDS del electrodo de Al después del proceso de electrocoagulación.	82

Tabla 26: ANOVA de los resultados de la Fig. 59: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes con 0 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).	102
Tabla 27: ANOVA de los resultados de la Fig. 60: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes con 2 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).	102

Índice de Tablas

Tabla 1: Características principales y aplicaciones del quitosano	16
Tabla 2: Efluentes tratados con quitosano.....	17
Tabla 3: Límites Máximos de Residuos permitidos de glifosato en cultivos en México	20
Tabla 4: Valores de DBO ₅ para determinar el tipo de agua.....	22
Tabla 5. Límites permisibles de DQO establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-2021.	23
Tabla 6. Términos utilizados en análisis de carbono.....	24
Tabla 7. Reactivos utilizados con pureza y marca.	35
Tabla 8. Equipos utilizados.....	37
Tabla 9: Caracterización fisicoquímica de efluente cervecero artesanal.....	43
Tabla 10: Composición del agua simulada de PTAR.	45
Tabla 11: Carácter de biodegradabilidad.	50
Tabla 12: Resultados de carácter de biodegradabilidad.	52
Tabla 13: Caracterización fisicoquímica del efluente tratado por el tren de tratamiento de EC-FLO-OA-H ₂ O ₂	54
Tabla 14: Promedio de resultados referentes a la Fig. 46.....	69
Tabla 15: Promedio de resultados referentes a la Fig. 47.....	71
Tabla 16: Promedio de resultados referentes a la Fig. 48.....	72
Tabla 17: Promedio de resultados referentes a la Fig. 52.....	73
Tabla 18: Análisis de GFAAS de una muestra sin tratar (S/T), como blanco para la cuantificación de Al, efluente tratado por EC, y de los sólidos obtenidos por EC.	78
Tabla 19: Composición química de una lata de bebida (masa%), mediante OES.	81
Tabla 20. Disposición de residuos	100
Tabla 21: ANOVA de resultados de la Fig. 18 de Comparación del grado de mineralización después del tratamiento por EC a diferentes tiempos de duración.....	100
Tabla 22: ANOVA de resultados de la Fig. 19 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes aplicadas y 0 g/L de quitosano.....	100
Tabla 23: ANOVA de resultados de la Fig. 19 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes aplicadas y 2 g/L de quitosano.....	101
Tabla 24: ANOVA de resultados de la Fig. 20 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes aplicadas y 0 g/L de quitosano.....	101
Tabla 25: ANOVA de resultados de la Fig. 20 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes aplicadas y 2 g/L de quitosano.....	102
Tabla 26: ANOVA de los resultados de la Fig. 59: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes con 0 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).	102
Tabla 27: ANOVA de los resultados de la Fig. 60: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes con 2 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).	102
Tabla 28: ANOVA de los resultados de la Fig. 23: Remoción de COT utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes con 0 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).	103

Tabla 29: ANOVA de los resultados de la Fig. 23: Remoción de COT utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes con 2 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).	103
--	-----

Abreviaturas

μS/cm	Microsiemens por centímetro
•OH	Radical hidroxilo
AMPA	Ácido aminometilfosfónico
bDQO	Demanda Química de Oxígeno biodegradable
BP-S	Bipolares en Conexiones Seriadas
CLAR	Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución
COFECE	Comisión Federal de Competencia Económica
COT	Carbón Orgánico Total
DBO ₅	Demanda Biológica de Oxígeno
DDB	Diamante Dopado con Boro
DQO	Demanda Química de Oxígeno
EAA	Espectroscopía de Absorción Atómica
EC	Electrocoagulación
EDA	Electrodo de Difusión de Aire
EDS	Espectroscopia de energía dispersiva de rayos X
EFS	Extracción Fase Sólida
ELL	Extracción Líquido-Líquido
EPOS	Enzima 5-enolpiruvilsiquimato-3-fosfato sintasa
FMOC-Cl	9-fluorenilmetilcloroformato
GLY	Glifosato
HPLC (siglas en inglés)	High Performance Liquid Chromatography
HPLC-DAD	Cromatografía de Líquidos de Alta Resolución con Detector de Arreglo de Diodos
IARC (siglas en inglés)	International Agency for Research on Cancer
LC	Límite de cuantificación
LMR	Límites Máximos de Residuos Permitidos
LOD	Límite de Detección
LQO	Límite de Cuantificación
mM	Milimolar
MO	Materia Orgánica
MP-P	Monopolares con Conexión Paralela
MP-S	Monopolares con Conexión en Serie
NA	No Aplica
NTU	Unidad Nefelométrica de Turbidez
OA	Oxidación Anódica
P.D	Promedio Diario
P.M	Promedio Mensual
PAO	Proceso Avanzado de Oxidación
ppb	Partes por billón
ppm	Partes por millón
PTAR	Planta de Tratamiento de Aguas Residuales
PTAR	Planta de Tratamiento de Aguas Residuales
rpm	Revoluciones por minuto

SEM	Microscopio Electrónico de Barrido
SST	Sólidos Suspendidos Totales
SV	Sólidos Volátiles
T _R	Tiempo de retención
UV-Vis	Espectroscopía de Ultravioleta-Visible
V.I	Valor Instantáneo
WAS-(siglas en inglés)	Waste Activated Sludge
ZP	Potencial Zeta

1.1 Introducción

La industria manufacturera utiliza gran cantidad de agua para diversos procesos tales como generación de vapor, evaporación, limpieza de reactores, entre otros. Pero principalmente se utiliza como materia prima, especialmente en la industria alimenticia, en donde la elaboración de cerveza es de gran importancia cultural y económica. La cerveza ha estado presente desde el inicio de la misma civilización desde hace más de 8,000 años, desde sus inicios en Mesopotamia, siendo una de las primeras bebidas fermentadas de la humanidad (1–3).

En México, la industria cervecera se establece en el lugar número 19 de las actividades industriales más importantes, aportando un 0.5% de la actividad económica nacional, el estado de Nuevo León es el 3er lugar de producción nacional, donde el 70.2% se destina al consumo nacional, el 28.0% a la exportación y el resto se consideran pérdidas de producto. Cabe mencionar, desde el 2014 hasta el 2018, México ha sido líder en exportación de cerveza, en donde por cada dólar de cerveza exportado por todos los países productores, un poco más de una cuarta parte es proveniente de nuestro país (4).

Por otro lado, se estima que para la producción de un litro de cerveza se utilizan entre 4 y 10 L de agua a lo largo del proceso de elaboración (5). El impacto ambiental que causa esta industria se debe a sus descargas de agua, ya que presentan un elevado contenido de materia orgánica (MO). El promedio de los valores de los parámetros fisicoquímicos de las descargas de esta industria está compuesto de la siguiente manera: sólidos suspendidos totales (SST): 420–3,000 mg/L, demanda química de oxígeno (DQO), 1420–20,000 mg/L, DQO soluble: 1310 mg/L, demanda biológica de oxígeno (DBO₅): 982–3,600 mg/L, nitrógeno total: 2280 mg/L (2,3,5–7). Tomando en cuenta estos factores, el tratamiento de este tipo de efluentes es un proceso crucial para poder descargar el agua al drenaje municipal y/o nacional.

Debido a su importancia económica de esta industria, se prevé que su producción se incremente y por lo que será necesario optimizar el uso del agua, para su producción de su producto final. También es inevitable la contaminación que aporta al ambiente por las diversas fases del proceso en las que se requiere agua, las cuales son: malteado, maceración, cocción y fermentación; por lo que hay que aplicar mejores tecnologías para lograr un tratamiento más eficiente en la industria y descarga de aguas, cumpliendo con la normativa ambiental. En los últimos años se han realizado innumerables investigaciones para innovar en el tratamiento de aguas residuales, las cuales se suman a los métodos convencionales: físicos, biológicos y químicos.

De la misma manera, uno de los parámetros que se deben tomar en cuenta para la elaboración de cervezas, tanto artesanal e industrial, es el cultivo de los granos con los que se produce, el cual es afectado antes y después de su cosecha por diversas plagas, por este motivo es por lo que se utilizan diversos plaguicidas, llamados fitosanitarios, que incluyen sustancias como insecticidas, fungicidas y herbicidas para evitar plagas y mejorar el rendimiento de los cultivos e inclusive para almacenarlos.

Se han detectado residuos de plaguicidas a nivel traza en alimentos; la concentración en que se encuentran depende de ciertos factores, como lo son el: almacenamiento, manipulación y transformación de las materias primas. Inoue *et. al* (8) reportaron 368 pesticidas en cebada y lúpulo, en las etapas de elaboración de la cerveza (malteado, maceración, cocción y fermentación), en concentraciones del orden de ppm, y se considera que los principales factores determinantes para la permanencia de estos residuos en el procesado son: pH, temperatura, contenido de agua y naturaleza química del residuo (8). Un factor importante que puede alterar la naturaleza del residuo durante el proceso de alimentos es la hidrólisis, esto ocurre cuando en el proceso de producción se realiza un calentamiento y este inactiva las enzimas presentes en el sustrato, permitiendo una hidrólisis simple como principal ruta de degradación (9).

Algunos autores (10–12) señalan que, durante el malteado, la cual es la primera etapa del proceso, pueden permanecer residuos de plaguicidas. Sucesivamente, al realizar las etapas de maceración y ebullición, los plaguicidas presentes pueden pasar al mosto en diferentes concentraciones, esta variación dependerá del proceso realizado. Cuando se elimina la turbidez, tiende a disminuir la cantidad de plaguicidas presentes debido a su baja solubilidad en agua (13).

En relación con el glifosato (GLY), [N- (fosfonometil) glicina] es uno de los plaguicidas aplicados en los cultivos de grano utilizados para elaboración de cerveza, como malta, cebada, trigo, etc; este herbicida es ampliamente suministrado a los cultivos por ser no selectivo a un amplio espectro de plagas y malezas, por su elevada solubilidad en agua. En contacto con el suelo se adhiere fuertemente a las partículas de este; sin embargo, no es biodisponible para la vegetación, teniendo una vida media de 4.2 días en agua corriente y su degradación es lenta por la presencia de microorganismos en fase acuosa. Al degradarse, se obtiene un metabolito llamado ácido aminometilfosfónico (AMPA), el cual es más persistente que su precursor, con una vida media entre 23 y 958 días en el suelo (14,15). Esto puede representar un problema ya que también puede impregnar los a los cultivos a los que se aplicó este herbicida. se ha reportado el GLY, en cervezas industriales incluso en artesanales en concentraciones de partes por billón (ppb) (16,17).

En contraparte, existen diversas tecnologías convencionales para el tratamiento de aguas residuales, que se aplican en las Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR), las cuales son una combinación de procesos entre operaciones físicas, químicas y biológicas, entre ellas sirven para eliminar sólidos, materia orgánica, y algunos nutrientes de las aguas residuales. Existen diferentes pasos de tratamiento de aguas, el tratamiento preliminar es para remover sólidos de gran tamaño, como trozos de madera, llantas, etc; ayudando a reducir la cantidad de sólidos grandes que fueron arrastrados por el agua. El tratamiento primario, el cual su función es eliminar sólidos orgánicos e inorgánicos mediante procesos físicos como sedimentación y flotación, removiendo 25-50% de DQO, 50-70% sólidos suspendidos (SS), 65% de aceites y grasas. La función del tratamiento secundario es eliminar residuos orgánicos y sólidos en suspensión, mediante un tratamiento biológico por diferentes microorganismos en un entorno controlado, en el cual controlan el suministro de oxígeno (proceso biológico aerobio), y la velocidad a la que los organismos metabolizan la materia orgánica. Por último, un tratamiento terciario es un proceso diseñado para obtener un efluente con mayor calidad (18) entre las que se pueden citar: ósmosis inversa, ultrafiltración, filtración media,

filtración de partícula, microfiltración, nanofiltración, intercambio iónico y electrocoagulación (19).

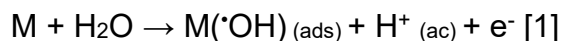
Una alternativa para reducir la cantidad de materia orgánica en efluentes es el proceso de electrocoagulación (EC), fue propuesto en el Reino Unido en 1889, y en los Estados Unidos de América (EUA), en 1909 se patentó la aplicación de la EC con electrodos de Al y Fe, pero fue hasta los años 80 del siglo pasado que comenzó su implementación para tratar efluentes de un sinnúmero de industrias (20).

Entre las ventajas de este tratamiento sobresalen la sencillez del equipo a gran escala industrial, la amplia efectividad en la remoción de contaminantes y partículas coloidales más pequeñas (hasta de rango iónico), así como el uso de productos químicos y su almacenamiento. Las aguas tratadas por medio de la EC resultan claras, incoloras e inodoras, con menor cantidad de SST, y no es necesario un postratamiento. Por último, los lodos formados son fácilmente sedimentables y de deshidratar para su contención, por otro lado, los flóculos formados se pueden separar por filtración (21,22).

Se ha reportado que la EC promueve la reducción de la carga orgánica del agua proveniente de diferentes industrias, destacando la industria de lácteos (21–23), la cervecera (5,24–26), entre otras, que reportan altas cantidades de DQO, DBO₅, SST, etc. Este tratamiento logra reducir los parámetros anteriores a valores inferiores dictados por las normas ambientales aplicadas mundialmente para la descarga de efluentes industriales, sin necesidad de un pretratamiento (5,23–28).

Sin embargo, después de un tratamiento por electrocoagulación o incluso de un tratamiento microbiológico y aun cumpliendo las diferentes normativas, todavía se pueden encontrar contaminantes recalcitrantes, como plaguicidas, entre ellos el glifosato. Para eliminar estos contaminantes se pueden utilizar los Procesos Avanzados de Oxidación (PAO); estos procesos se usan como tratamiento terciario, y se aplican cuando la carga de materia orgánica es baja (menor a 6 g/L de DQO) (29). Las PAO se basan principalmente en la generación del radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$), que es altamente oxidante, con un valor de 2.80 E°/V vs ENH (potencial del electrodo estándar de hidrógeno). Este radical oxida la materia orgánica que se encuentra disuelta en medio acuoso de forma no selectiva para lograr su mineralización, dando como productos moléculas de CO₂, H₂O, iones inorgánicos y moléculas de bajo peso molecular como ácidos carboxílicos (30).

Entre las PAO, se encuentra la oxidación anódica (OA), también llamada oxidación electroquímica, se le conoce de esta forma ya que la degradación de los contaminantes tiene lugar de manera indirecta sobre el ánodo, en donde los radicales $\cdot\text{OH}$ son producidos en la superficie del electrodo, como se observa en la Ecuación 1 (31,32).



Los radicales libres son los responsables de la degradación de los contaminantes altamente recalcitrantes, debido a su alto poder de oxidación (2.80 E°/V vs ENH). Se ha reportado la mineralización de efluentes contaminados por moléculas orgánicas mediante OA, en los que destacan los efluentes de la industria alimenticia (26)

previamente tratados por EC, así como la degradación de diversos plaguicidas, como el glifosato (16,17).

De acuerdo con lo expuesto con anterioridad, en el presente trabajo se realizó el tratamiento de un efluente de la industria cervecera artesanal enriquecido con glifosato (10 y 20 mg/L), utilizando electrocoagulación como primer tratamiento, seguido de oxidación anódica. Con el primer tratamiento se elimina la mayor parte de la carga orgánica del efluente, mientras que la OA degrada los contaminantes remanentes en el agua, incluidos los compuestos orgánicos recalcitrantes.

1.2 Marco Teórico

1.2.1 Industria Cervecera

La industria de bebidas tiene un impacto tanto cultural como económico; por lo tanto, se clasifica en bebidas no alcohólicas y en bebidas alcohólicas. Las bebidas alcohólicas tienen una concentración en volumen de alcohol igual o superior al 1% (°Gay-Lussac) en su composición. A su vez, éstas se pueden clasificar en dos tipos, bebidas no fermentadas y las que son fermentadas, las cuales se definen como:

- **Bebidas fermentadas:** implican el uso de cereales o jugo de frutas, a los que se les somete un proceso controlado con levaduras, que producen alcohol y otros compuestos aromáticos. Algunos ejemplos son: pulque, sidra, vino y cerveza. Posteriormente, se destilan mediante un proceso de destilación controlada por calor para eliminar una fracción de agua contenida, por ejemplo, en brandy, mezcla, tequila o vodka.

La cerveza, es una bebida alcohólica no destilada, de sabor amargo, que se fabrica con granos de cebada y/otros cereales cuyo almidón, una vez modificado, es fermentado en agua, y se suele aromatizar con lúpulo (33). Es una de las bebidas más antiguas de la civilización, su nacimiento yace desde las primeras civilizaciones humanas hace más de 8,000 años, en Mesopotamia y Sumeria, en donde las mujeres eran las únicas que podían elaborar esta bebida, ya que las antiguas deidades, diosas y protectoras de los cerveceros eran entidades femeninas las cuales era asociadas a la fertilidad.

Antiguamente, la cerveza era baja en alcohol y se utilizaba en ceremonias religiosas y como parte de su ración diaria de alimentos. No obstante, esta bebida ha estado presente durante el desarrollo de la humanidad, desde ser una moneda de cambio en el antiguo Egipto, la conquista de Europa por los vikingos, la Revolución Industrial a principios del siglo XVIII, en donde la producción casera a manos de las mujeres desapareció de toda Europa para realizarse a escala industrial y durante la colonización del nuevo continente, en América, durante el siglo XVIII, trajo consigo esta bebida y la construcción de sus propias fábricas. Fue hasta el periodo entre 1920 y 1933 cuando se aplicó la famosa Ley Seca en EUA; su elaboración se volvió ilegal y las mujeres se encargaron de prepararla de manera casera, como se hacía en sus inicios. Fue hasta 1970 con la abolición de ser preparada de manera casera la cerveza, fue cuando comenzaron a aparecer pequeños fabricantes (34).

Actualmente, México es uno de los productores más grandes de cerveza, junto con EUA, Brasil y China, siendo EUA el principal importador de cerveza mexicana, que consume el 86% de las exportaciones. En los últimos años, la producción de cerveza se ubica en la posición 19 entre las más importantes de las industrias manufactureras, de las 288 que conforman esta lista, constituyendo el 0.5% de la actividad económica del país. En donde Nuevo León, está dentro los cuatro primeros estados de la lista, junto con Zacatecas, Coahuila y Sonora que acumulan 56.2% de la producción nacional de cerveza en 2019 (4).

La diferencia entre las cervezas industriales y las artesanales es que en estas últimas la elaboración es manual, desde el molido de las maltas utilizadas hasta el embotellamiento (aunque algunas ya han llegado a la automatización). Otra diferencia es su sabor, ya que a las cervezas artesanales no se les añaden aditivos artificiales y, al ser elaboradas con mayor dedicación, presentan una mejor presentación y sabor. Esto se debe a que cada maestro cervecero puede crear su propia receta, a diferencia de las empresas industriales que ya tienen recetas preestablecidas. Finalmente, el precio, siendo las cervezas artesanales más costosas, por los ingredientes que contiene (35).

En 2013, la Comisión Federal de Competencia (COFEC) define como microcervecero a quien produce menos de 100 mil hectolitros (10 millones de litros) al año. Asimismo, la “Ley de la Pureza Alemana” establece que una cerveza artesanal debe estar compuesta únicamente por agua, malta de cebada, lúpulo y levadura, y que su producción total no puede superar los 7 millones de barriles al año. También el conducirse con independencia, tener capital familiar y no ser parte de una empresa transnacional (36).

En 2017, la producción de cerveza artesanal alcanzó 108,723 hectolitros, representando un crecimiento del 65% a comparación del 2016, con alrededor de 500 productores, por consiguiente, la producción de cerveza artesanal crece en un promedio de 30% cada año desde hace casi 10 años (36).

Por la creciente demanda del consumo de cerveza, el número de cerveceros en el mercado global ha crecido significativamente, por lo que los gobiernos de distintos países como Australia, Nueva Zelanda, Bélgica, Reino Unido, China y México han comenzado a promover la producción de cerveza artesanal y la apertura de nuevas cervecerías para la contribución al desarrollo económico y la generación de empleos (36).

Tomando en cuenta, que el proceso cervecero incluye en general los siguientes pasos:

1. Molturación y molienda
2. Maceración
3. Cocción
4. Enfriamiento
5. Fermentación
6. Fermentación secundaria
7. Filtración
8. Envasado
9. Pasteurización

1.2.2 Coagulación

Jiang menciona que la coagulación es un proceso en el que las partículas pequeñas aumentan su tamaño de agregación debido a la neutralización de su carga; la masa incrementada se conoce como floculación, y los flóculos adsorben la MO disuelta, como se observa en la Fig. 1. Luego, estos flocs, al realizar el proceso de floculación, sedimentan y pueden eliminarse mediante separación sólido/líquido, como la decantación o la filtración. Los primeros coagulantes utilizados a gran escala en las PTAR fueron el cloruro férrico FeCl_3 , y el sulfato de aluminio $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ (37).

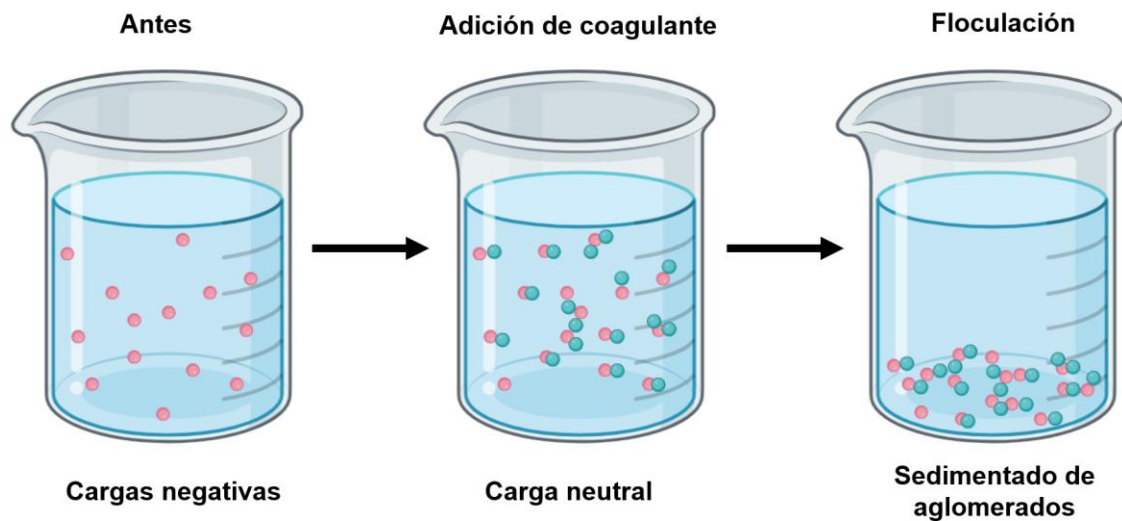


Fig. 1. Proceso de adición de coagulante y floculación.

1.2.3 Electrocoagulación (EC)

La EC es un tratamiento que se basa en la aplicación de corriente eléctrica para llevar a cabo la oxidación electrolítica en un electrodo de sacrificio y generar especies coagulantes *in situ*. Este proceso se basa en la electrólisis, aplicando las leyes de Faraday, y consiste en el paso de corriente directa a través de una solución con un electrolito de soporte, lo que provoca reacciones químicas en los electrodos (19,38). Mediante los electrodos de sacrificio, se liberan iones metálicos del ánodo a la disolución electroquímica, donde se oxida el metal durante el proceso, mientras que en el lado negativo ocurren reacciones catódicas, como la reducción del agua (21). Se han utilizado electrodos de hierro, de aluminio o de aleaciones de aluminio, de acero inoxidable y ánodos de Mn, Cu y Zn (39–43). Para este proyecto de investigación se utilizaron dos metales como electrodos: Al, proveniente de latas de bebidas, apto para su uso como electrodo de sacrificio, y acero 316, que presenta resistencia a la corrosión gracias a su contenido de molibdeno.

Los parámetros cruciales en la EC son: pH, presencia de NaCl, la temperatura y acomodo de electrodos, el primero es importante por su influencia en la formación y estabilidad de los flóculos ya sea que estén suspendidos, disueltos o emulsionados en el agua (19,44) En tanto que la presencia de NaCl proporciona conductividad al agua a tratar. En este sentido, se recomienda mantener una cantidad de Cl^- del 20%p/v, para reducir los efectos adversos de los iones carbonato y sulfatos, ya que estos iones tienden a formar precipitados de Ca^{+2} y Mg^{+2} sobre los electrodos aumentando el potencial eléctrico requerido para la operación de la celda y a su vez causando un decaimiento de la eficiencia de corriente, el cual es provocado debido a la formación de una capa insoluble depositada sobre los electrodos impidiendo la liberación de los iones del electrodo de sacrificio. Respecto a la temperatura, se ha reportado que la eficiencia de corriente aumenta linealmente hasta 60 °C y luego disminuye. Este comportamiento se atribuye al incremento de la actividad de destrucción de la película de óxido del metal que se utiliza y de la superficie del electrodo.

Dentro del proceso de la EC se aplican mecanismos electroquímicos, químicos y físicos. A su vez, estos mecanismos pueden presentar un diseño secuencial o en paralelo (44), como se observa en la Fig. 2.

- A) Mecanismos electroquímicos: disolución de metales, reducción del agua, electro-oxidación y electro-reducción de contaminantes, como se observa en la Fig. 2.

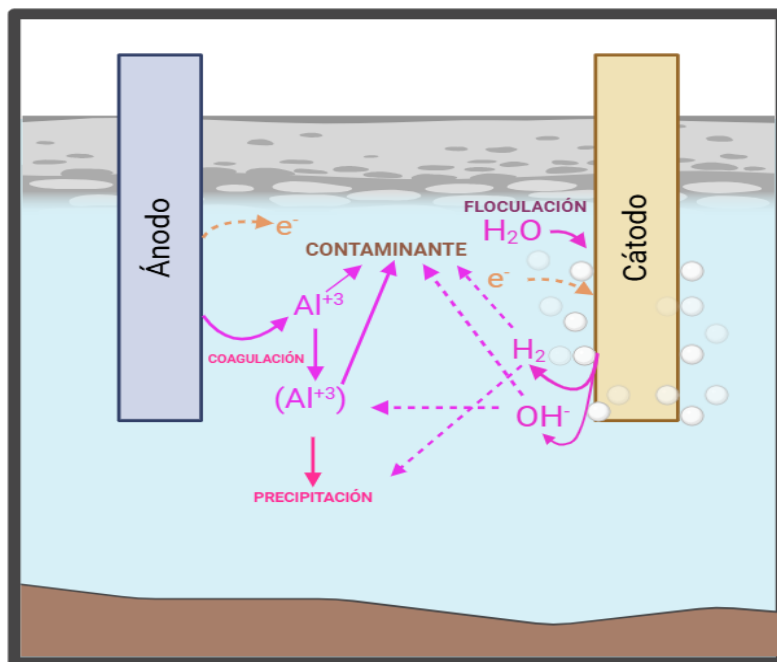
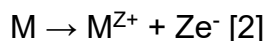


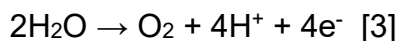
Fig. 2. Reacciones involucradas durante el proceso EC: el material del cátodo inerte y del ánodo es el mismo.

En el cual se forman cationes formados por la oxidación del metal en el ánodo, mostrada en la Ecuación 2:

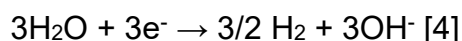


Z es el número de electrones transferidos en la disolución anódica por mol del metal. Si se llegan a aplicar potenciales altos en el ánodo, pueden ocurrir reacciones secundarias.

Del mismo modo, el agua se puede oxidar dando lugar al H^+ y oxígeno en gas ($1.23\text{ E}^\circ/\text{V}$ vs ENH), como se observa en la Ecuación 3:



Mientras que en el cátodo el agua se reduce, ($0.00\text{ E}^\circ/\text{V}$ vs ENH) como lo indica la Ecuación 4:



- B) Mecanismos químicos: equilibrios ácido-base con cambio de pH, precipitación de hidróxidos, reacciones redox en el medio.

Del mismo modo, el comportamiento es de una celda electrolítica, donde mismo se lleva a cabo la electrólisis en el lado positivo ocurren reacciones anódicas, en el lado negativo ocurren reacciones catódicas (21).

- C) Mecanismos físicos: adsorción, coagulación y flotación.

Todos estos mecanismos pueden ser secuenciales o en paralelo (44).

1.2.4 Parámetros operacionales de la EC

A continuación, se describen los parámetros operacionales que afectan el desempeño de la electrocoagulación en el tratamiento de agua.

1.2.4.1 Arreglo de electrodos

Existen diferentes acomodos de electrodos para llevar a cabo la EC en un reactor tipo batch. Cada celda electroquímica cuenta con un ánodo y cátodo, o puede contar con cierta cantidad de pares de electrodos, y se pueden colocar de forma vertical u horizontal, los cuales están conectados a una fuente de energía externa.

Así mismo, el acomodo y distancia de los electrodos es un factor importante para tomar en cuenta. Para su acomodo existen diferentes formas, las cuales se explicarán a continuación:

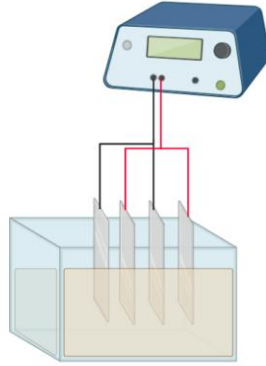


Fig. 3. Electrodo monopolar con conexión en paralelo (MP-P).

En la celda los electrodos en acomodo monopolar con conexión paralela (MP-P), consta de ánodos y cátodos situados en alternado al mismo potencial anódico o catódico, secuencialmente (Fig. 3). Cada par de electrodos corresponde a una parte de la celda, en la cual tienen el mismo voltaje. En consecuencia, la corriente de cada celda es aditiva.

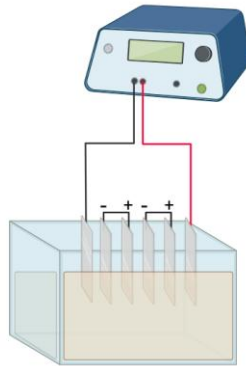


Fig. 4. Electrodo monopolar con conexión en serie (MP-S).

Electrodos monopolar con conexión en serie (MP-S), en el cual cada par de electrodos (ánodo/cátodo) de sacrificio están conectados internamente entre ellos, sin tener conexión con los electrodos externos, como se observa en la Fig. 4. La corriente aplicada es la misma para todos los electrodos, mientras que el voltaje total es la suma del voltaje individual en cada celda electrolítica.

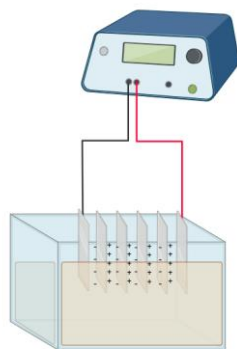


Fig. 5. Electrodo bipolar en conexiones seriadas (BP-S).

Electrodos bipolares en conexiones seriadas (BP-S), constituida por dos electrodos exteriores conectados a la fuente de poder, mientras que los electrodos de sacrificio son colocados entre los dos electrodos exteriores, los cuales son monopolares y los interiores son bipolares que no están interconectados y cada uno de sus lados actúa simultáneamente como cátodo y ánodo (Fig. 5). Dando como resultado que cada lado opuesto tiene carga opuesta, y la disolución del metal tiene lugar en el lado positivo, mientras que el lado negativo tiende a llevarse reacciones catódicas (44).

Una celda de fácil uso y mantenimiento es el tipo prensa, formada por una cobertura en forma de caja con un ánodo, cátodo y una membrana, como se observa en la Fig. 6.

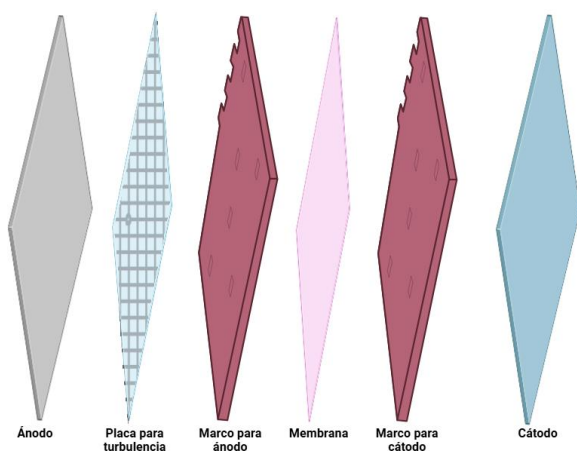


Fig. 6. Reactor tipo filtro prensa.

Cuando se requiere hacer una remoción de metales mediante electrocoagulación, normalmente se realiza en un reactor de electrodo cilíndrico rotativo en donde el cátodo gira en el centro de la celda ayudando así a tener una mayor área de contacto con el electrolito soporte, y el ánodo se encuentra fijo, como se muestra en la Fig. 7. Este acomodo permite aumentar la transferencia de masa en los electrodos y remover partículas de metal del cátodo.

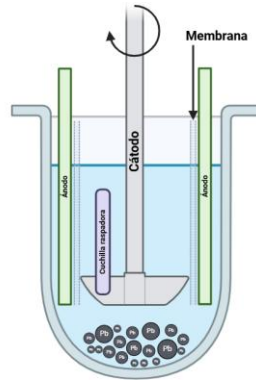


Fig. 7. Reactor de electrodo cilíndrico rotativo.

Además del reactor filtro prensa, usualmente se puede utilizar un reactor de lecho fluidizado (Fig. 8), el cual posibilita el aumento del área específica superficial mejorando la eficiencia del proceso (21).

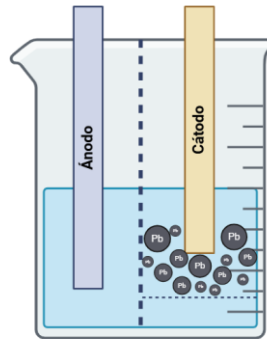


Fig. 8. Reactor de lecho fluidizado.

1.2.4.2 Electrodo de sacrificio

Para llevar a cabo la reacción de electrocoagulación, debe haber una electrogeneración de iones; en este sentido se ha reportado el uso de diferentes metales para emplearlos como electrodos de sacrificio, se denominan de esta forma ya que, al pasar corriente en ellos, el metal se oxida, liberando iones positivos con la consecuente pérdida de masa del material sólido. Cuando se lleva a cabo la electrodisolución hay un aumento de los iones metálicos en solución o de las especies complejas formadas con el ion hidróxido, estas especies dependerán del pH de la solución y del ánodo de sacrificio (45). Los iones liberados como $M^{(n+)}$ en el sistema, neutralizan las cargas de las partículas contenidas en el agua a tratar, desestabilizando los sistemas de suspensión del contaminante dando por inicio a la coagulación (21), mientras que en el cátodo tiene lugar la liberación de hidrógeno en gas, el cual tiene una ventaja al hacer flotar las partículas floculadas fuera del agua.

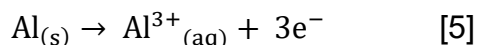
Se ha reportado la aplicación de diferentes metales para la EC, como por ejemplo: Al, Cs, Fe, Ag, As, Ba, Cr, Mg, Si, Cd, Sr y Zn, sin embargo normalmente se utiliza aluminio o hierro, en donde el aluminio presenta mayor eficiencia para la remoción de partículas suspendidas; de este modo estos dos metales se utilizan con mayor regularidad para el tratamiento de aguas, ya que se encuentran en mayor proporción en el medio ambiente, son económicos, tienen mayor solubilidad, y del mismo modo se encuentran presente en fuentes reciclables y estos se pueden encontrar en forma de plancha o “recicladas” como en virutas de acero, fresados, etc.

Como se mencionó anteriormente, se suelen emplear electrodos de materiales reciclados, en los cuales se debe tener cuidado de utilizar un ancla soporte a partir de materiales de inserción, como el acero inoxidable, latón, etc.; para evitar una contaminación por los lodos generados, ya que estos pueden depositarse entre el electrodo y la placa; es por eso por lo que es necesario enjuagar frecuentemente la superficie de las placas de los electrodos (20,46,47).

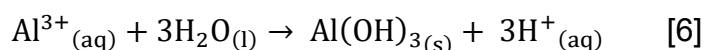
De acuerdo con las Ecuaciones 5-16, la oxidación y reducción de los electrodos que durante la investigación se utilizaron dos metales: Al y Fe, ocurre de manera simultánea durante la electrocoagulación, produciendo cationes del metal e hidróxido del metal *in situ*, el cual es un coagulante que se utilizó para remover materia orgánica y GLY (48).

Reacciones que suceden cuando el metal del electrodo de sacrificio es Al, Ecuaciones 5-8:

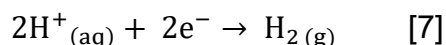
Disolución electroquímica anódica



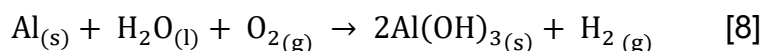
Reacción de hidrólisis



Reacción electroquímica en el cátodo (en medio ácido)



Reacción global

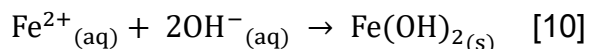
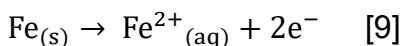


Reacciones que suceden cuando el metal del electrodo de sacrificio es Fe, ecuaciones 9-18:

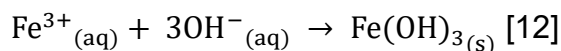
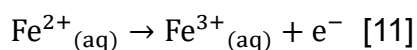
Mecanismo 1

Ánodo

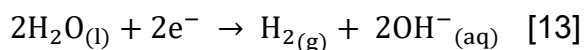
Disolución electroquímica anódica



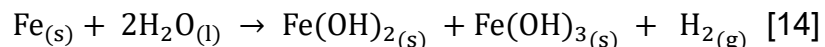
Si hay oxígeno presente en el medio



Reacción electroquímica en el cátodo

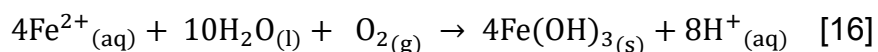
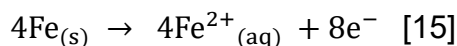


Global

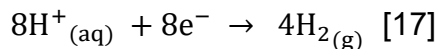


Mecanismo 2

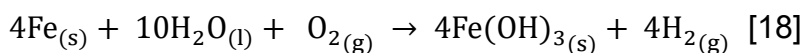
Disolución electroquímica anódica



Reacción electroquímica en el cátodo



Global



1.2.4.3 Densidad de corriente y electrolitos soporte

Al aplicar corriente al sistema de EC esto determinara la cantidad de iones Al^{+3} o Fe^{+2} liberados en la solución mediante los electrodos utilizados. Al aplicar una corriente demasiado grande, la energía eléctrica tiene una transformación a energía calórica que ocasiona un calentamiento en la solución, del mismo modo disminuye el rendimiento de la EC. La selección de densidad de corriente y la conductividad de la muestra (1,000

$\mu\text{s/cm}$ es un valor deseado para aplicar la EC), son factores importantes para considerar (21,49).

1.2.5 Floculación (FLO)

La floculación es un paso importante en diferentes separaciones sólido-líquido, y es muy utilizado en agua y tratamiento de aguas. Las operaciones como filtración, flotación y sedimentación son más efectivas a medida que la proporción del tamaño de la partícula incrementa. Si las partículas a remover son muy pequeñas para los tratamientos ya mencionados, su tamaño puede ser incrementado, causando su precipitación. Este proceso de agregación o incremento de tamaño se le conoce como: aglomeración, aglutinación, coagulación o floculación. Estos cuatro términos son utilizados en diferentes formas dependiendo del área de aplicación o del supuesto mecanismo de agregación.

Antes de realizar el proceso de floculación, las partículas suelen tener tamaños muy pequeños en el rango de tamaño coloidal, donde convencionalmente se asume que tengan tamaños entre 1 nm y 1 μm , por esta característica las partículas coloidales están sujetas a la difusión (movimiento Browniano), y por esto sedimentan muy lento bajo efectos de la gravedad. Además, las fuerzas entre partículas son muy importantes y juegan un papel grande en la estabilidad de los coloides. Estas partículas coloidales son estables si son resistentes a la agregación.

La estabilidad coloidal es normalmente utilizada para distinguir entre dos grandes clases de materiales, en donde en sistemas acuosos son conocidos como coloides hidrofílicos e hidrofóbicos. Los coloides hidrofílicos presentes en los sistemas acuosos son termodinámicamente estables y pueden ser inducidos a la agregación (o precipitar), al cambiar las condiciones de solvencia, así al cambiar la temperatura o al añadir grandes cantidades de sales inorgánicas, conocido a este proceso de igual forma como “desplazamiento salino” o “precipitación salina” o en inglés “salting out”. Mientras que los coloides hidrofóbicos, al contrario, consiste en materiales con baja solubilidad, los cuales existen en un estado finamente dividido, aquí las partículas que no son estables termodinámicamente pueden ser cinéticamente estables por la repulsión interparticulares, para evitar que las partículas en colisión formen agregados permanentes (50).

La floculación ocurre, solo si las partículas:

1. Colisionan una con otra.
2. Pueden adherirse mediante colisión.

1.2.6 Quitosano como agente floculante

Los floculantes son utilizados para acelerar separaciones sólido-líquido en donde se tiene una agregación de partículas. Los agentes floculantes se clasifican en materiales inorgánicos y poliméricos (51,52). Los floculantes inorgánicos se han ido dejando de usar, por las siguientes cuestiones: tienen un rango de pH de trabajo pequeño, es necesario agregarlos en altas cantidades, generan gran cantidad de lodos. Mientras que

los floculantes poliméricos inorgánicos como el cloruro polimérico (PFC), son nuevas propuestas, en las cuales contienen complejos de iones polinucleares, estos forman enlaces OH, tienen alto peso molecular y alta carga catiónica. Debido a su alto nivel de hidrólisis son más eficientes al ser agregados en pequeñas cantidades, en un rango más grande de pH y temperatura, debido a su alto nivel de hidrólisis.

El quitosano (Fig. 9) es un copolímero lineal de D-glucosamina y N-acetil-D-glucosamina que es producido por la desacetilación de la quitina (53,54), siendo el segundo biopolímero más abundante en el planeta, después de la celulosa. El quitosano se obtiene de los exoesqueletos de crustáceos como de camarones y cangrejos. El quitosano el cual lo extraen a partir de sus caparazones, mediante el siguiente proceso: se lava los caparazones, y se pulverizan, después se desmineralizan en medio ácido, por lo general utilizan HCl, después se realiza una hidrólisis alcalina para extraer la quitina, el siguiente paso es la desacetilación (para eliminar un grupo acetilo de la molécula), de la quitina en medio básico para finalizar con un lavado y deshidratación para obtener el quitosano. En comparación de los polímero sintéticos como los provenientes de sales de aluminio, estos biopolímeros tienen las siguientes ventajas: requieren menor dosis de adición, aumento en la velocidad de separación entre las dos fases debido a un aumento de la superficie de los aglomerados formados, eficientes a bajas temperaturas (coagulantes metálicos hidrolizantes tienen menores rendimientos), menor volumen de lodos, menor aumento de la carga iónica del agua tratada, no dependen mucho del pH, niveles reducidos de aluminio en agua tratada (51,52,55). En comparación con los floculantes químicos, los biofloculantes son seguros, polímeros biodegradables y no producen contaminación secundaria. (52,56–59).

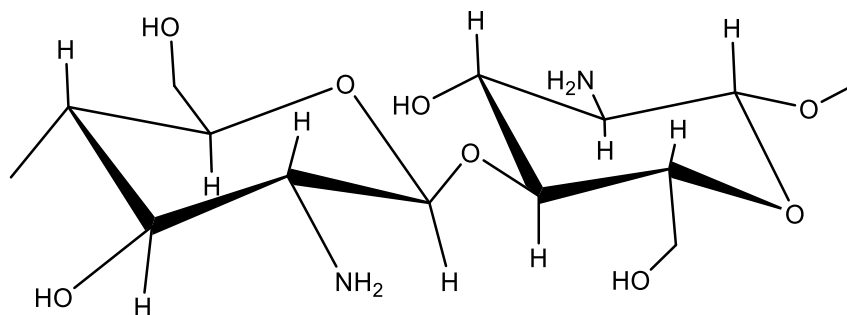


Fig. 9 Estructura química del quitosano.

El uso del quitosano como floculante para el tratamiento de aguas se propuso en 1975 por Bough *et al.* (60–64) quienes demostraron su efectividad para la recuperación de sólidos suspendidos provenientes de diferentes industrias alimentarias, incluyendo: aves de corral, quesos, huevos, carne, pasteles de fruta, etc. Reduciendo el contenido de sólidos suspendidos del 65% al 99%, además de reducir la DQO y la turbidez.

Otra particularidad del quitosano es su efecto como bactericida, Chung (65) Reporta que este biopolímero no solo sirve para la remoción de SS, compuestos orgánicos e inorgánicos, turbidez, DQO, sino que también facilita la remoción de agentes patógenos.

Algunas de las particularidades del quitosano son: el peso molecular, el grado de desacetilación, que representa la fracción molar de unidades desacetiladas, y su

cristalinidad (54,66). Es por esto por lo que se utiliza en el agua y en el tratamiento de aguas, como se puede observar en la Tabla 1, donde se presentan sus características principales y aplicaciones (67).

Tabla 1 Características principales y aplicaciones del quitosano.

Características principales	Aplicaciones potenciales
<ul style="list-style-type: none"> • No tóxico • Biodegradable • Recurso renovable • Polímero ecológicamente aceptable (eliminaría el uso de polímeros sintéticos, amigable con el medio ambiente) • Eficiente contra bacterias, virus, hongos • Forma sales a partir de ácidos orgánicos e inorgánicos • Capaz de formar puentes de hidrógeno intermoleculares • Capaz de encapsularse • Remoción de contaminantes con capacidad de retención de contaminantes • No corrosivo • Seguro para un buen manejo 	<ul style="list-style-type: none"> • Floculante para clarificar agua (agua potable, albercas) • Reducción de turbidez en efluentes de comida procesada • Coagulación de sólidos suspendidos, minerales y suspensiones orgánicas • Floculación de suspensiones bacterianas • Interacciones con moléculas con carga negativa • Recuperación de productos de importancia (proteínas) • Quelación de iones metálicos • Remoción de moléculas de colorantes mediante procesos de adsorción • Reducción de olores • Tratamiento de lodos • Filtración y separación • Ultrafiltración asistida por polímeros

El pH habitual del agua residual ronda entre 5 y 9; dentro de este rango, las partículas suelen tener carga superficial negativa; por esta razón, suelen ser coloidalmente estables y resistentes a la agregación. Es por esta característica principal de las partículas suspendidas que se requiere un agente coagulante para su desestabilización. La desestabilización puede ocurrir al aumentar la fuerza iónica (esto reduce el potencial zeta y disminuye el grosor de la parte difusa de la doble capa eléctrica) o al absorber específicamente contraiones para neutralizar la carga de la partícula. Se ha reportado que los biofloculantes del mismo modo pueden realizar estas modificaciones en las partículas, debido a que tienen estructuras macromoléculas particulares las cuales tienen una variedad de grupos funcionales que pueden interactuar con los contaminantes que se encuentran suspendidos en el medio (56,57).

El quitosano presenta características que lo hacen apto como coagulante y floculante: alta densidad de carga catiónica, cadenas poliméricas largas y formación de puentes entre agregados y precipitados (en condiciones de pH neutro o alcalino). Es eficiente en agua fría y con menores cantidades agregadas que otras sales metálicas, lo que favorece una menor producción de lodos. Del mismo modo, aumenta su densidad, facilitando su

secado, y, por ser un biofloculante, estos lodos pueden ser degradados por microorganismos. Un factor también importante en el proceso de coagulación/floculación es la velocidad de sedimentación de los flocs formados, lo que influye en el costo global y la eficiencia (52).

Actualmente existen diversos trabajos en donde se ha estudiado la aplicación del quitosano para el tratamiento de diferentes tipos de efluentes, en la Tabla 2 se presente un resumen de ellos.

Tabla 2 Efluentes tratados con quitosano.

Efluente	% de remoción de turbidez	% de remoción de DQO	Referencias
Residuos del procesado de alimentos, mariscos y pescado	>56	45	(60,61,68–71)
Aguas residuales de la industria láctea	95	40	(72)
Aguas residuales de cerveceras	95	>50	(73)
Efluentes que contienen sustancias húmicas	N/A	N/A	(74)
Efluentes que contienen colorantes	N/A	N/A	(75,76)
Aguas residuales de fábricas de pasta y papel	55	N/A	(77–81)
Aguas residuales de la acuicultura	90	69.7	(65)
Efluentes que contienen iones metálicos	N/A	N/A	(82,83)
Efluentes que contienen derivados fenólicos	N/A	N/A	(84)
Agua potable bruta	>70	N/A	(85)

Algunas de las desventajas de utilizar quitosano son las siguientes (86):

- Efectivo en un rango limitado de pH (4-9).
- El exceso de quitosano incrementa la dispersión de las partículas suspendidas.
- Resultados poco favorables cuando el quitosano no es homogéneo, cuando el grado de desacetilación es bajo.
- No es soluble en agua ni en solventes orgánicos.

Debido a su baja solubilidad, es recomendable prepararlo en ácidos orgánicos diluidos como el ácido acético, sin embargo, puede agregar carga orgánica, si no se quiere tener este problema se recomienda utilizar HCl (87). En un medio ácido, los grupos amino se protonan y se favorece su solubilidad. El pKa del grupo amino proveniente de los residuos de la glucosamina es aproximadamente 6.3, y teniendo un pH ácido (por debajo de 5), el quitosano se convierte en un polímero catiónico soluble con alta densidad de carga (54,66). Tomando en cuenta esto, al tratar el quitosano en medio ácido favorece la producción de grupos aminos protonados a lo largo de la cadena lineal, facilitando las

interacciones electrostáticas entre las cadenas poliméricas y los contaminantes cargados negativamente como aniones metálicos, tintes y otros compuestos orgánicos.

Para obtener los mejores rendimientos al momento de utilizar el quitosano en el proceso de coagulación/floculación se deben tomar en cuenta los siguientes factores:

- Origen y naturaleza del quitosano: grado de desacetilación, peso molecular y condiciones de activación del biopolímero crudo.
- Variables del proceso: equipo instalado, adición de reactivos, dosificación, tipo de ácido utilizado para disolver el quitosano, tiempo de reacción, velocidad de agitación.
- La naturaleza química de los contaminantes: polaridad, hidrofobicidad, etc.
- Condiciones de la matriz: pH, fuerza iónica, potencial zeta, color, concentración de partículas coloidales, presencia de impurezas y temperatura (67).

El mecanismo de coagulación/floculación con quitosano se lleva a cabo mediante neutralización de cargas, adsorción (relacionada con los grupos amino protonados), coagulación precipitativa y formación de puentes de hidrógeno. Posteriormente, se neutralizan las cargas desestabilizadas de las impurezas coloidales logrando la coagulación, ya que se transfieren las partículas pequeñas a grandes agregados (formación de puentes), los cuales son los flóculos, y por último se absorben las sustancias orgánicas disueltas mediante un mecanismo de adsorción, formando puentes de partícula-polímero-partícula, sucesivamente se pueden eliminar mediante filtración y sedimentación (68,75).

1.2.7 Procesos Avanzados de Oxidación (PAO)

Glaze *et al.* definieron estos procesos como “procesos de tratamiento de agua a temperatura y presión ambiente, en donde se genera un agente oxidante, como el radical hidroxilo ($\bullet\text{OH}$), que es muy oxidante, y este está en una solución en una cantidad suficiente para purificar eficazmente el agua” (88). Este radical tiene un valor de 2.80 V vs ENH, potencial del electrodo estándar de hidrógeno, estando por debajo del flúor, con un valor de 3.03 V vs ENH. Este radical no se llega a utilizar continuamente por su inestabilidad, lo cual llega a ser peligroso para su utilización. Un agente oxidante se utiliza para oxidar materia orgánica que se encuentra disuelta en medio acuoso, esta capacidad es debida por su no selectividad en materia orgánica para lograr su mineralización, esto conlleva a tener como producto moléculas de CO_2 , H_2O , iones inorgánicos y moléculas de bajo peso molecular como ácidos carboxílicos (30).

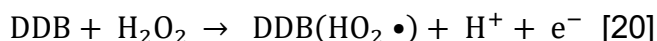
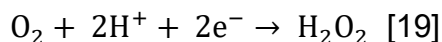
1.2.8 Oxidación Anódica (OA)

Dentro de las PAO, se encuentra la oxidación anódica (OA), la cual es considerada como el proceso más simple, pero el más efectivo. Durante la OA se generan especies activas directas o indirectas en el ánodo, esto debido a la naturaleza del material del electrodo, el cual tiene un papel importante en la eficacia del tratamiento y de su selectividad (89,90). La OA, se basa en los electrodos insolubles que tienen la característica de ser no activos, en donde se encuentran los siguientes electrodos: diamante dopado de boro

(DDB), SnO₂, PbO₂, Pt, Ti/IrO₂, Ti/RuO₂, Ti/SnO₂, y por medio de diferentes trabajos han demostrado que son ideales para la mineralización de contaminantes orgánicos (91–96), asimismo, la OA puede tener un efecto bactericida al aplicarse en efluentes (91).

La OA se ha aplicado de manera exitosa como tratamiento a diferentes contaminantes orgánicos tanto en aguas residuales reales como un pretratamiento o como un proceso de tratamiento avanzado (97).

Hay una combinación denominada OA-H₂O₂, en donde se electrogenera H₂O₂ a partir de la reducción de oxígeno sobre un cátodo de difusión de aire, y se acopla con OA sobre un ánodo de DDB (98). En la mayoría de los trabajos donde se realiza OA, no se le da un aprovechamiento al cátodo, considerando que solo interviene en la reacción de reducción lateral del agua a H₂, esta situación cambia, cuando se utiliza un cátodo hecho de un material carbonáceo que es alimentado con O₂, para producir H₂O₂, un oxidante débil (E°= 1.76 V/SHE) (99). La producción se observa en la Ecuación 17. El H₂O₂ electrogenerado puede ser oxidado a O₂, formando el radical hidroperoxilo (HO₂•) fisisorbido como un intermediario primario a través de la reacción presentada en la Ecuación 18 (97). Una ventaja de este acomplejamiento es que no es necesario añadir productos químicos al sistema.



1.2.9 Glifosato

Dentro de los pesticidas están los insecticidas, herbicidas y fungicidas, su clasificación se basa en el grupo funcional que contienen en su estructura molecular y/o de la actividad biológica contra plagas (100). En donde el glifosato, [N-(fosfonometil) glicina] (GLY) (Fig. 10), es un herbicida que se caracteriza por inhibir la enzima 5-enolpiruvilsiquimato-3-fosfato sintasa (EPOS) como modo de acción. El metabolismo del glifosato en las plantas suele ser bajo, el cual pudiera conducir a una acumulación en la planta tras varias aplicaciones (101–104).

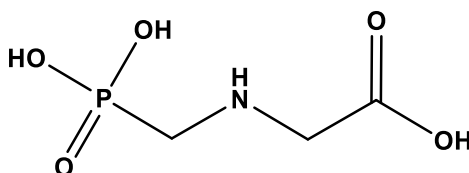


Fig. 10 Estructura química del glifosato.

Desde marzo de 2015 el glifosato está clasificado como “probablemente cancerígeno para los humanos” (Grupo 2A), esto por la Agencia Internacional en la Búsqueda del Cáncer, por sus siglas en inglés IARC. Esta clasificación está basada en su “limitada” evidencia de provocar cáncer en los humanos (de exposiciones en el mundo real que se produjeron realmente) y pruebas “suficientes” de cáncer en animales de experimentación (de estudios de glifosato puro). De igual modo, la IARC concluyó que hay evidencia “fuerte” de genotoxicidad tanto del compuesto puro como de sus formulaciones (105).

Actualmente (2025), se sigue utilizando comúnmente en México para la agricultura. En la siguiente tabla se presentan los cultivos en los que se utiliza este herbicida, junto con su LMR (Límites Máximos de Residuos permitidos en mg/kg) (106). A continuación, en la Tabla 3.

Tabla 3. Límites Máximos de Residuos permitidos de glifosato en cultivos en México (106).

LMR (mg/kg)	Cultivo
0.1	Arroz, berenjena, cacahuete, centeno, chile, jitomate, mostaza, okra, tomate de cáscara, pimiento, chile bell
0.2	Acelga, aguacatero, ajo, alcachofa, apio, betabel, brócoli, cacao, cebolla, chabacano, chícharo, ciruelo, coliflor, durazno, espinaca, frambuesa, frijol, guayabo, lechuga, mango, manzano, papa, papayo, pastos, peral, plátano, rábano, vid, zanahoria, zarzamora, arándano, grosella, fresa, kiwi, membrillo, níspero, tejocote, cebollín, col, col de Bruselas
0.5	Calabacita, calabaza, chayote, espárrago, lima, limonero, mandarino, melón, naranjo, nectarino, pepino, sandía, tangerino, toronjo, nopal, cidro, pomelo
1	Cafeto, maíz, nogal, nogal pecanero
2	Caña de azúcar
5	Trigo, garbanzo
15	Sorgo
20	Avena, cebada, soya
30	Triticale
35	Algodonero
175	Alfalfa
200	Pastizales
300	Potreros
exento	Agave, áreas no cultivadas

En donde se puede destacar que el LMR de la cebada, que es la materia prima utilizada en la preparación de cerveza, es de 20 mg/kg de glifosato.

El análisis cuantitativo del glifosato presenta varios retos debido a su: bajo peso molecular, alta polaridad, formación de complejos con metales (107,108), adsorción en vidrio (100), baja solubilidad en solventes orgánicos (109), ausencia de un cromóforo o fluoróforo para su adecuada detección y susceptibilidad a los efectos de la matriz (110). Debido a esto, se recomienda realizar una derivatización previa para obtener la suficiente retención o volatilidad en la columna, para cromatografía líquida de alta resolución de fase inversa (HPLC) y cromatografía de gases (CG). Recurrentemente, para el análisis de GLY y AMPA, se utiliza un agente derivatizante que permita modificar su longitud de onda máxima de absorción de 195 nm (111) a 265 nm, utilizando el derivatizante 9-fluorenilmetilcloroformato (FMOC-Cl). Además de esta característica (longitud de onda), su punto de ebullición es de 187 °C y 184.5 °C de fusión (112).

1.2.10 Lodos

Las características de los lodos producidos mediante la EC dependen del agua residual tratada. En general, hay tres tipos de lodo proveniente de las PTAR: primario, lodo activado o secundario y lodo químico o terciario.

El lodo primario se origina mediante tratamientos preliminares o mecánicos. Es rico en materia orgánica biodegradable y tiene un alto potencial de generación de biogás. Si se trata de digestión anaeróbica, tiene buena deshidratación. El tratamiento primario consiste en la sedimentado por gravedad para la remoción de sólidos sedimentables (113).

Los lodos secundarios, también conocidos como lodos activados (WAS, por sus siglas en inglés, waste activated sludge), se producen después del tratamiento primario. El agua residual aún contiene una alta cantidad de materia orgánica biodegradable que debe reducirse para evitar la contaminación de un cuerpo de agua receptor. La remoción de materia orgánica biodegradable se expresa en DQO o (Demanda Química Orgánica biodegradable (bDQO), la remoción de estas dos características es la función de los WAS. El WAS contiene 99% de agua y es rico en sólidos volátiles (SV), lo que dificulta su deshidratación. La biodegradabilidad del WAS varía en gran medida, y depende en la edad de los lodos (113).

Lodos terciarios o químicos se forman durante la eliminación de nutrientes mediante procesos químicos o tratamientos terciarios o procesos avanzados, destinados a mejorar la calidad del efluente. Los sistemas de tratamiento, como la coagulación y la floculación, seguidos de la sedimentación o, con frecuencia, de la filtración, suelen producir lodos que no pueden gestionarse con otros tipos de lodos. Las características de estos lodos son diferentes, y dependerán del tipo del tratamiento utilizado (113).

La proporción de sólidos totales (ST), sólidos suspendidos (SS) y sólidos volátiles (SV) (114). En los lodos, sirven como guía para decidir su manejo y ayudan a predecir su comportamiento. Algunas opciones para la disposición final de los lodos son:

- Aplicación en el suelo, normalmente en la agricultura.
- Incineración u otros procesos de términos.
- Vertederos.

Cuando los lodos son aplicados en la agricultura es importante conocer el contenido de carbono orgánico, nutrientes, metales pesados, propiedades biológicas y bioquímicas, contenido de agua y el residuo seco (113).

1.2.11 Demanda Biológica de Oxígeno (DBO_5)

Según la NMX-AA-028-SCFI-2001, la DBO_5 se describe como “una estimación de la cantidad de oxígeno que requiere una población microbiana heterogénea para oxidar la materia orgánica de una muestra de agua en un periodo de 5 días”. El método se realiza midiendo el oxígeno consumido por una población microbiana en condiciones inhibitoras de los procesos fotosintéticos de producción de oxígeno, que favorecen el desarrollo de microorganismos (115). Un tercio de las bacterias consumidas se convierte en material

orgánico sólido celular de los organismos. Los dos tercios restantes se oxidan hasta formar CO₂ y H₂O (116).

Hay tres aplicaciones para este indicador, el primero es cuando se utiliza para conocer el grado de contaminación del agua, siendo uno de los parámetros más importante de las Plantas Tratadoras de Aguas Residuales (PTAR), para conocer su eficiencia y eficacia de su funcionamiento donde se compara esta medida del influente y del efluente de la PTAR, siguiendo los valores de la Tabla 4.

El segundo es para determinar la fracción biodegradable de un efluente mediante la relación entre la DBO₅ y la Demanda Química de Oxígeno (DQO), es decir, DBO₅/DQO. Y, por último, la relación DQO/DBO₅ es un indicador importante del tamaño de una PTAR necesaria para un lugar concreto del proceso. Si se tiene un efluente con altas cantidades excedentes de DBO₅, las bacterias presentes del efluente consumirán el oxígeno presente en el cuerpo del agua de una forma más rápido, y esto provocaría una falta de oxígeno provocando un desequilibrio natural por la muerte de fauna y flora acuática (116,117).

Tabla 4. Valores de DBO₅ para determinar el tipo de agua.

Tipo de agua	DBO ₅ (mg/L)
Agua pura	0 a 20
Agua ligeramente contaminada	20 a 100
Agua moderadamente contaminada	100 a 500
Agua muy contaminada	500 a 3.000
Agua extremadamente contaminada	desde los 3.000

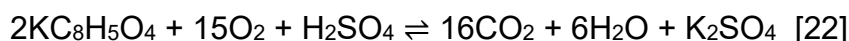
1.2.12 Demanda Química de Oxígeno (DQO)

La ISO 6060 dicta la definición de DQO: “Es la concentración en masa de oxígeno que es equivalente a la cantidad de dicromato consumido para disolver y tener en suspensión la materia cuando una muestra, ya sea de agua o lodo, es tratada con un agente oxidante bajo condiciones definidas” (118).

En la metodología estandarizada, se utilizan un agente oxidante (Cr₂O₇²⁻), un catalizador (Ag⁺) y se añade H₂SO₄ a una muestra en solución acuosa, que se calienta durante 2 horas. Comúnmente, el ftalato de hidrógeno potásico (KC₈H₅O₄) se utiliza para representar la materia orgánica en este procedimiento. La conversión de ftalato de hidrógeno potásico a dicromato es mediante la siguiente reacción:



Cuando el dicromato se reemplaza por oxígeno, la ecuación cambia a:



En las Ecuaciones 20 y 21 se demuestra que para cada mol de Cr₂O₇²⁻ oxida una cantidad de ftalato de hidrógeno potásico que es equivalente a 1.5 mol de O₂ (119).

Para medir según lo establecido en la PROY-NMX-AA-030/1-SCFI-2008, se puede realizar una medición directa si el efluente presenta un valor de DQO entre 30 y 700 mg/L. Y mientras que el contenido de cloruro no exceda de 1,000 mg/L. Si no es el caso se debe realizar una dilución, y para mejorar su exactitud es preferible que el valor de DQO de la muestra esté en el intervalo de 300-600 mg/L (120).

Según lo establecido por la *NORMA Oficial Mexicana NOM-001-SEMARNAT-2021*, que decreta los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación, para la DQO se toman en cuenta los siguientes valores a continuación en la Tabla 5:

Tabla 5. Límites permisibles de DQO establecidos en la NOM-001-SEMARNAT-2021.

Parámetros (mg/L)	Ríos, arroyos, canales, drenes			Embalses, lagos y lagunas			Zonas marinas mexicanas		
DQO	P.M	P. D	V.I	P.M	P. D	V.I	P.M	P. D	V.I
	150	180	210	100	120	140	85	100	120

1.2.13 Carbono Orgánico Total

Es todo el carbono presente en la materia orgánica que se puede disolver o que se encuentre en suspensión en el agua (121). Este carbono orgánico se puede encontrar en varios estados de oxidación del carbono, y se utiliza como un indicador del agua, ya que complementa la información a resultados de DQO y DBO₅ (122).

La determinación de carbono orgánico total (COT) se utiliza para diferentes áreas las cuales pueden ser:

- Identificación de contaminantes en el agua por medio de compuestos orgánicos sintéticos (123,124).
- Caracterización química (125).
- Grado de humificación de residuos (126).
- Ciclo del carbono en el suelo (126).
- Flujos de carbono en sistemas acuáticos (127).

Generalmente el carbono se encuentra en dos formas: orgánico e inorgánico. El dióxido de carbono (CO₂), los ácidos carbónicos y los productos de disociación representan el carbono inorgánico en el agua, como se indica en la Tabla 6. El contenido de la MO dependerá del agua, ya sea potable, marina o residual. El origen de la MO puede ser alóctono (por ejemplo, pesticidas, fármacos, etc.) o autóctono, y es una mezcla de compuestos con diferentes comportamientos de reacción. La MO en partículas pueden abarcar varios grados de magnitud que van desde los peces hasta los virus (124).

Tabla 6. Términos utilizados en el análisis de carbono.

Término	Símbolo	Descripción
Carbono orgánico	OC	
Carbono inorgánico	IC	
Carbono total	CT	Todo el carbono está presente en cualquier partícula y compuesto. CT = CIT + COT
Carbono inorgánico total	CIT	Todo el carbono inorgánico presente en forma de carbonatos, bicarbonatos y dióxido de carbono disuelto (128). La cantidad dependerá del pH, la temperatura y la presión parcial de CO ₂ (123).
Carbono orgánico total	COT	Todo el carbono de las fuentes orgánicas con enlaces covalentes (128).

El procedimiento que sigue el análisis consiste en la oxidación de la muestra mediante combustión a 680 °C con agentes oxidantes, que generan CO₂, el cual se enfría y se deshidrata, y posteriormente se analiza por espectrometría infrarroja. La concentración de CT en la muestra se obtiene mediante la comparación con la curva de calibración. Para la obtención de CI la muestra es sometida por un proceso de rociado con H₃PO₄ para su acidificación y transformación a CO₂ (129). Para obtener la concentración de COT, se realiza el siguiente cálculo, según la Ecuación 21.

$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{IC} \quad [23]$$

1.2.14 Espectrofotometría de Ultravioleta-Visible (UV-Vis)

La espectrofotometría UV-Vis es una técnica clásica, sencilla y económica, y un análisis no destructivo, utilizada para evaluar las propiedades de una muestra y sus componentes. Mediante esta técnica es posible determinar la cantidad de luz que pasa o se transmite a través de una muestra a cierta longitud de onda (190-900 nm), ya que parte de la luz es absorbida por la molécula, la cual es el resultado de la excitación de los electrones que van de un nivel bajo de energía a un nivel más alto. Esta información permite conocer identidad molecular, concentración e información de la estructura (130,131).

A partir de la Ley de Lambert-Beer (Ecuación 22) se puede calcular la concentración de la muestra, mediante la absorción de los espectros generados a partir de la muestra a una determinada longitud de onda (132).

$$A = \epsilon bc \quad [24]$$

Donde:

- A absorbancia medida (adimensional)
- ε coeficiente de extinción para cada especie a analizar (M/cm)
- b longitud de la cubeta (cm)
- c concentración de la disolución (M)

Para cuantificar la concentración de una muestra, se utiliza la longitud de onda de máxima absorción (λ máx.). (133).

En las moléculas orgánicas solo los grupos funcionales denominados cromóforos, tienen electrones de valencia de baja energía de excitación y pueden absorber la radiación ultravioleta y visible (131). Se debe tomar en cuenta que, cuando hay una insaturación en la molécula absorbente, en los espectros de insaturación; en este caso, solo las moléculas con enlaces múltiples tienen estados de excitación lo suficientemente estables como para dar lugar a la absorción en la región cercana al UV (100 a 400 nm). Algunos grupos funcionales con esta característica son los alcoholes, los éteres y los hidrocarburos insaturados.

1.2.15 Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC)

El término de cromatografía se refiere a la técnica de separación de diferentes especies moleculares en una mezcla (134). Esta técnica se basa en la distribución de una muestra (solute) o su partición entre la fase móvil, que puede ser un gas o un líquido, dependiendo del tipo de cromatografía, y una fase estacionaria, la cual puede ser líquida o sólida; esto debido a una serie de equilibrios entre estas dos fases (135).

La cromatografía líquida de alta resolución, por sus siglas CLAR (en inglés, HPLC), es una técnica analítica para la identificación, cuantificación y separación de analitos en una mezcla. Las ventajas por destacar de este análisis son su gran capacidad de separación de los analitos, alta sensibilidad y versatilidad (134).

En cromatografía de líquidos, la fase reversa es la más utilizada, ya que permite separar una amplia variedad de compuestos. Esta cromatografía utiliza una fase estacionaria no polar, obtenida mediante un enlace químico entre cadenas largas de hidrocarburos en una superficie sólida, como la sílica. Una cadena muy común unida a la sílica es la C18, la cual contiene 18 carbonos, y tiene propiedades hidrofóbicas, mientras que la fase móvil polar es una mezcla de solventes orgánicos polares, que puede contener agua, también se puede ajustar el pH mediante buffers (134). Durante el análisis, los solutos se hacen pasar a través de la columna cromatográfica, que actúa como fase estacionaria, y la muestra es transportada por la fase móvil. Las moléculas serán separadas de acuerdo con su polaridad, presentando menores tiempos de retención (t_R) las moléculas más polares (134).

a) Derivatización

La derivatización es una reacción química entre un analito y un agente derivatizante que modifica un grupo funcional específico del compuesto. El objetivo es favorecer su detección, incrementando la sensibilidad y selectividad del método analítico (136). Modificando la polaridad de grupos funcionales como: aminas alifáticas, aminoácidos y compuestos con sustituyentes como carbonilo e hidroxilo, obteniendo compuestos más hidrófobos que el analito original (137).

En cromatografía de líquidos, la derivatización se utiliza para compuestos con baja absorción en la región UV. Para obtener un compuesto modificado con alta absorbancia a una mayor longitud de onda, para lo cual se añade un grupo cromóforo, lo que permite la detección en el rango UV-Vis (200-800 nm) (138).

Existen dos tipos de derivatización: pre-columna y post-columna, durante este proyecto se utilizó una derivatización pre-columna, ya que este modo permite condiciones de trabajo flexibles como el tiempo de reacción, solventes en reacción, eliminar reactivo en exceso (139). Mayor sensibilidad del método debido a la reducción del ruido de fondo. Del mismo modo también se suele agregar un paso extra a la derivatización el cual es la purificación de la muestra para incrementar la selectividad, que puede ser por extracción en fase sólida o por extracción líquido-líquido (140).

Existe una gran variedad de agentes derivatizantes; sin embargo, el más reportado para la derivatización del glifosato es el FMOC-Cl. Este compuesto se utiliza para la derivatización de compuestos de aminas primarias y secundarias. La reacción se realiza a pH 9 utilizando un buffer de boratos para formar un compuesto derivatizado estable y fluorescente. No obstante, el FMOC-Cl y su subproducto hidrolizado son altamente fluorescentes, por lo cual deben ser eliminados mediante una extracción con un disolvente orgánico (139). En la Fig. 11. Se aprecia la reacción de derivatización del agente derivatizante y del glifosato.

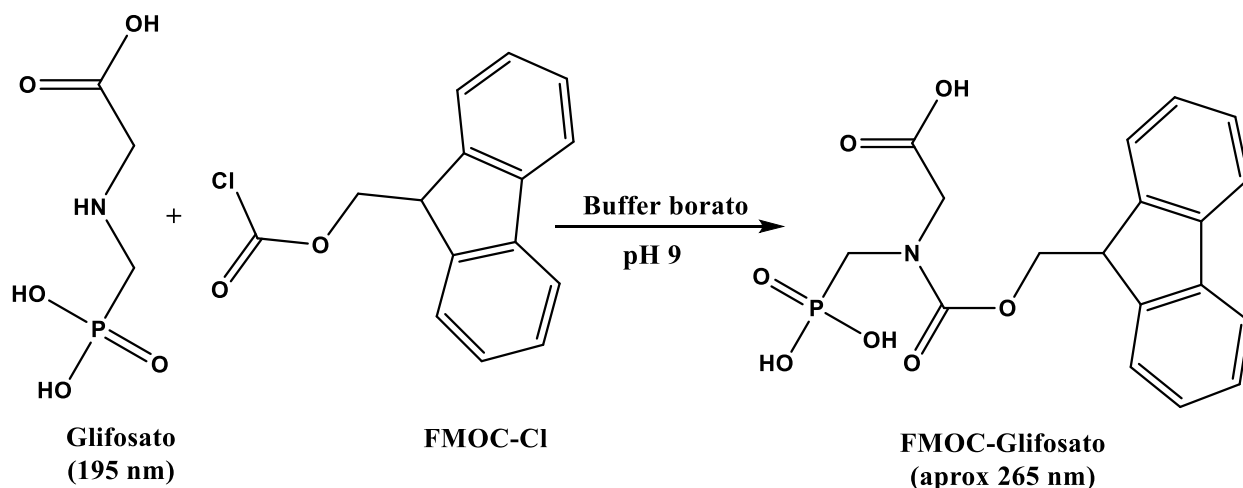


Fig. 11. Reacción de derivatización del agente derivatizante y del glifosato.

b) Extracción líquido-líquido

La preparación de una muestra para aislar el analito, el llevar a cabo una preconcentración, y/o remoción de interferencias, es un paso crucial previo a su análisis (141).

La extracción líquido-líquido (ELL) es una técnica que utiliza dos líquidos inmiscibles para separar componentes de una muestra, debido a la adición que ocasiona la transferencia de ciertos componentes de la muestra al solvente añadido dependiendo de sus coeficientes de distribución entre las dos fases, la orgánica y la acuosa (142).

Hay que tomar en cuenta, que para tener un método ideal de preparación de muestras debe ser: simple, económico, rápido, efectivo, selectivo, y si es posible tener la habilidad de ser automatizado (143). La técnica de ELL tiene como desventajas el uso de grandes cantidades de solventes orgánicos peligrosos tanto para el analista como para el medio ambiente, bajos porcentajes de eficiencia de extracción y demoras en tiempo (144).

1.2.16 Espectrofotometría de Absorción Atómica de horno de grafito (GFAAS)

La espectrofotometría de absorción atómica (EAA), es un método instrumental para la determinación de elementos metálicos hasta nivel traza en una muestra, esto al ser medida la absorción de la radiación en vapor atómico producido por la muestra, a una longitud de onda específica de cada elemento (145). Las partes esenciales que debe tener el equipo son las siguientes: fuente de energía, atomizador de vapor, quemador, sistema óptico, detector, computador para la lectura de datos (146).

Para realizar un análisis con esta instrumentación, la muestra debe estar en estado líquido. Una vez que se inyecta la muestra, la solución se nebuliza mediante un flujo de oxidante gaseoso mezclado con un combustible gaseoso. La mezcla de gases dependerá del elemento a analizar, puede ser acetileno/aire o acetileno/óxido nítrico (146,147). Después, se lleva a una llama donde ocurre la atomización; una vez atomizada la muestra, esta se disocia en su mayoría, produciendo un gas atómico. Algunos átomos se ionizan para formar cationes y electrones.

Para realizar este análisis se necesita una fuente de radiación; usualmente, la fuente de energía es una lámpara de cátodo hueco, la cual consta de un ánodo de tungsteno y un cátodo cilíndrico, hecho del metal cuyo espectro se desea detectar, o está cubierto por este metal. También existen las lámparas de descarga sin electrodos, las cuales son fuentes útiles de espectros de líneas atómicas, proporcionan intensidades radiantes de por lo general uno o dos órdenes de magnitud mayor a comparación de las lámparas de cátodo hueco (147).

Durante el análisis de las muestras de este proyecto se empleó la espectrometría de absorción atómica de horno de grafito (GFAAS), que se utiliza para la determinación de oligoelementos en agua, suelo y muestras biológicas. Alcanza límites de detección muy bajos, de hasta niveles de picogramos, los cuales corresponden a concentraciones de ppb. Otra ventaja de esta técnica es el volumen de la muestra a inyectar, de 10 a 100 μL ;

la diferencia es que la cubeta donde va la muestra es de grafito, realizando la atomización a temperaturas de 2,000 y 3,000 °C (148).

1.2.17 Potencial Zeta

El potencial Zeta (ZP), se define como el potencial necesario para mover una carga de un punto a otro, entre la capa líquida inmediatamente hacia la superficie (la cual está fuertemente unida a la partícula) y la fase continua. Es por esto por lo que, cuando una partícula cargada (negativa o positiva) se encuentra suspendida en un medio líquido, estará rodeada por una doble capa eléctrica. Cuando se aplica un campo magnético en un líquido y se observa la migración de las partículas, se puede estudiar sus cargas, que pueden ser hacia el cátodo (partículas con carga negativa), o al ánodo (partículas con carga positiva) (149).

El ZP, también da información sobre la carga neta en la superficie de la partícula y la distribución del potencial eléctrico en la interfaz (150,151). Los sistemas coloidales, las cargas surgen tanto por la ionización de los grupos superficiales, la adsorción del material de la superficie activa, de las cargas continuas asociadas a las estructuras cristalinas o una mezcla de los mecanismos anteriores (152). La magnitud del ZP en las partículas varía de -200 a 200 mV, esta magnitud dependerá de las partículas suspendidas, y de su comportamiento electroquímico, en el medio en donde están (153).

Hay diferentes métodos para determinar ZP, y están basados en el movimiento electroforético de las partículas cargadas eléctricamente, flujo potencial y electroósmosis (154). El movimiento electroforético, es el método más utilizado en matrices alimenticias, durante este proyecto se utilizó el Potencial Z Zeta-Meter 4.0 (Fig. 12). El ZP, nos permitirá conocer información de las fuerzas de repulsión electrostáticas, pero no considera las fuerzas atractivas de Van der Waals, es por esto por lo que es común encontrar sistemas estables con valores absolutos bajos de ZP y viceversa en la literatura (155).

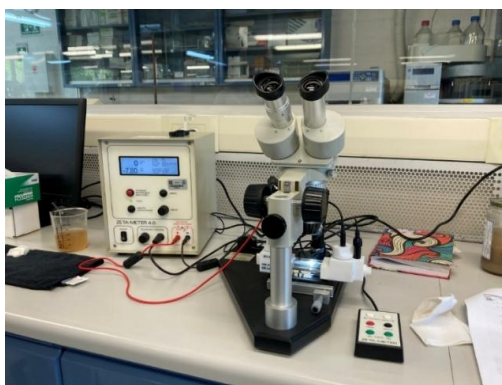


Fig. 12. Potencial Z Zeta-Meter 4.0.

El ZP ayuda al estudio a establecer las relaciones entre la carga de partículas y la eficiencia de floculación en las cervezas. Gassara *et al.* (156). Se realizaron estudios para determinar si el carbón, la quitina y el quitosano pueden utilizarse como floculantes heterogéneos.

1.2.18 Espectroscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido, en inglés Scanning Electron Microscopy, con sus siglas SEM, es una técnica de análisis topográfico, estructural y composicional para conocer la morfología de la superficie de muestras orgánicas e inorgánicas, en escalas de nanómetros a micrómetros (μm). Se caracteriza por medio de un bombardeo por medio de un haz de electrones de alto voltaje, aquí la interacción que hay entre muestra-haz de electrones emite la radiación en el rango de los rayos X, la cual es característica de cada elemento, ya que emite una señal en particular por cada elemento, la cual se define como electrones secundarios y electrones retrodispersados, las cuales son registradas en los diferentes detectores del equipo, estas señales brindan información sobre la topografía, composición y conductividad eléctrica de la muestra analizada. A partir de estas señales, capturadas para generar una imagen altamente detallada, se obtiene información sobre la morfología, la superficie, la composición y los detalles de la microestructura del material a analizar. Es una técnica cualitativa para conocer los elementos presentes en la muestra, pero puede ser cuantitativa al medir la intensidad de la energía emitida por la muestra. Este análisis es adecuado para materiales que contengan elementos con número atómico a partir de 11. Para incorporar esta técnica se incorpora el EDS, que en inglés es espectroscopía de rayos X de energía dispersiva, para conocer composición química para proveer resultados cualitativos y semicuantitativos (157–160).

1.3 Antecedentes:

1.3.1 Tratamiento mediante electrocoagulación de efluentes agroindustriales:

En 2017, Tejedor-Sanz *et al.* utilizaron como pretratamiento la electrocoagulación en un sistema electroquímico bilateral en una celda cilíndrica para el tratamiento de aguas residuales de cervecías, con la siguiente caracterización: fósforo total: 15.1 ± 1 , nitrógeno total: 66.3 ± 5.5 , DQO: 2888 ± 153 mg/L, SST: 625 ± 23 , pH: 7, conductividad: 2.8 mS/cm, turbidez: 447 NTU. Donde se trataron 2 L, se usaron 4 electrodos: dos de aluminio y dos de grafito, todos con un área de trabajo de 13 x 9 cm. El grosor de la placa de aluminio era de 0.1 cm y las placas de grafito, de 0.2 cm. Consiguiendo las siguientes remociones, fósforo total: 96%, nitrógeno total: 98%, DQO: 20%, SST: 89%, turbidez: >93%, el pH del efluente finalizó en 8.2 y la conductividad en 2.58 mS/cm al aplicar el proceso durante 15 min (28).

Lazo Pinto *et al.* en 2020 trataron aguas residuales provenientes de la industria láctea mediante EC en un reactor tipo batch, utilizando un volumen de muestra de 2.3 L, con la siguiente caracterización: pH: 4.46, conductividad: 1000 μ S/cm, turbidez: 619 NTU, SST: 557 mg/L y DBO₅: 1973 mg/L. Logrando las siguientes remociones: SST: 95%; turbidez: 98% en 25 min, aplicando una densidad de corriente de 116.7 A/cm². Como electrodos, se utilizaron tres placas de hierro como ánodo y tres de aluminio como cátodo, con un arreglo en serie. También se obtuvo una disminución de conductividad de 1000 hasta 475 μ S/cm, y la máxima variación del pH fue de 4.02 a 12.10 (23).

Osorio Tristancho y Marín Miranda, en 2020, utilizaron EC para el tratamiento de aguas residuales de un efluente cervecero, que presentaba una DQO de 102 mg/L, color de 141.7, turbidez de 16 NTU y SST de 25 mg/L. Se trataron 10 L de muestra usando electrodos de aluminio y aplicando 30 A con un acomodo monopolar en paralelo. Se obtuvo una disminución de DQO: 40.19%, color: 31.82%, turbidez: 29.37% y SST 72% en 60 min (27).

Rodríguez Díaz *et al.* en 2020, mediante EC, obtuvieron una remoción del 95% de DQO inicial (8640 mg/L) y de la turbidez (600.6 NTU) en aguas residuales mixtas originadas en la industria del procesamiento de lácteos y cárnicos, utilizando un reactor tipo batch con 13 electrodos de hierro en paralelo y un volumen de 10 L. Finalizando con un amperaje de 11.6 A, pH: 12.63 y conductividad: 2785 μ S/cm en 60 min, y obteniendo una remoción de DQO total: 96%, DQO soluble: 95% y turbidez: 95%. (25).

En 2022, Astete-Tebes *et al.* utilizaron la EC para tratar aguas residuales de una planta quesera, empleando un reactor tipo batch de 1.3 L, con electrodos de aluminio (3 cátodos y 3 ánodos). Con las siguientes características: DBO₅: 823.45 mg/L, DQO: 1068.56 mg/L. Obteniendo una remoción de DBO₅: 76.25% y 47.67% de DQO en 45 min, aplicando un voltaje de 10 V, con un incremento de pH: 3.87 a 6.54, temperatura: 15 a 38 °C, y una disminución de conductividad: 42.02 a 40.50 mS/cm (24).

1.3.2 Remoción de glifosato mediante electrocoagulación:

En 2015 Rabiatuladawiyah *et al.* llevaron a cabo una comparación de electrocoagulación utilizando dos metales diferentes para los electrodos (50 mm x 50 mm) para la remoción de glifosato, utilizando un volumen de 500 mL, corriente constante de 40 V, en una concentración de 100 mg/L de glifosato obteniendo, electrodos de aluminio y hierro (separados por una distancia de 6 cm) cada uno, por separado obteniendo una remoción de: 94% y 88% de glifosato en un tiempo de 60 min (48).

En 2017 Rabiatuladawiyah *et al.* removieron 46.69% de glifosato de una concentración inicial de 100 mg/L por electrocoagulación, después de una hora de tratamiento, en un volumen de 400 mL, aplicando una densidad de corriente de 6 mA/cm², usando electrodos de cobre (50 mm x 50 mm x 3 mm) acomodados en paralelo (161).

En 2019 Rabiatuladawiyah *et al.* removieron mediante EC, 94.25% de glifosato al utilizar dos electrodos de Al, con área de trabajo de 25 cm² y una separación de electrodos de 6 cm, en un reactor batch de 500 mL con una concentración de glifosato de 100 mg/L en agua destilada, añadiendo 0.4 g NaCl como electrolito soporte, aplicando una densidad de corriente de 6 mA/cm², durante 60 minutos (162).

1.3.3 Uso de aluminio de latas como electrodos:

Un dato por tomar en cuenta es la forma principal de envasado de la cerveza, en donde la botella no retornable es la más utilizada, seguida de la lata, y después la botella retornable (4).

En 2021, Ruiz Olarte reutilizó latas (utilizaron 8 latas) de aluminio como electrodos para la remoción de DQO mediante EC de dos litros de un efluente proveniente de una PTAR, la celda tuvo un acomodo horizontal monopolar paralelo, obteniendo una remoción del 69.67% de DQO, con valores iniciales de pH: 7.2, temperatura: 12.8°C y DQO 338 mg/L, se aplicó un voltaje de 25 durante 20 min se obtuvo un pH de 8.3, con una temperatura promedio de 28.1°C y un promedio de DQO de 102.5 mg/L (163).

En 2025 Idusuyi *et al.* (164) Trataron un efluente de la industria láctea mediante electrocoagulación, utilizando latas de bebida como electrodos. Se trataron 500 mL del efluente, con valores iniciales de DQO: 1032 mg/L y DBO₅: 420 mg/L. Removiendo 91.67% de DQO y 95.36% de DBO₅ al aplicar un potencial de 20 V a pH 9 durante 15 min de EC.

1.3.4 Quitosano como agente floculante:

En 2005, Cheng *et al.* añadieron 120 mg/L de quitosano a un efluente de aguas residuales procedente de la parte de maceración y filtración del proceso cervecero, con un pH de 4.5 y las siguientes características iniciales: turbidez: 252 NTU, DQO: 7572 mg/L, DQO filtrado: 4404 mg/L y sólidos suspendidos: 2.1 g/L. Obteniendo una reducción de 95% de turbidez y >50% de DQO en 30 minutos de sedimentación (73).

En 2023, Khumalo *et al.* añadieron 2 mg/L de quitosano a un efluente cervecero con la siguiente caracterización: pH: 7.15, oxígeno disuelto: 8.33 mg/L, turbidez: 160 NTU, COT:

176 mg/L, sólidos disueltos totales: 1042 mg/L. Removiendo 95% de la turbidez y 89% del COT en 45 min (165).

En 2023, Iber *et al.* trataron aguas residuales de la acuicultura con una turbidez de 82 ± 3.22 NTU y 78 ± 3.21 mg/L de SST mediante un proceso de coagulación/floculación con quitosano, removiendo el 92.45% de la turbidez al añadir 12.5 mg/L de quitosano a pH 6.88, con un tiempo de precipitación de 30 min. Y al añadir una dosis de 8.75 mg/L a pH 5.67 con un tiempo de sedimentación de 5 min, una remoción 69.49% de SST (166).

En 2024, Oussama *et al.* realizaron un tratamiento de coagulación-floculación de aguas residuales de refinerías de petróleo, con las siguientes características: turbidez: 3754 ± 5 NTU; DQO: 7680 ± 64 mg/L; polifenoles: 168.36 ± 0.4 mg/L. En la cual, añadieron una dosis de 1.6 g/L de FeCl_3 , 13.4 mg/L de quitosano en un periodo de agitación de 26 min, removiendo 100% de turbidez, 86% de DQO, 90% de polifenoles (167).

1.3.5 Electrocoagulación acoplada a Procesos Avanzados de Oxidación:

En 2015, Hernández utilizó un proceso combinado de EC-foto-Fenton con luz UVA para la remoción de compuestos fenólicos de un efluente procedente de una refinería. Las condiciones de EC fueron las siguientes: densidad de corriente: 40 mA cm^2 , tiempo: 20 min, pH: 7, agitación: 155 rpm, electrodos de Fe en posición horizontal con un acomodo monopolar en paralelo, con una remoción del 52.4% de fenoles totales y del 42.3% de COT. Después de aplicar PAO, agregando 306 mg/L de H_2O_2 , y 19.8 mg L^{-1} de Fe^{2+} , con aireación se obtuvo una concentración $<1 \text{ mg/L}$ de fenoles totales y una remoción de 88% de COT, para una muestra de 100 mL (168).

En 2020, Dobrosz-Gómez *et al.* utilizaron un proceso secuencial de electrocoagulación-oxidación anódica (EC-OA) en un efluente cafetero. Se trataron 200 mL. Para EC, se utilizaron electrodos: Fe como ánodo y acero inoxidable como cátodo, a una distancia de 3 mm, pH: 4.7 (sin modificar), aplicando una densidad de corriente: 150 A/m^2 , tiempo: 1 h, con un DQO inicial: $3.610 \pm 0.061 \text{ g/L}$, removiendo 55.7 % de DQO; una reducción del color del 94.7 %, pH final de 9.2, cantidad de los lodos producidos: 3.863 g/L, COT final: 0.534 g/L. Al aplicar OA se utilizaron como electrodos: DDB-acero inoxidable, electrolito soporte: Na_2SO_4 (0.03 M), obteniendo una remoción de DQO: 75% y del color: 87% final respecto al efluente original (26).

Papadopoulos *et al.* en 2020 trataron efluentes cerveceros mediante electrocoagulación y posteriormente con un tratamiento microbiológico. Para electrocoagulación se utilizó un reactor batch con un volumen de 0.5 L, con dos electrodos paralelos planos rectangulares de Al o Fe con un área total de 12 cm^2 ; se utilizaron tres densidades de corriente: 10, 30 y 40 mA cm^2 , a temperatura de $25 \pm 0.5 \text{ }^\circ\text{C}$. Con los siguientes valores iniciales DQO: 1420.0 mg/L , SST: 420.0 mg/L , pH: 7.7. Al utilizar una corriente de 30 mA, se logró una mejora en remoción de color y baja producción de lodos, del mismo modo se removió un 100% de SST usando tanto Al como Fe como electrodos, decoloración de agua: 88% y 80%, en 30 min, pH final: 8.2, DQO removido: 8.1% para Al y 9.6% para Fe (5).

En 2022, Özyonar *et al.* trataron el agua residual doméstica mediante un proceso secuencial de EC-OA. Con los siguientes valores iniciales: DQO 420 ± 40 mg/L, amonio-nitrógeno 24.6 ± 2 mg/L y *Escherichia coli* $392 \pm 100 \times 10^6$ NMP/mL. En la EC, utilizaron como ánodo hierro, y como cátodo fibra de carbono, aplicando una j : 100 A/m^2 , pH original de 7.8, durante 20 min, para la OA se utilizó como ánodo Ti/SbO₂ y como cátodo acero inoxidable, obteniendo las siguientes remociones: DQO del 95.4%, amonio-nitrogeno de 89.4% y *Escherichia coli* del 99.99% aplicando una j : 100 A/m^2 , una distancia entre electrodos de 5 mm durante 30 min (169).

1.3.6 Glifosato en efluentes cerveceros

En 2023, Pérez *et al.* realizaron un estudio para evaluar la persistencia del glifosato durante el proceso de elaboración de cerveza. La elaboración de cerveza se realizó en laboratorio, agregando 500 mg/L de glifosato. Se obtuvieron los siguientes resultados: mosto 465 mg/L, cerveza 29.4 mg/L, grano agotado 4.704 mg/L, lúpulo agotado 0.88704 mg/L y levadura 6.1824×10^{-3} mg/L (9,170).

1.4 Análisis crítico:

El proceso de electrocoagulación es eficiente para retirar grandes cantidades de materia orgánica y otros residuos, expresados como DQO, DBO5 o SST; sin embargo, no elimina el 100% de los compuestos orgánicos recalcitrantes, sobre todo los que se encuentran en disolución. Por otro lado, se sabe que se emplean grandes cantidades de herbicidas en el cultivo de granos destinados a la producción de cerveza artesanal, que podrían estar presentes en sus efluentes. Por lo tanto, es importante emplear una molécula sonda para el seguimiento de la degradación de un contaminante emergente, en este caso, el glifosato, y monitorear el comportamiento de un compuesto orgánico emergente en un residuo agroindustrial. A la fecha no se han encontrado reportes de eliminación de materia orgánica de un efluente cervecero artesanal, aplicando un proceso de electrocoagulación y oxidación anódica-H₂O₂, la principal ventaja es que no será necesario modificar el pH de la matriz, del mismo modo se ha realizado la degradación en solución preparada de glifosato, pero no en esta clase de efluente. Para realizar el proceso de electrocoagulación, el acomodo de los electrodos será vertical monopolar paralelo, por ser el óptimo para la implementación de un efluente de bajo volumen a nivel de laboratorio, según los antecedentes recolectados.

1.5 Hipótesis:

El tratamiento secuencial de EC y OA-H₂O₂ permitirá la remoción del 80% de la materia orgánica (DQO) y la completa degradación del glifosato de un efluente cervecero artesanal.

1.6 Objetivo general:

Tratar el agua proveniente del proceso de la industria cervecera artesanal, enriquecida con glifosato, mediante el proceso secuencial de electrocoagulación y oxidación anódica con H_2O_2 .

1.7 Objetivos específicos:

- 1- Comparar aluminio y acero (316) como electrodos de sacrificio en la electrocoagulación en un efluente cervecero.
- 2- Recolectar y caracterizar fisicoquímicamente (TOC, DBO_5 , DQO, conductividad, pH, turbidez, SST y potencial zeta) muestras de efluente cervecero artesanal.
- 3- Establecer las mejores condiciones de reacción variando la corriente y evaluando la turbidez y el COT.
- 4- Evaluar la capacidad del tratamiento de electrocoagulación mediante la medición de la biodegradabilidad y del COT.
- 5- Establecer un método analítico para cuantificar glifosato mediante HPLC.
- 6- Aplicar el proceso de oxidación anódica- H_2O_2 al efluente mediante electrodos de DDB y EDA.
- 7- Evaluar la remoción de glifosato como molécula sonda mediante electrocoagulación y degradación mediante oxidación anódica- H_2O_2 en el efluente cervecero artesanal.
- 8- Caracterizar de lodos provenientes de la electrocoagulación mediante espectroscopía de absorción atómica (EAA), y los electrodos por microscopio electrónico de barrido (SEM).

CAPÍTULO II

MATERIAL Y MÉTODOS

2.1 Reactivos y equipo instrumental

En esta sección se detalla el procedimiento y las técnicas analíticas empleadas en el desarrollo de este proyecto de investigación. Se aborda la elección del material de los electrodos para realizar la electrocoagulación, desde la recolección de muestras agroindustriales y su caracterización; hasta los procedimientos de electrocoagulación y sus condiciones experimentales para realizar la OA-H₂O₂.

En la Tabla 7 se presentan los reactivos empleados, en tanto que en la Tabla 8 se listan los equipos, especificando el modelo y los materiales utilizados para la realización del desarrollo experimental de esta tesis. En la Fig. 13 se presenta el esquema del procedimiento general que se siguió, mientras que en la Fig. 14 se presenta el tren de tratamientos que se realizó de manera experimental, activos, Tabla 8 los equipos con su modelo y materiales utilizados.

Tabla 7. Reactivos utilizados con pureza y marca.

Reactivo	Fórmula	Pureza	Marca
9-fluorenilmetilcloroformato	Fmoc-Cl	≥99.0%	Sigma Aldrich
Acetonitrilo	CH ₃ CN	99.9%	Sigma Aldrich
Ácido acético glacial	CH ₃ COOH	99.5%	CTR
Ácido nítrico	HNO ₃	65.20%	DEQ
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	99.95%	Sigma Aldrich
Agua agroindustrial	NA	NA	NA
Cloruro de Calcio	CaCl ₂	≥97%	Sigma Aldrich
Cloruro de sodio	NaCl	N/A	Comercial
Etanol absoluto	C ₂ H ₆ O	99.6%	DEQ
Éter dietílico	(C ₂ H ₅) ₂ O	≥97.5%	DEQ
Extracto de carne	N/A	MQ200	Sigma Aldrich
Fosfato monopotásico	KH ₂ PO ₄	≥99.0%	Sigma Aldrich
Glifosato	C ₃ H ₈ NO ₅ P	≥98.0%	Sigma Aldrich
Oxisulfato de titanio	TiOSO ₄	99.0%	Sigma Aldrich
Peptona de carne	N/A	MQ200	Sigma Aldrich
Peróxido de hidrógeno	H ₂ O ₂	30%	LeMont
Quitano	(C ₆ H ₁₁ NO ₄) _n	≥ 75% desacetilado	Sigma Aldrich
Sulfato de magnesio	MgSO ₄ *7H ₂ O	≥99.5%	Sigma Aldrich
Tetraborato de sodio decahidratado	Na ₂ B ₄ O ₇ *10H ₂ O	≥99.5%	Sigma Aldrich
Urea	CH ₄ N ₂ O	≥98%	Sigma Aldrich

En el anexo se presenta la Tabla 17. Disposición de residuos, la cual se elaboró conforme al reglamento vigente señalado por la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León.

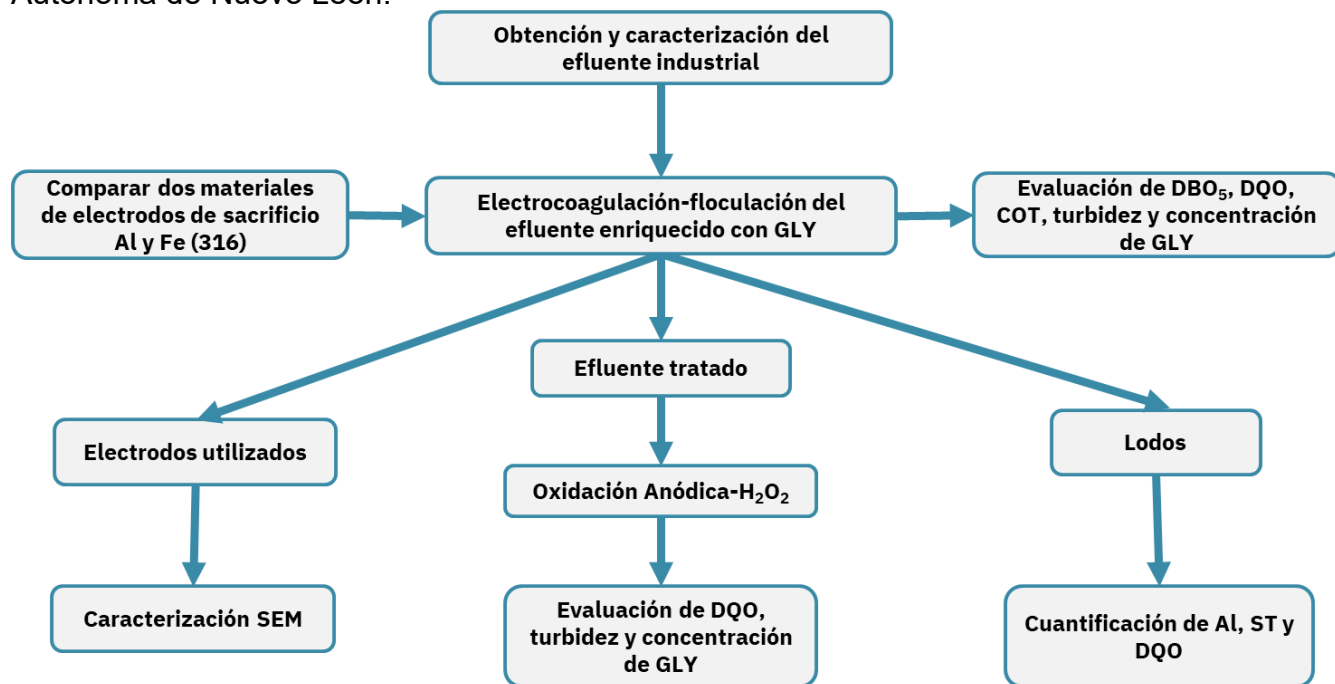


Fig. 13. Diagrama de flujo del procedimiento experimental general.

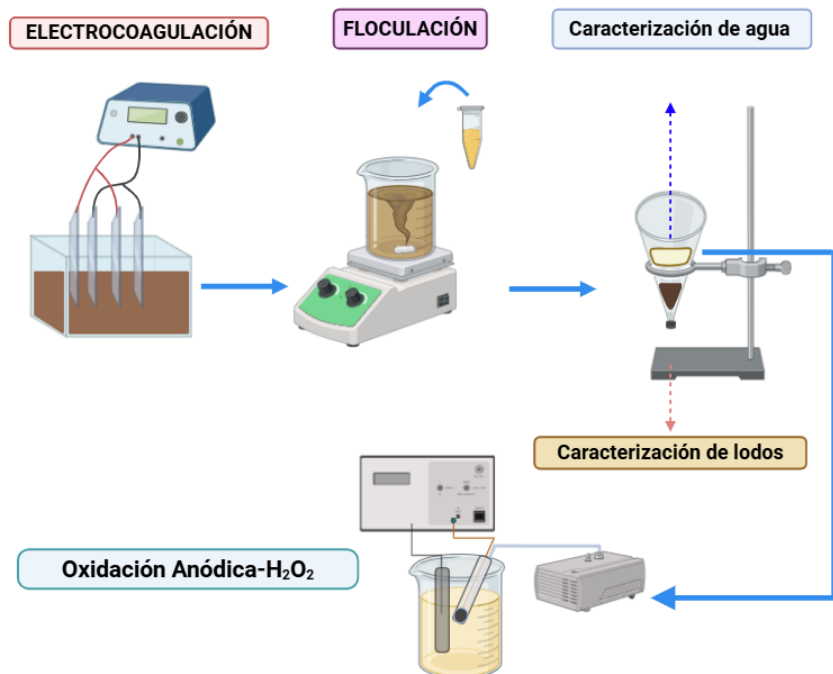


Fig. 13. Tren de tratamiento EC-FLO-OA-H₂O₂, con sus muestreos para agua y lodos.

Tabla 8. Equipos utilizados.

Equipo y/o material	Marca	Modelo
Balanza analítica	Ohaus Corporation	PA224C
Baño de ultrasonido	Cole-Parmer	8890
Carbono Orgánico Total (COT)	Shimadzu	TOC-V CSH
Centrífuga	VORTEX	945904
Colorímetro	HACH	DR/809
Conductímetro	Thermo Scientific	Orion 013010MD
Cromatógrafo líquido de alta eficacia (HPLC)	HPLC System	sYL900 con detector de UV-Vis
Electrodos de DDB	Adamant y Metaken	NA
Espectrofotómetro de Absorción Atómica (EAA)	Thermo Scientific	iCE 3000
Espectrofotómetro ultravioleta y visible (UV-Vis)	Varian	Cary 50
Espectrofotómetro ultravioleta y visible (UV-Vis)	HACH	DR 5000
Fuente de poder	NA	MPL-1303
Material de vidrio	PYREX	NA
Microscopio electrónico de barrido (SEM)	JEOL	JSM6510-LV
Plancha de calentamiento y agitación	Thermo Scientific	Cimarec
Potencial Z	Zeta-Meter	4.0
Potenciómetro	Thermo Scientific	ORION STAR A111
Turbidímetro	Lovibond	TB 250 WL
Turbidímetro	HACH	2100N

2.2 Construcción de una celda para la electrocoagulación

Se fabricó una celda, a partir de láminas de policarbonato para el tratamiento de EC con las siguientes medidas 12 x 10 x 15 cm para obtener un volumen total de 1,800 mL de la celda; sin embargo, el volumen de agua a tratar del efluente fue de 1000 mL (Fig. 15). Las placas de policarbonato se cortaron y se lavaron con agua y acetona; luego se pegaron con pegamento líquido resistente al agua, se dejó secar por un día y se agregó otra capa de pegamento para mejorar su resistencia. Finalmente se verificó la ausencia de fugas.

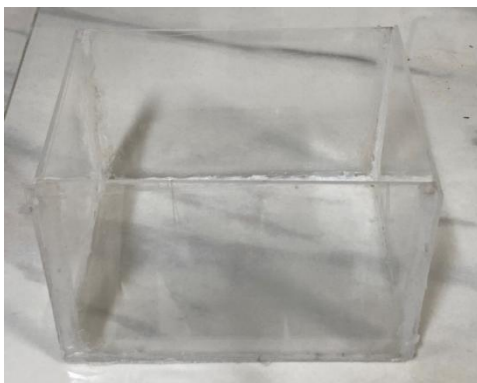


Fig. 15. Celda de polycarbonato para realizar el tratamiento de EC.

Los electrodos utilizados en este proyecto se utilizaron con las siguientes medidas:

- Aluminio: $5 \times 6 \text{ cm} = 30 \text{ cm}^2$, con área de trabajo de 25 cm^2
- Hierro: $6 \times 6 \text{ cm} = 36 \text{ cm}^2$, con área de trabajo de 24 cm^2

Para los electrodos de aluminio, de latas de bebidas, las cuales se lijaron, por ambos lados, y se lavaron con acetona para eliminar cualquier pintura remanente, después fueron enjuagadas con agua destilada.

Para los electrodos de hierro se utilizó acero 316, una aleación de hierro, cromo, níquel, molibdeno y carbono. Las placas se lijaron y se lavaron con una solución de HNO_3 al 10% para eliminar cualquier óxido remanente. Finalmente, fueron enjuagadas con agua destilada.

2.3 Muestreo de efluente cervecero

Se contactó con una empresa cervecera artesanal de la Zona Metropolitana de Monterrey. El punto en el que se tomó la muestra fue durante la maceración (Fig. 16), en la que se desecha una parte del líquido y la otra continúa con el proceso de fermentación para obtener el producto final.

Para la recolección del efluente se tomó una muestra total de 40 L en recipientes de polietileno de 10 L cada uno y se preservó a una temperatura de $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ para su traslado. Una vez en el laboratorio, se fraccionaron en recipientes de 1 L de polietileno, para ser congelados a una temperatura de -20°C , esto para evitar su descomposición bacteriana y cambios en los parámetros fisicoquímicos durante su caracterización o posterior uso (59).



Fig. 14. Tanque de maceración y de fermentación de la empresa.

En total, se realizaron tres muestreos para obtener una cantidad suficiente de muestra (efluente agroindustrial). Cabe mencionar que, en cada muestreo, las características de esta pueden variar debido a las condiciones como el tipo de cerveza elaborada y el volumen del lote. Del mismo modo, a medida que sale el efluente, pueden variar sus características, por lo que la muestra se dividió en 10 fracciones para las pruebas de caracterización, electrocoagulación y degradación.

2.4 Caracterización fisicoquímica:

El mismo día del muestreo (Fig. 17) se analizaron los siguientes parámetros fisicoquímicos del efluente: COT, DBO₅, DQO, conductividad, pH, turbidez y SST.

A continuación, se darán las especificaciones que se tomaron en cuenta para cada parámetro fisicoquímico:

- pH y conductividad: La muestra se vertió en un vaso precipitado de 50 mL y se tomaron lecturas de pH en el potenciómetro ORION STAR A111 y de conductividad con el conductímetro Orion 013010MD.
- DQO: Se realizó de acuerdo con la NMX-AA-030/2-SCFI-2011 mediante una digestión con el kit HACH de rango alto (20-1500 mg/L) a 150 °C durante 2 h y posterior medición espectrofotométrica a 600 nm, una muestra diluida 1:100 mL (172).
- DBO₅: Se realizó de acuerdo con la NMX-AA-028-SCFI-2021(171).
- SST: Se realizó de acuerdo con la NMX-AA-004-SCFI-2013, midiendo el volumen de los sedimentos del efluente inalterado, en un cono Imhoff después de dejar sedimentar la muestra durante 45 (173).
- Turbidez: La muestra se midió directamente después de homogeneizar el efluente en el Turbidímetro TB 250 WL.
- COT: Se diluyó 1:250 mL en agua bidestilada y se realizó la lectura en el equipo TOC-V CSH.
- Adicionalmente, se obtuvo el espectro de absorción del efluente cervecero identificando sus bandas de absorción máxima (257 nm). Se realizó una dilución

de 1:30 mL en agua desionizada y se analizó en el espectrofotómetro UV-Vis Varían Cary 50 en un rango de 200 a 800 nm.



Fig. 15: Muestra de efluente cervecero.

2.5 Determinación de glifosato

Para la determinación cromatográfica del compuesto, previamente se realizó una reacción entre el agente derivatizante FMOC-Cl y el glifosato en medio alcalino, controlado con un buffer de boratos, siguiendo el procedimiento descrito por Bernal *et al.* (174).

En este procedimiento, se tomaron 1000 μL de la solución de glifosato, posteriormente se añadieron 250 μL de buffer de boratos al 0.04 M a pH 9, seguidos de 1000 μL de FMOC-Cl 10 mM, y se dejó agitando durante 20 minutos a temperatura ambiente. Después, se realizaron dos extracciones líquido-líquido cada una con 2.5 mL de éter etílico, descartando la fase orgánica. Después, se tomó una porción de la fase acuosa que es donde se encuentra el analito, para realizar su inyección en el HPLC-DAD (174).

La medición se realizó en un cromatógrafo de líquidos con detector de arreglo de diodos (HPLC-DAD). Se utilizó una columna C18 (5 μm . 250 x 4.6 mm) de la marca Phenomenex®, y como fase móvil una mezcla de acetonitrilo buffer de fosfatos (pH 9) ACN:KH₂PO₄ en una relación de 30:70, con un flujo de 1 mL min⁻¹ y un volumen de inyección de 20 μL (174,175). Previamente se registró un espectro de absorción mediante espectrofotometría UV-Vis, para conocer la longitud de onda máxima. La cual fue establecida en el cromatógrafo a 264 nm.

Cabe resaltar que el FMOC-Cl es un agente protector muy reactivo, cuando se prepara en acetonitrilo se puede formar FMOC-OH, pero si se llega preparar en medio acuoso se forma en el medio FMOC-H dificultando la derivatización, sin embargo el FMOC-Cl es insoluble en agua, mientras que la reacción entre FMOC-Cl y glifosato en medio acuoso y acetonitrilo los cuales reaccionan con el buffer de borato forman el complejo FMOC-borato, por lo que el cromatograma tiende a mostrar más de una señal (174–176).

2.6 Electrocoagulación del efluente cervecero

Se realizaron experimentos preliminares con agua simulada para determinar el tiempo de duración con mayor rendimiento en la remoción de COT y, del mismo modo, con la corriente aplicada. Una vez seleccionado el tiempo de EC, se tomó muestra para HPLC, DBO5, DQO y COT al inicio y al final de la reacción. Una vez transcurridos los 30 minutos de EC, se prosiguió a añadir el agente floculante (2 g/L de quitosano). Para el tratamiento de electrocoagulación (EC), se utilizaron 1000 mL de efluente cervecero artesanal enriquecido con 10 y 20 mg/L de glifosato.

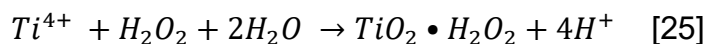
2.7 Floculación del efluente cervecero:

Una vez realizada la EC, se añadieron 2 g/L de quitosano, previamente preparado en ácido acético, esta cantidad de floculante es equivalente a una concentración de 120 ppm de quitosano en el litro del efluente, esta concentración es reportada por los autores Cheng *et al.* (73). Se dejó en agitación durante 15 minutos a velocidad baja/media, como se indica en el “Test de Jarras” (177) y se midieron los sólidos suspendidos totales (SST) después de dejar sedimentar el efluente durante 45 min en el cono Imhoff.

2.8 Oxidación Anódica-H₂O₂

Para potenciar el proceso de OA, se utilizó un electrodo de difusión de aire (EDA), con malla de carbón mesoporoso como cátodo, para electrogenerar H₂O₂ y generar una mayor cantidad de •OH, mejorar el rendimiento de la degradación del GLY y remover residuos provenientes de la electrocoagulación; para el ánodo se utilizó DDB.

La electrogeneración de H₂O₂ se realizó en una celda no dividida a dos corrientes: 0.1 y 0.2 A durante 60 minutos, en un volumen de 1000 mL de NaCl a 1.0 g/L como electrolito de soporte. Se tomaron alícuotas para conocer la concentración de H₂O₂ en 0, 2, 5, 10, 20, 30, 60, 90, 120, 150 y 180 min de reacción. Previamente para realizar el proceso de OA-H₂O₂, se realizó una curva de calibración (5, 10, 15, 20, 25, 30 y 40 ppm) de H₂O₂, mediante la siguiente reacción colorimétrica (Ecuación 23):



El TiOSO₄ reacciona con el H₂O₂, generando un complejo de color amarillo que depende de la concentración de H₂O₂. Se realizaron estándares a partir de una disolución de H₂O₂ al 30% p/v, según la siguiente preparación: a 0.5 mL de cada estándar se le añadieron 2 mL de reactivo TiOSO₄ y se aforaron a 10 mL. Para realizar la medición espectrofotométrica, se fijó la longitud de onda en 408 nm, ya que es la λ máxima de absorbancia del complejo formado.

Una vez garantizada la generación de H₂O₂ en la celda, se aplicó la OA-H₂O₂ a la muestra de agua tratada mediante EC. Una vez precipitados los lodos del efluente tratado por EC, el sobrenadante se llevó a una celda electroquímica de un solo compartimiento, con un volumen de 1000 mL. Se colocaron los electrodos de DDB y de EDA. Se evaluaron dos corrientes: 0,1 y 0,2 A, sin ajustar el pH (5,74). La electrólisis se

llevó a cabo durante 1 hora y se tomaron muestras en los siguientes tiempos: 0, 2, 5, 10, 15, 30, 45 y 60 min para el seguimiento de la degradación del GLY.

2.9 Caracterización de los lodos provenientes de EC:

Los lodos precipitados a partir del cono Imhoff fueron recuperados por decantación y después se les realizó la siguiente caracterización:

a) Sólidos totales

Los sólidos totales (ST) se determinan secando una muestra de lodo a 105 °C y se calculan en % mediante la Ecuación 24:

$$ST = \left(\frac{m_{dm}}{m_{sl}} \right) \times 100 \quad [26]$$

m_{dm} = Masa de la materia seca

m_{sl} = Masa del lodo en suspensión

Los ST pueden dividirse en sólidos disueltos, sólidos en suspensión, así como en sólidos fijos y volátiles.

b) Sólidos en suspensión

Estos sólidos son los que se obtienen al ser separados mediante filtración o centrifugación de la muestra; se calcula en % mediante la Ecuación 25:

$$SS = \left(\frac{m_{dmf}}{m_{sl}} \right) \times 100 \quad [27]$$

m_{dmf} = Masa de la materia seca separada, y secada a 105 °C

m_{sl} = Masa del lodo

c) Sólidos volátiles

Los sólidos volátiles (SV), también denominados “pérdida de ignición”, representan el contenido de sólidos orgánicos. Por tal razón, se puede utilizar como medida del grado de estabilización de los lodos, y su reducción está estrechamente relacionada con la producción de biogás. Para conocer la cantidad de SV, la muestra seca se quema a 550 °C durante una hora, y su contenido se calcula en %, mediante la siguiente Ecuación 26:

$$SV = \left(1 - \frac{m_{gr}}{m_{dm}} \right) \times 100 \quad [28]$$

m_{gr} = masa residual tras la combustión, compuesta por residuos de minerales inorgánicos y arena.

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización fisicoquímica del efluente cervecero artesanal.

Como se describió en el capítulo de metodología, la parte experimental del proyecto comenzó con el muestreo y la caracterización de una muestra de un efluente de un cervecero artesanal. En la Tabla 9 se presentan los resultados de la caracterización fisicoquímica de la muestra recolectada.

Tabla 9. Caracterización fisicoquímica de efluente cervecero artesanal.

Caracterización	Valor
pH	5.56 ± 0.726
Conductividad	1,421 ± 879.196 μ S/cm
* λ max	257 nm
*DQO	46,188.88 ± 7,060.1 mg/L
*DBO ₅	10,575 mg/L
*SST	12 mL/L
Turbidez	505.4 ± 79.22 NTU
*COT	15,956.05 mg/L
Potencial Zeta	-7.870 ± 0.456 mV

*Diluciones: DQO y DBO₅: 1:100 mL; COT: 1:250 mL; UV-Vis: 1:30 mL.

De los datos reportados en la Tabla 9, se determina que la muestra de agua recolectada presenta un pH similar al reportado por Cheng *et al.* en la literatura. (73), lo que coincide con la naturaleza de un efluente agroindustrial, que comúnmente presenta valores ligeramente ácidos entre 4 y 6. La conductividad fue menor que la reportada por Tejedor *et al.* (28), quienes la registran con un valor de 2.8 mS cm⁻²; debido a esto, fue necesario agregar un electrolito de soporte para mantener constante la conductividad durante el tratamiento electroquímico, que, durante este proyecto, fue NaCl. Este valor de conductividad puede deberse al pretratamiento del agua que realizan en la empresa para eliminar sales del agua y elaborar la cerveza; asimismo, la zona geográfica afecta los minerales presentes en el agua, lo que modifica la conductividad.

La turbidez se encuentra por arriba de los rangos encontrados en la literatura, donde Khumalo *et al.* (165), presentan una turbidez de 160 NTU en un efluente cervecero, mientras que Cheng *et al.* (73) reportan las salidas de agua de los puntos de maceración y filtración de un proceso cervecero, una turbidez de 252 NTU, en donde la muestra presenta el doble a lo que publicaron estos autores. En relación con la DQO, en el presente trabajo el agua presenta un valor de 46,188.88 mg/L, lo cual resulta sumamente alto en comparación con lo reportado en la bibliografía. Cheng *et al.* presentaron una DQO de 7,572 mg/L, más de 6 veces mayor, lo que se atribuye al procedimiento artesanal o bien al tipo de cerveza. Otro factor alto fue el COT, superior a 176 mg/L, según Khumalo

et al., siendo casi 90 veces mayor el de la muestra analizada en este proyecto, con un valor de 15.956,05 mg/L. Estos resultados indican que es un efluente con alta carga orgánica.

Un valor adicional para tomar en cuenta son los SST con un resultado de 12 mL/L, lo cual indica la presencia de partículas suspendidas confirmando que el proceso de EC es viable para el tratamiento de este efluente, tomando en cuenta que Osorio y Marín (27) reportan 25 mL/L de SST en el efluente cervecero, que trataron mediante EC. La muestra se tomó de la parte del reactor donde se realiza el tratamiento de aguas residuales, que contiene una mezcla de todas las salidas de agua del proceso cervecero. La muestra recolectada en este trabajo presenta partículas suspendidas con potencial zeta (ZP) predominantemente negativo, con un valor promedio de -7.87 mV. Esto es similar a lo reportado por Simate *et al.* (178), quienes presentan un valor de -38 mV, para una muestra de efluente cervecero tomada del reactor de manto de lodos anaerobios up-flow.

Debido al alto contenido de materia orgánica en este tipo de efluentes, deben recibir un tratamiento previo para cumplir con la NOM-001-SEMARNAT-2021, que establece los límites permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en cuerpos receptores propiedad de la nación.

3.2 Efecto del tiempo en la electrocoagulación

Se realizaron pruebas preliminares con agua simulada de PTAR para determinar el tiempo de tratamiento más adecuado para EC. La preparación de esta solución se obtuvo de la OECD Guideline for the Testing of Chemicals (179). La formulación se muestra en la Tabla 10 y a 750 mL de esta agua se le agregaron 250 mL de cerveza clara, sin gas y un gramo de NaCl para alcanzar una conductividad mínima de 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, necesaria para realizar el proceso de EC. La muestra simulada presentó una concentración inicial de COT de 9,282.5 mg/L y se logró una remoción cercana al 8% de COT al aplicar este tratamiento durante 30 minutos, como se muestra en la Fig. 18. Comparando con otros tiempos de tratamiento aplicados, no hay diferencia significativa en la disminución de COT entre ellos (Ver anexo: Tabla 21). Sin embargo, a los 20 min de tratamiento no se forman flóculos y, por lo tanto, no se observa precipitación de coágulos. Mientras que con el tratamiento de 40 min se produce una desestabilización de las cargas de las partículas y, por ende, un rompimiento de los flocs formados, lo que se traduce en una menor remoción de COT. Estas pruebas se realizaron con electrodos de Al y, al finalizar 30 min, se observó una mayor remoción de COT; por lo tanto, se seleccionó este tiempo de tratamiento para las siguientes pruebas.

Tabla 10. Composición simulada del agua de PTAR.

Compuesto	Masa (g) para obtener 1 L de disolución
CaCl ₂	0.004
NaCl	0.007
KH ₂ PO ₄	0.028
Extracto de carne	0.110
CH ₄ N ₂ O	0.030
MgSO ₄ *7H ₂ O	0.002
Peptona de carne	0.160

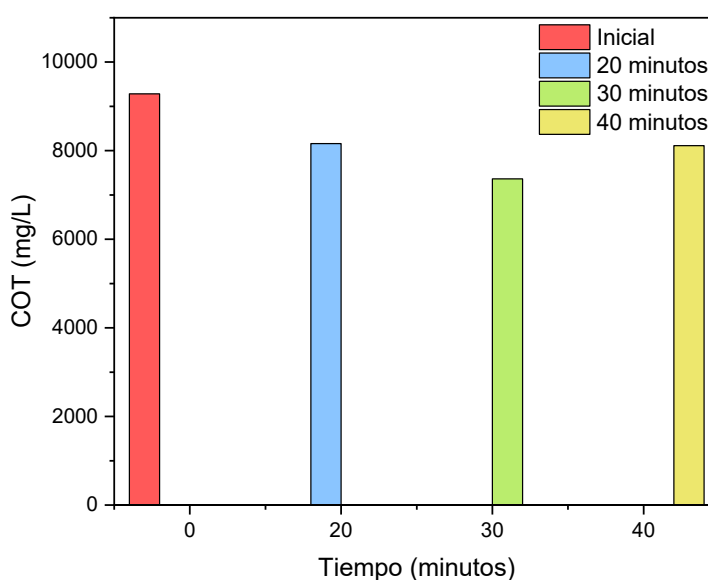


Fig. 16. Comparación del grado de mineralización después del tratamiento por EC en función del tiempo de duración.

3.3 Efecto de la corriente aplicada y adición de floculante

Para establecer la corriente más adecuada para el tratamiento de electrocoagulación, se realizaron experimentos a 0,5, 1 y 1.5 A con el efluente cervecero artesanal y se tomaron muestras para determinar las condiciones finales de turbidez y COT. Estos resultados se compararon con el efluente inicial sin tratar (S/T). Adicionalmente, se evaluó el efecto de la adición de quitosano para precipitar los SST y disminuir la turbidez y el COT.

La adición del agente floculante se fijó en 2 g/L en la solución preparada de quitosano, equivalente a 120 ppm. Esta concentración fue estudiada por Cheng et al. (73), quienes evaluaron diferentes dosis de quitosano para la recuperación de materia orgánica en un efluente cervecero, tanto en el punto de maceración como al final del proceso. El efecto

de la adición de quitosano en electrodos de Al y de acero (316) se muestra a continuación.

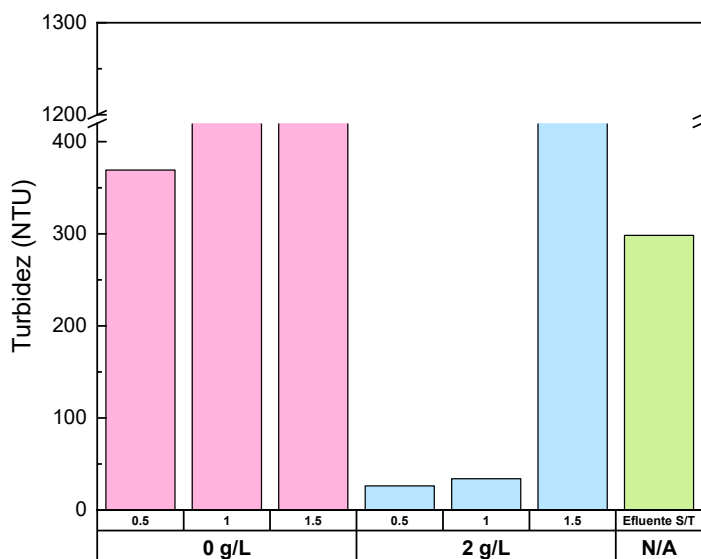


Fig. 17. Remoción de turbidez mediante electrodos de Al a diferentes corrientes, variando la cantidad de quitosano añadida.

La turbidez de la muestra inicial fue de aproximadamente 300 NTU en el primer muestreo del efluente para realizar los experimentos sobre el efecto de la corriente aplicada y la adición de floculante; por ello, no coincide con el dato mostrado en la Tabla 9.

Para los experimentos realizados con electrodos de aluminio, la mayor disminución de turbidez fue del 91.21% al aplicar una corriente de 0.5 A y agregar 2 g/L de quitosano, seguida de una disminución del 88.53% al aplicar una corriente de 1 A y agregar 2 g/L de quitosano. Como se puede apreciar en la Fig. 19, cuando no se agrega el agente floculante; independientemente de la corriente aplicada, se observa que la turbidez se incrementa, debido a que se forman coágulos durante la EC, lo que incrementa este parámetro. Sin embargo, no se forman flóculos con suficiente masa como para precipitarlos. Cuando se agrega el agente floculante, se observa una disminución de la turbidez; sin embargo, con una corriente más alta (1.5 A), la turbidez se incrementa debido a la desestabilización de los flóculos formados por la inducción de corriente aplicada. Tanto para los experimentos sin agregar la dosis de quitosano como para los que agregan la dosis del floculante, hay una diferencia significativa en la disminución de la turbidez ($p > 0.05$; ver anexos: Tablas 22 y 23).

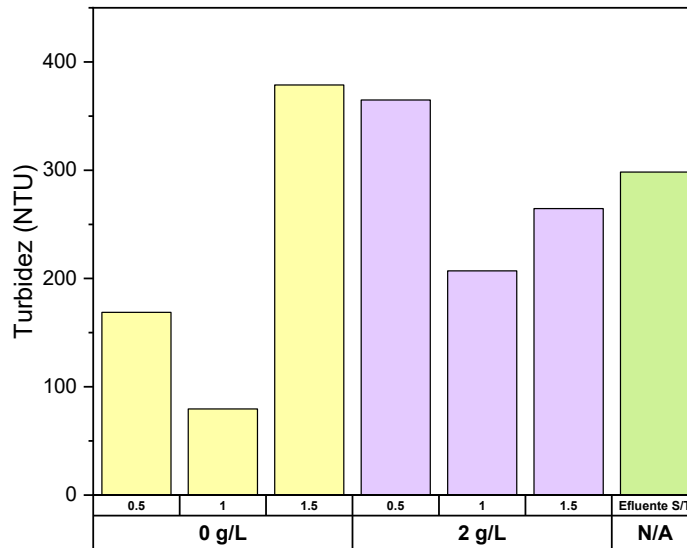


Fig. 18. Remoción de turbidez mediante electrodos de Fe a diferentes corrientes (0.5, 1 y 1.5 A), variando la cantidad de quitosano añadida.

Como se observa en la Figura 20, en los experimentos con los electrodos de Fe, se logra una mayor disminución de turbidez, sin agregar agente floculante al aplicar 1 A, con una remoción de 84.24% de turbidez, esto debido a que los coágulos y flóculos formados con el hierro son lo suficiente densos para precipitar sin requerir un floculante adicional. Sin embargo, al aplicar 0.5 A, no se forman coágulos ni flóculos con suficiente densidad para precipitar y, en consecuencia, no disminuye la turbidez. En tanto que se aplica una corriente de 1,5 A, ocurre una desestabilización de los coágulos y flóculos formados, con un comportamiento similar al observado con los electrodos de aluminio.

Cuando se emplean electrodos de Al, se observa un comportamiento contrario al añadir quitosano, ya que la turbidez aumenta con una corriente de 0.5 A; esto se debe a que no se generó una cantidad suficiente de coágulos (mL/L) para que el floculante en el medio los atrapara, provocando que quedaran en suspensión e incrementando la turbidez. No obstante, con 1.0 y 1.5 A, la turbidez se reduce ligeramente tras el tratamiento de EC. Al aplicar una corriente de 1 A, se obtuvo una disminución del 30.60%, y con 1.5 A, del 11.29%, en comparación con la muestra inicial. Se observa que en ambos casos de dosificación de quitosano (0 y 2 g/L) hay una diferencia significativa ($p > 0.05$). (Ver anexos: Tablas 24 y 25).

Este comportamiento también fue observado por Holt *et al.* (180), quienes realizaron pruebas de jarras con una solución sintética con arcilla para remover la turbidez, logrando un mayor rendimiento a pH natural de 4.1, ya que el potencial zeta de la arcilla es cercano a cero, al agregar alumbre ($KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$) como coagulante. Sin embargo, al realizar la EC, estos autores notaron que la mayor reducción de turbidez se alcanzó al aplicar una corriente de 0.25 A, en términos de contaminante eliminado por unidad de aluminio

añadido (4-20 mg/Al), y que al aplicar una corriente de 2 A se removió el contaminante en menor tiempo de EC. Esto indica que, con corrientes menores de 2 A y en periodos de tratamiento cortos, se obtiene una mayor remoción de contaminantes mediante EC, sin necesidad de modificar el pH.

Una de las desventajas de utilizar electrodos de Fe en comparación con los de Al es la coloración verde del efluente, debida a la oxidación del hierro, mientras que con aluminio no hay cambio de color, ya que el aluminio solo presenta un estado de oxidación, como se observa en la Fig. 21. Del mismo modo al comparar las imágenes B) y C), al utilizar ambos electrodos de Al, sin embargo, en la imagen B) tenemos los SST separados en dos, unos precipitados y los otros flotando, esto es debido a que no se agregó el agente floculante, para poder precipitar toda la MO, en donde al agregarlo todos los SST precipitan como se muestra en la imagen C).

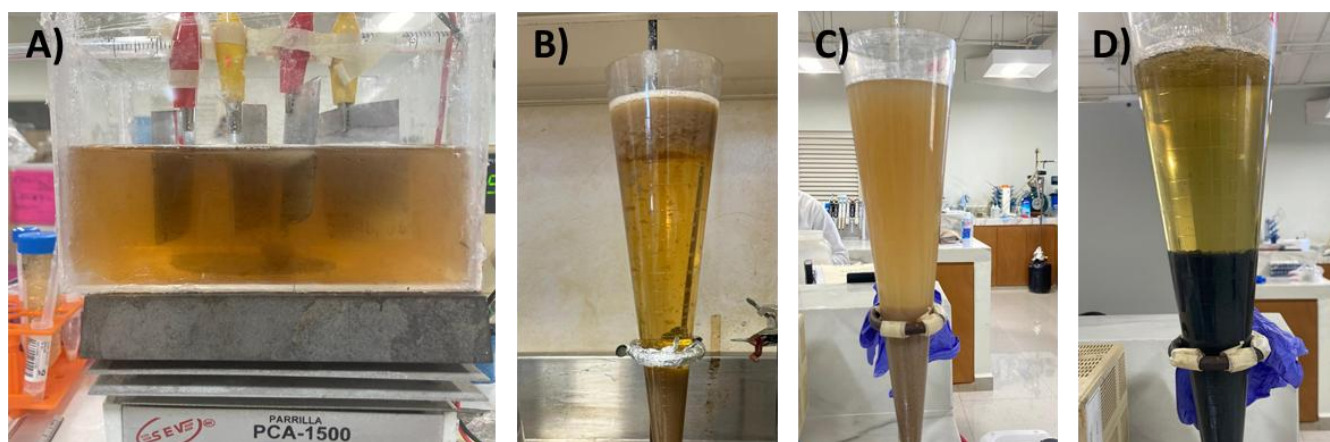


Fig. 19. A) Celda de EC con electrodos de sacrificio en un acomodo monopolar paralelo; B) Efluente tratado por EC con electrodos de Al; C) Efluente después de EC utilizando electrodos de Al y agregando quitosano; D) Efluente después de EC utilizando electrodos de Fe.

Además de la turbidez, el COT también se analizó bajo estas condiciones experimentales. En la Fig. 22, se puede observar una remoción similar de COT sin la adición del agente floculante con los electrodos de Al y con los tres valores de corriente (0.5, 1.0 y 1.5 A), la cual fue >14% en todos los casos. Al adicionar el agente floculante, se observa una mayor remoción de COT, especialmente al aplicar 1 A, donde esta se incrementa hasta 26.51%. Aunque se registró un incremento en la capacidad de remoción con el quitosano se debe considerar también, que la molécula de quitosano tiene una alta carga orgánica, ya que cuenta con 56 carbonos dentro de su estructura molecular, y esto puede ser desfavorable si no se aplica una corriente adecuada para la generación de coágulos y flóculos estables, o del mismo modo cuando se agrega agente floculante en exceso se puede tener esta respuesta. Por otra parte, hubo poca diferencia entre las corrientes aplicadas con y sin coagulante, ya que no se observó diferencia significativa ($p > 0.05$). Ver anexo: Tablas 26 y 27.

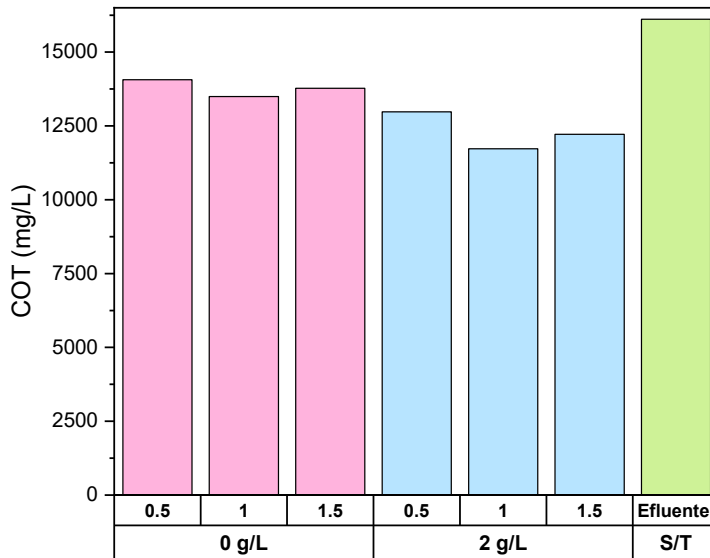


Fig. 20. Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes, variando la cantidad de quitosano añadida. Corrientes aplicadas: 0.5, 1 y 1.5 A.

Al llevar a cabo la EC con electrodos de Fe, en ausencia y en presencia de floculante, se observa en la Fig. 23, que existe una tendencia similar que, al utilizar electrodos de Al, es decir, muestra poca diferencia entre las diferentes corrientes aplicadas, debido a que no muestran diferencias significativas ($p < 0.05$; ver anexo: Tabla 28). Sin embargo, cabe resaltar que ocurre un aumento de COT cuando se aplica 0,5 A y se añade el floculante, ya que este aporta materia orgánica y no llega a acomplejarse con las partículas suspendidas. De igual forma, la mayor disminución se observó al aplicar una corriente de 1 A y añadir 2 g/L de quitosano, con una disminución del 30.86% de COT. Entre los tres resultados obtenidos al utilizar el agente floculante, no hay una diferencia significativa ($p > 0.05$). (Anexo: Tabla 29).

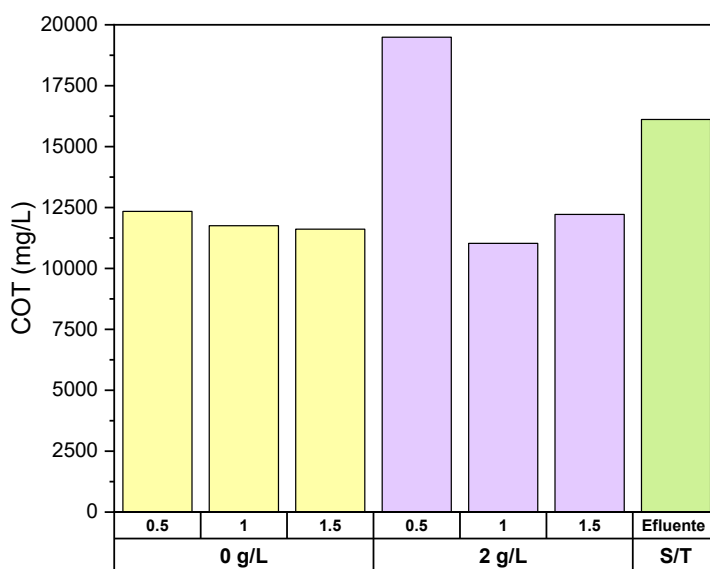


Fig. 21. Remoción de COT utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes, variando la cantidad de quitosano añadida. Corrientes aplicadas: 0.5, 1 y 1.5 A.

3.4 Evaluación de la biodegradabilidad del efluente.

Se realizaron análisis de DBO₅ y DQO a 4 muestras en total: efluente sin tratar (S/T) del primer muestreo con una DQO de 37,150 mg/L, Al + 2 g/L de quitosano (Al-CQ), Fe sin quitosano (Fe-SQ) y Fe + 2 g/L de quitosano (Fe-CQ), los últimos tres aplicando una corriente de 1 A, y fueron los que obtuvieron una mayor disminución tanto de COT como de turbidez.

Ardila Arias *et al.* (181) Mencionan que existe una relación entre DBO₅/DQO, a partir de la cual se puede establecer el carácter de biodegradabilidad de la muestra. Estos criterios se muestran en la Tabla 11.

Tabla 11. Carácter de biodegradabilidad.

DBO ₅ /DQO	Carácter
>0.8	Muy biodegradable
0.7-0.8	Biodegradable
0.3-0.7	Poco biodegradable
<0.3	No biodegradable

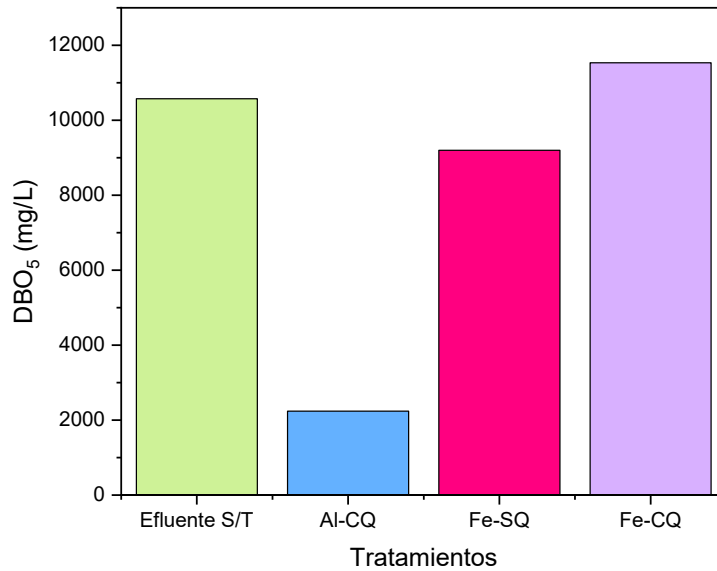


Fig. 22. Análisis de DBO₅ de los diferentes efluentes tratados mediante EC, aplicando una corriente de 1 A durante 30 min, y comparándolos con el efluente sin tratar.

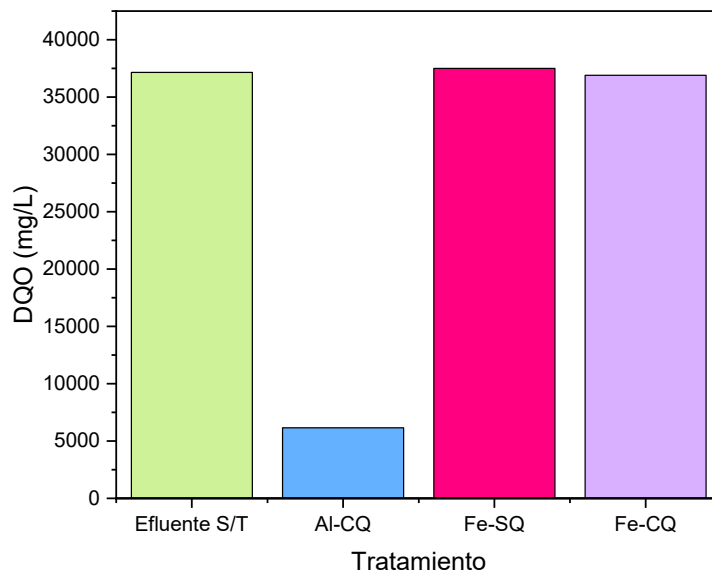


Fig. 23. Análisis de DQO de los diferentes efluentes tratados mediante EC, aplicando una corriente de 1 A durante 30 min.

A partir de los resultados obtenidos y presentados en las Fig. 24 y 25, mediante la relación entre DBO₅/DQO se obtuvo el resultado del carácter de biodegradabilidad para el efluente tratado al utilizar como electrodos Al o Fe y la aportación de utilizar el quitosano como agente floculante, a continuación, en la Tabla 12:

Tabla 12. Resultados de carácter de biodegradabilidad.

Muestra	DBO₅ (mg/L)	DQO (mg/L)	DBO₅/DQO
Sin tratamiento	10,575	37,150	0.28
*Al-CQ	2,240	6,150	0.36
Fe-SQ	9,200	37,500	0.24
Fe-CQ	11,534	36,900	0.31

*Efluente de carácter poco biodegradable.

La muestra sin tratamiento presenta una relación DBO₅/DQO de 0.28, lo que la clasifica como no biodegradable de acuerdo con la Tabla. 11. El efluente tratado mediante EC con electrodos de Al y usando 2 g/L de quitosano presenta un carácter de biodegradabilidad de 0.36, clasificándose como un efluente poco biodegradable. Esto indica que el tratamiento de EC es factible para mejorar la biodegradabilidad de un efluente cervecero artesanal. Adicionalmente, se confirma que el uso del quitosano como agente floculante puede disminuir la turbidez, COT, DQO y DBO₅, y aumentar la biodegradabilidad de un efluente cervecero artesanal. A partir de estos resultados, los electrodos que se utilizaron para el resto del proyecto fueron los de Al, con 2 g/L de quitosano.

3.5 Doble tratamiento de EC

Con la finalidad de evaluar si se logra reducir la carga orgánica (DQO) y la turbidez del efluente, se llevó a cabo un segundo tratamiento de EC bajo las mismas condiciones, en el que se evaluaron cuatro fracciones del efluente. Para este fin, los lodos obtenidos en la primera EC se retiraron para realizar el doble proceso de EC. En la Fig. 27, se puede apreciar que, en el caso de DQO, hay una reducción de este parámetro y luego un incremento en el segundo tratamiento, el cual es mayor que el valor inicial. En el caso de la turbidez (Fig. 28), se logra eliminar hasta el 90 % de la turbidez en el primer proceso de EC en las fracciones de efluente #4 y #7, mientras que, con un segundo tratamiento de EC, la turbidez casi se duplica. Este fenómeno se atribuye a una desestabilización de los flóculos, como señalan Holt *et al.* (180). Sin embargo, en las fracciones #5 y #6, la turbidez disminuye aún más tras el segundo tratamiento con EC. Esta diferencia entre las fracciones se debe a la presencia de partículas en la muestra. No obstante, se decidió no realizar una segunda electrocoagulación debido al aumento de la carga orgánica expresada como DQO.

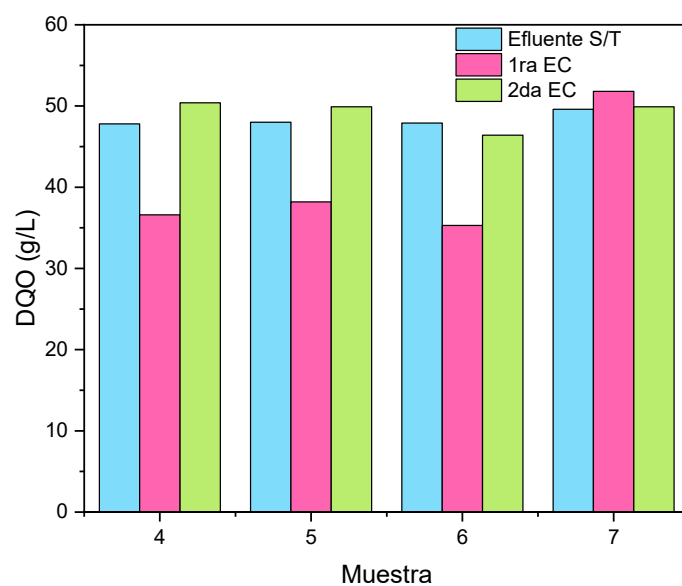


Fig. 24. Comparación del DQO al aplicar un tratamiento doble de EC a 4 fracciones del efluente cervecero.

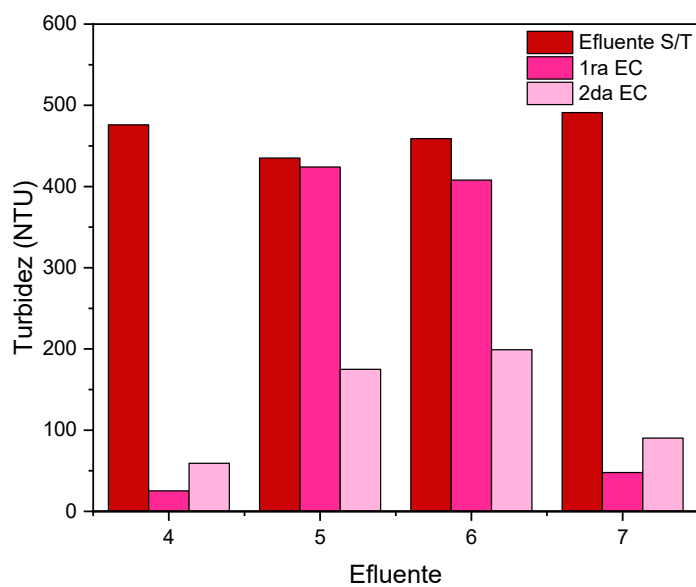


Fig. 25. Comparación de la turbidez de 4 fracciones al aplicar un doble tratamiento de EC.

3.6 Efluente tratado mediante EC-FLO-OA-H₂O₂

El acoplamiento de la electrocoagulación, floculación y oxidación anódica-H₂O₂ fue el tratamiento más riguroso que se le aplicó al efluente, con el fin de eliminar la mayor cantidad posible de SST, DQO y turbidez, donde la EC-FLO tuvo el mayor aporte. La OA-H₂O₂ permitió degradar el MO que quedó en el efluente y, a su vez, el GLY. Donde, al finalizar el tren de tratamiento EC-FLO-OA-H₂O₂, ya explicado en la metodología y con sus respectivos resultados de cada parte del proceso, se realizó la caracterización del efluente final, la cual se presenta en la Tabla 13. Cabe destacar que los SST ya no se reportan debido a su eliminación eficiente mediante este tratamiento. En el caso de la conductividad, se observa un incremento. Esto puede deberse a la liberación de iones tanto por parte del electrodo (que, durante este proyecto, se utilizaron electrodos de Al) como del electrolito de soporte, que fue NaCl. Este fenómeno también fue observado por Rodríguez Díaz *et al.* (25). Por otro lado, la turbidez se redujo más del 54%, aunque puede variar según el tipo de cerveza a preparar y otras condiciones relacionadas con su elaboración, como la materia prima (granos de cereales utilizados, agua, etc.). En este proyecto se observan algunas variaciones en las fracciones atribuidas a la baja homogeneidad del efluente. Mencionando un ejemplo, en la fracción #10 se obtuvo una remoción del >98.80% de turbidez, el cual es comparable con Cheng *et al.* los cuales obtuvieron una remoción de 95% de turbidez (73). La comparación de la muestra antes y después del tratamiento de EC se muestra en la Fig. 28. Mientras que la disminución de DQO, es >14%, asimismo Cheng *et al.* (73) Reportan que su tratamiento mediante EC inició con una DQO de 7,572 mg/L y finalizó con una remoción de DQO de >50%, equivalente aproximadamente a 3,786 mg/L. Sin embargo, durante este proyecto se removió una DQO total de 6,813.88 mg/L, casi el doble de la DQO removida y reportada por Cheng *et al.*

Tabla 13. Caracterización fisicoquímica del efluente tratado por el tren de tratamiento EC-FLO-OA-H₂O₂.

Caracterización	Valor inicial	Valor final
pH	5.56 ± 0.73	4.97 ± 0.25
Conductividad	1421 ± 879.2 µS/cm	1,340.495 ± 1,890.5 mS/cm
DQO	46,188.88 ± 7,060.10 mg/L	39,375 ± 7,590.92 mg/L
Turbidez	505.4 ± 79.2 NTU	148.32 ± 99.4 NTU
Potencial Zeta	-7.879 ± 0.456 mV	5.639 ± 0.388 mV

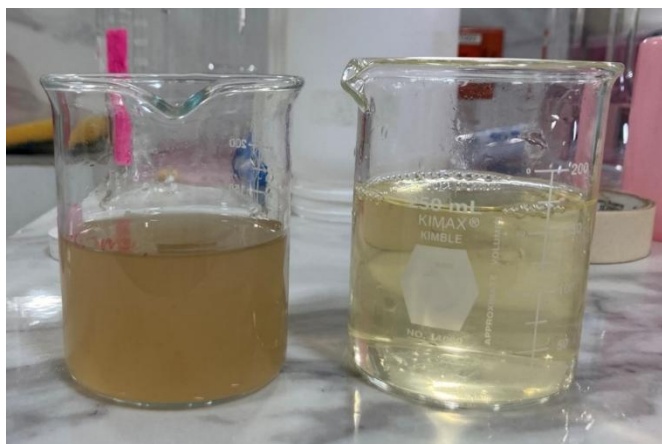


Fig. 26. Efluente sin tratar (izquierda); efluente después del tratamiento de EC aplicando 1 A durante 30 min, utilizando electrodos de Al (derecha), y agregando 2 g/L de quitosano para la floculación.

3.7 Cuantificación de glifosato

Para la determinación de glifosato mediante espectrofotómetro de UV-Vis y HPLC, primeramente, se obtuvieron los espectros de absorción, utilizando el espectrofotómetro UV-Vis Varian Cary 50, debido a lo mencionado con anterioridad el GLY tiene una longitud de onda por menor de los 200 nm, es debido a esto que se utilizó un agente derivatizante, el FMOC-Cl para aumentar su longitud de onda a 265 nm aproximadamente.

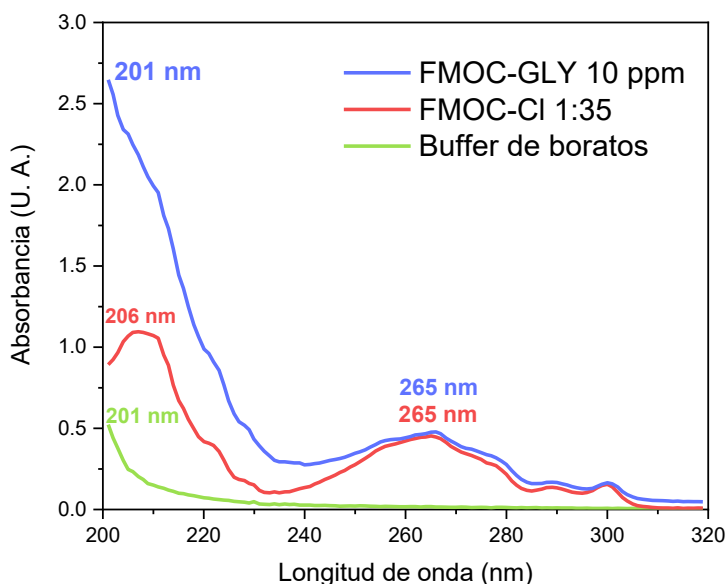


Fig. 27. Espectro UV-Vis del buffer de boratos, FMOC-Cl y FMOC-GLY.

En la Fig. 29 se presenta el espectro de absorbancia del GLY derivatizado (FMOC-GLY). El buffer de boratos presenta una longitud de absorción máxima de 201 nm. El agente derivatizante FMOC-Cl presenta dos bandas: una a 206 nm y otra a 265 nm. Por último, el FMOC-GLY presentó una longitud máxima de 265 nm. El espectro de absorción de GLY no se incluyó en la gráfica, ya que, como se mencionó con anterioridad, su longitud de onda máxima es de 195 nm y no se observa en el intervalo de barrido de 200-800 nm.

Felton *et al.* (182), realizaron la derivatización con FMOC-Cl y, con ello, obtuvieron el compuesto derivatizado, cuya longitud de onda de máxima absorbancia es de 264 nm, lo que permite detectar y desarrollar un método analítico dentro del rango de lectura UV-Vis del equipo. Con esto se confirma que la derivatización se realizó adecuadamente, ya que la longitud de onda coincide con lo reportado en la literatura.

Es necesario tomar en cuenta que Rabi *et al.* (162) presentan remociones con mayores concentraciones de GLY, debido a que sus concentraciones iniciales son de 100 mg/L, para su seguimiento mediante las técnicas de FTIR, CHNS y DRX; sin embargo, al igual que los autores Bernal *et al.* (174) al momento de realizar la curva de calibración para la cuantificación del GLY, solo es posible a una concentración de 30 ppm, esto debido al reactivo limitante al momento de realizar la derivatización, ya que a partir de los 30 ppm, el método deja de ser lineal, es por esto, que para la cuantificación del herbicida, se elaboró una curva de calibración con patrones analíticos de glifosato derivado en un rango de 1-30 ppm. Y, del mismo modo, Miyake *et al.* (170) reportan una concentración de GLY en el mosto de 465 mg/L (pero aquí realizaron un proceso cervecero a escala de laboratorio y lo enriquecieron con 500 mg/L de GLY para seguirlo en cada salida de agua). Por último, Skanes B *et al.* (16) Reportan la presencia del analito en ppb; por esta razón, se escogieron las concentraciones de 10 y 20 mg/L para poder seguirlo mediante HPLC y UV-Vis. En la cual, para obtener la curva de calibración correspondiente, primero se preparó una solución stock de 50 ppm a partir del compuesto de grado analítico; después, se prepararon las diluciones de 1 a 30 ppm. Después de su derivatización, se obtuvo la siguiente curva de calibración en HPLC (Fig. 30).

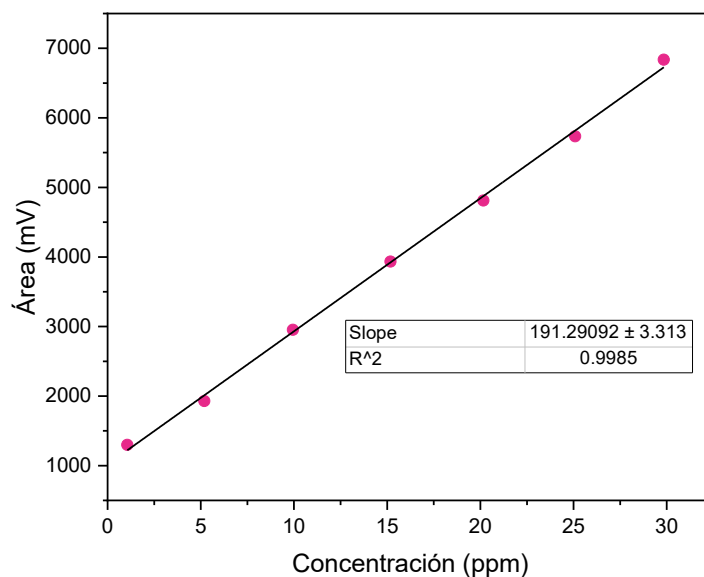


Fig. 28. Curva de calibración de GLY (1-30 ppm) en HPLC.

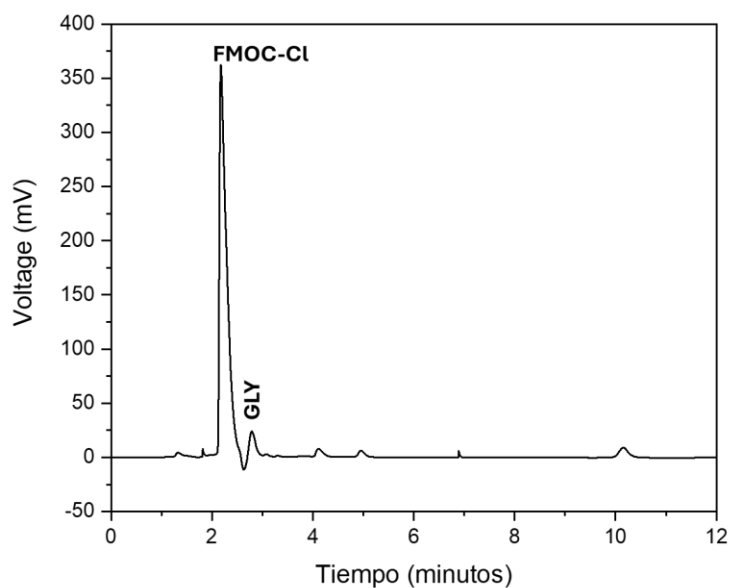


Fig. 29. Cromatograma de un estándar de 15 ppm de GLY.

De acuerdo con la curva de calibración, se obtiene un método lineal para la determinación del analito GLY mediante HPLC, con un LOD de 1.34 y un LQO de 4.46. Contando con una R^2 de 0.9985. Este método de cuantificación de GLY es sensible, donde Bernal *et*

al. (174) reportan una pendiente promedio de 15.73, mientras que en este proyecto se obtiene una pendiente de 191.29. Esto indica una alta sensibilidad del método analítico, en el que pequeñas variaciones en la señal corresponden a cambios significativos en la concentración de GLY. Mientras que ellos establecen su LOD en 3.37, lo cual es mayor que el obtenido durante este proyecto. Del mismo modo, el LQO de Bernal *et al.* es de 10.23, mayor que el obtenido en el proyecto, lo que indica que el método analítico utilizado en el proyecto es más sensible a lo reportado en la literatura.

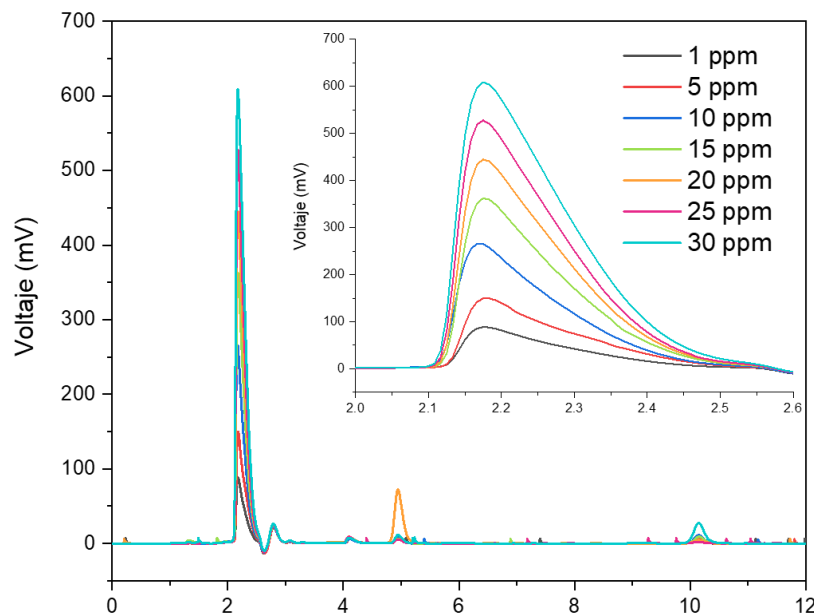


Fig. 30. Cromatogramas de los estándares de GLY (1-30 ppm).

En la Fig. 32, se puede observar el cromatograma completo de la curva de calibración del GLY, con grado analítico de 1-30 ppm. Al minuto 2.2 se observa la señal del GLY; en el cromatograma también se notan otras señales, que pueden ser interferencias en la solución de los subproductos formados durante la derivatización, como lo mencionan Bernal *et al.* (174). también se observa que los 7 estándares en los que se realizó la inyección en el cromatógrafo presentan la misma anatomía; solo se observa un incremento del área de la curva. Esto es proporcional a la concentración del estándar. El análisis cromatográfico total duró 12 minutos. En el inserto de la figura se muestra un acercamiento entre los minutos 2 y 3 para una mejor apreciación del incremento del pico del compuesto. Los subproductos que se forman durante la derivatización se observan con poca intensidad debido a su eliminación por la ELL.

Asimismo, se utilizó la misma metodología para la implementación del método analítico de determinación del GLY a partir de una muestra comercial cuyo ingrediente activo es el glifosato de amonio, obteniéndose las siguientes curvas de calibración en HPLC y UV-Vis (Fig. 34 y 35). Se obtuvo una pendiente menor, lo que indica una menor sensibilidad del método analítico, con disminución de la señal y del área del derivado; esto puede deberse a que el reactivo utilizado es la sal de glifosato de amonio con pureza del 74.7%,

como se observa en la Fig. 33, en la etiqueta del herbicida comercial, el cual aún está a la venta.



Fig. 31. Glifosato de grado comercial (CAYAANA®).

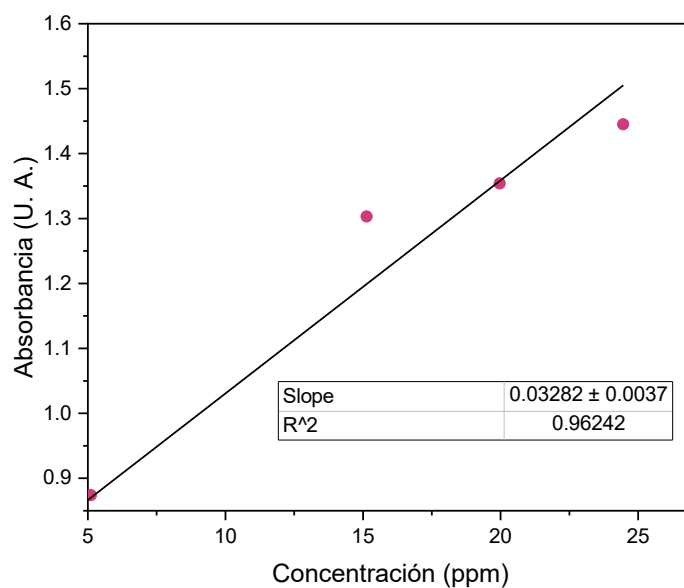


Fig. 32. Curva de calibración de GLY comercial (CAYAANA®) en UV-Vis a 265 nm.

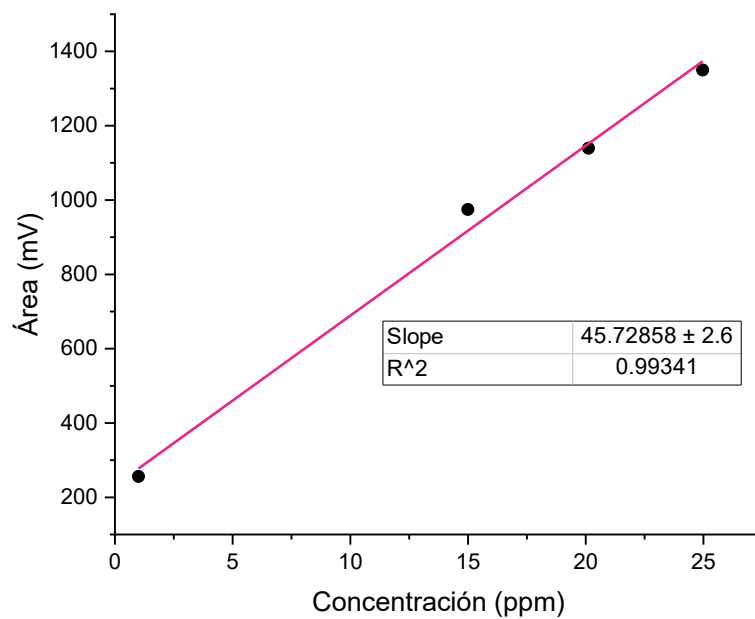


Fig. 33. Curva de calibración de GLY comercial (CAYAANA®) en HPLC.

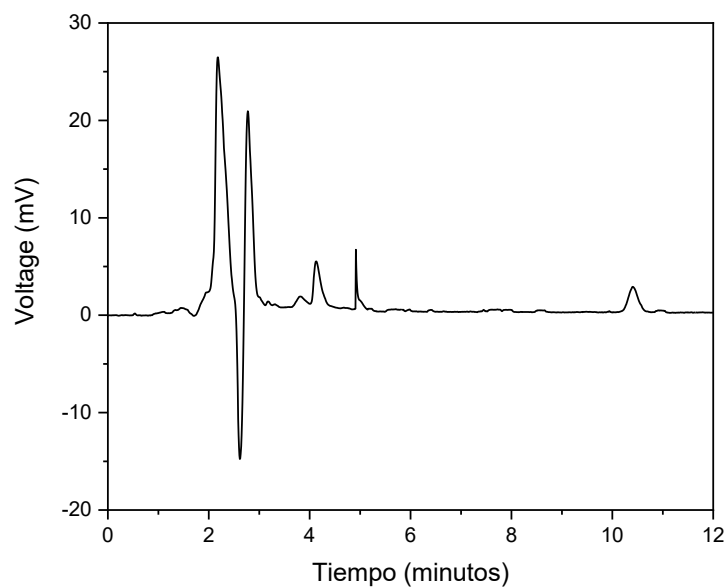


Fig. 34. Cromatograma de un estándar de GLY comercial a 15 ppm.

3.8 Electrogenación de H_2O_2

Antes del tratamiento del efluente mediante el proceso de OA- H_2O_2 , fue necesario verificar la cantidad de H_2O_2 electrogenerado en el sistema. Para ello, se estableció el método de cuantificación de H_2O_2 y se elaboró una curva de calibración. El complejo formado entre H_2O_2 y TiO_2SO_4 se analizó mediante espectrofotometría UV-Vis a 408 nm. El complejo amarillo se muestra en la Fig. 37 y la curva de calibración en la Fig. 38.



Fig. 35. Estándares de H_2O_2 (5, 10, 15, 20, 25, 30 y 40 ppm).

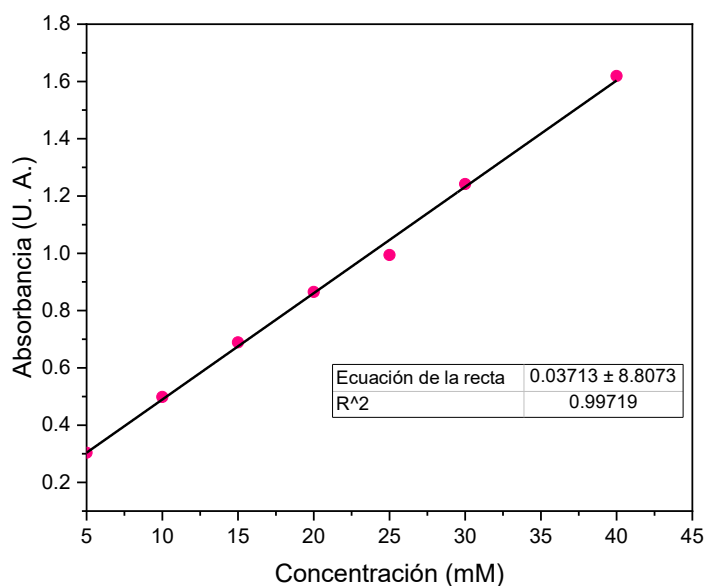


Fig. 36. Curva de calibración de H_2O_2 formando un complejo con TiO_2SO_4 .

Se obtuvo un método lineal para la cuantificación de H_2O_2 , el cual fue electrogenerado en un cátodo de EDA y un ánodo de DDB.

A partir de una solución de 1,000 mL de NaCl como electrolito soporte al 0.017 M, para tener una conductividad aproximadamente de 2,000 $\mu S/cm$, se aplicaron dos corrientes:

0.1 y 0.2 A para conocer la concentración de H_2O_2 electrogenerado, y se tomaron alícuotas a diferente tiempo para llevar a cabo la reacción colorimétrica; sin embargo, debido a que la degradación del GLY, se obtuvo a un tiempo menor de 60 minutos, se presentan los resultados obtenidos de la electrogeneración de H_2O_2 del minuto 0 al 60, por lo que no se aprecia el comportamiento típico donde la concentración de H_2O_2 se mantiene constante.

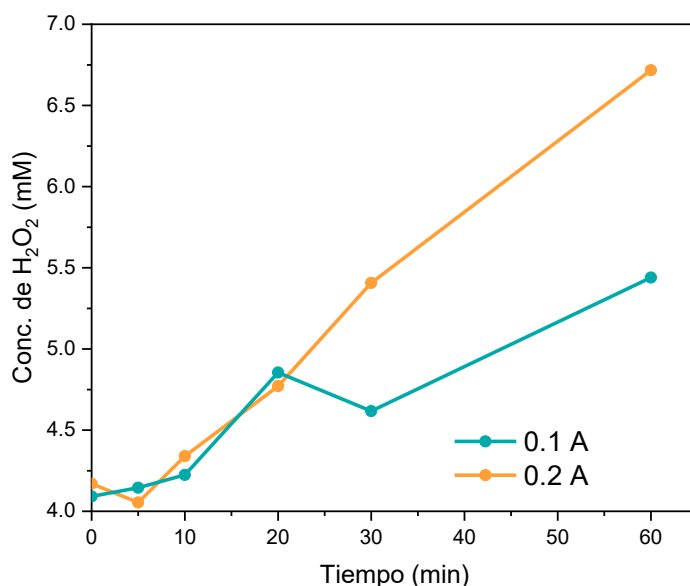


Fig. 37. Electrogeneración de H_2O_2 utilizando electrodos de DDB y EDA, aplicando 0.1 y 0.2 A en una celda de 1 L con electrolito soporte 0.17 M de NaCl.

Como se aprecia en la Fig. 39, durante los primeros 20 minutos se obtuvieron concentraciones similares al aplicar diferentes corrientes. Después, a partir del minuto 30, se observa un decaimiento de la electrogeneración de H_2O_2 al aplicar una corriente de 0.1 A, equivalente a una densidad de corriente de 2.083 mAcm^{-2} , obteniéndose una concentración de H_2O_2 de 5.44 mM. Al aplicar una corriente de 0.2 A, con un equivalente de densidad de corriente de 4.16 mAcm^{-2} , se electrogeneró una concentración de 6.71 mM de H_2O_2 , ambas en las mismas condiciones: en una solución de 1,000 mL al 0.017 M de NaCl, durante una hora, utilizando electrodos de DDB y EDA.

Murillo-Sierra *et al.* (183) reportaron la electrogeneración de H_2O_2 utilizando electrodos de DDB, al aplicar una j de 47 mAcm^{-2} , electrogeneraron aproximadamente 5 mM en 360 minutos, y a los 60 minutos obtuvieron una concentración de aproximadamente 2 mM, en un reactor de 20 L, y durante este trabajo la j aplicada más cercana fue la de 2.083 mAcm^{-2} , en la cual se obtuvo una concentración final de 5.5 mM de H_2O_2 en un litro, siendo más del doble del reportado por Murillo-Sierra *et al.*, aun tomando en cuenta que sus experimentos se realizaron con Na_2SO_4 como electrolito soporte, y siendo es te como el electrolito soporte más reportado por sus altos rendimientos en la electrogeneración de H_2O_2 , y mientras que al aplicar una densidad de corriente de 0.4166 A/m^2 , se tiene un

aumento de la formación de H_2O_2 cercano del 7 mmol de H_2O_2 , también varía que utilizaron un volumen 20 veces mayor a comparación del que se utilizó durante este proyecto.

3.9 Oxidación Anódica- H_2O_2 de GLY

Para determinar las mejores condiciones de tratamiento con OA- H_2O_2 , se degradó GLY directamente en agua bidestilada como blanco de reacción. Se evaluaron dos concentraciones del analito (10 y 20 mg/L) y dos corrientes (0.1 y 0.2 A). Se observó que antes de 20 minutos, se tiene una degradación $>80\%$ cuando se tienen una concentración inicial de 20 mg/L. Se puede observar también que, utilizando una concentración de 10 mg/L (líneas de color morado y turquesa), la degradación es cercana al 80% a los 10 min; sin embargo, se dificulta su cuantificación a tiempos posteriores debido a los subproductos que se forman durante la degradación y pueden ser derivatizados y que culminan en tiempos de retención (t_R) similares. No obstante, hay una tendencia de degradación común en tratamientos con PAOs, que comienza con una degradación rápida y luego se mantiene, como se puede observar en la Fig. 40.

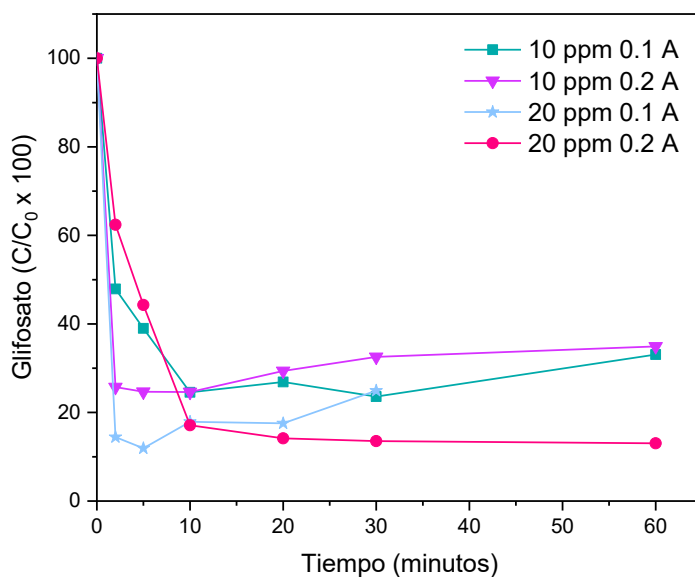


Fig. 38. Degradación de GLY en agua bidestilada (10 y 20 ppm) a dos densidades de corriente distintas (0.2083 y 0.4166 A/m^2).

3.10 EC y FLO de GLY

Para evaluar el grado de remoción de GLY por EC y FLO, se realizaron dos blancos de reacción para la remoción de 20 ppm de GLY, la primera fue utilizando EC aplicando 1 A por 30 minutos y por aparte para conocer la capacidad de remoción aplicando la FLO se utilizó el “Test de Jarras” utilizando 2 g/L de quitosano. Esto es para conocer el rendimiento de remoción de estas dos técnicas de forma individual.

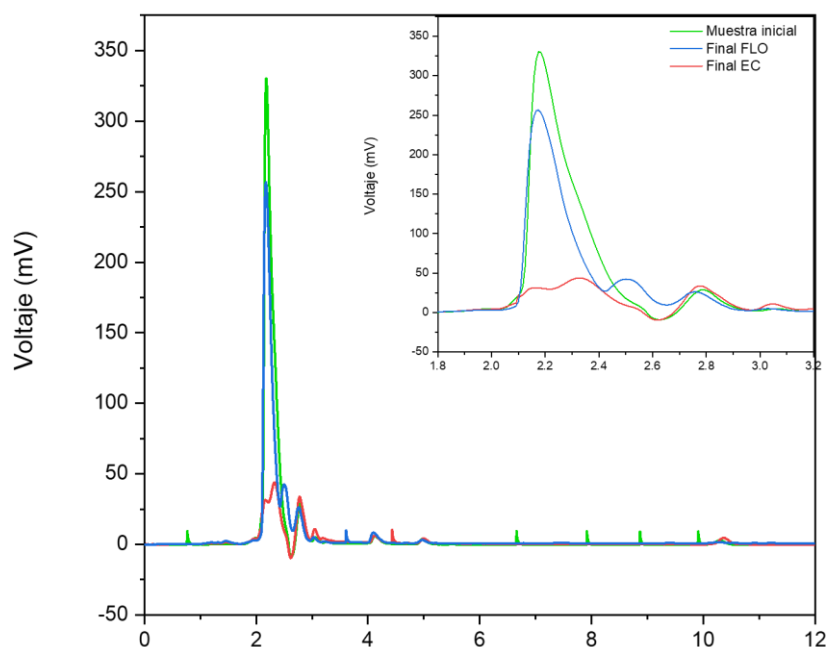
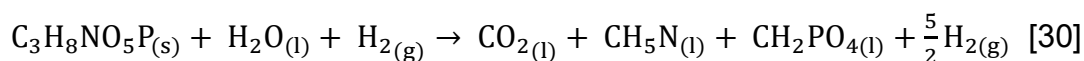
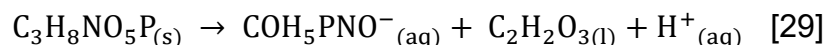


Fig. 39: Blancos de EC y FLO en agua bidestilada con 20 ppm de GLY.

Como se observa en la Fig. 41 la señal de color verde pertenece a la concentración inicial para ambas pruebas tanto de EC y FLO, con un área de 46.7447 mV. En el proceso de floculación, de la línea azul, se obtuvo un pico con un área de 25.2989 mV, lo que corresponde a una remoción >45% de GLY. Mientras que la roja pertenece a la lectura final del proceso de EC, el cromatograma tiene dos picos (minutos 2.2 y aproximadamente 2.4), esto puede ser que esté dando lectura a un subproducto, en el minuto 2.5 de la derivatización, y esto aumenta el área, sin embargo, esta lectura está por debajo del límite de detección del método del GLY, teniendo una concentración final del proceso de EC menor de 1 ppm, considerándose prácticamente una remoción completa.

Rabiatuladawiyah *et al.* (161), mencionan que la degradación de GLY se debe al rompimiento de los enlaces del GLY por el calentamiento que se genera en la superficie de los electrodos de sacrificio durante el proceso de EC. Al estar el GLY disuelto y no en suspensión, el decaimiento de la concentración del compuesto se atribuye a este fenómeno, provocado por el calentamiento en los electrodos. En las reacciones representadas en las Ecuaciones 26 y 27, explicando el rompimiento de los enlaces:



Por otro lado, Rabiataladawiyah *et al.* (161) refieren que al incrementar la concentración de GLY el porcentaje de remoción baja, obteniendo la mayor remoción de aproximadamente 80% al tener una concentración de 25 ppm de GLY, aplicando 6 mA/cm² al utilizar electrodos de cobre. Del mismo modo, estudiaron el efecto del tiempo de la EC, destacando que con 30 minutos se obtiene una remoción cercana al 35% de GLY.

Abdel-Gawad *et al.* (184) mencionan que la concentración inicial de GLY es uno de los parámetros más importantes, el cual tiene un alto impacto en el porcentaje de remoción de GLY.

Mientras que durante esta investigación se obtuvo una remoción del 35.73% de una solución de un litro de 20 ppm de GLY aplicando 4 mA/cm². Siendo los parámetros tiempo de EC y densidad de corriente aplicada comparables con los de Rabiataladawiyah *et al.* Estos resultados también son comparables con lo reportado en la literatura, lo que evidencia la factibilidad de realizar un proceso de EC en un efluente cervecero artesanal para la remoción de GLY.

3.11 Seguimiento de la degradación mediante OA-H₂O₂ del GLY mediante UV-Vis en un efluente cervecero artesanal

Una vez realizado el proceso de EC, la cual su metodología es explicada en el capítulo II, con las condiciones de 1 A durante 30 minutos, después se eliminó mecánicamente la espuma formada durante la EC, y sucesivamente se adicionaron a la solución tratada por EC, 2 g/L de quitosano y se realizó el “Test de Jarras” durante 15 minutos, seguido de esto se transfirió la solución a un cono Imhoff, y dejando sedimentar los lodos formados durante 45 min, una vez transcurrido este tiempo, se decantaron los lodos del efluente, y se continuó con el proceso de OA-H₂O₂, el cual duró 90 minutos, y se tomaron muestras para seguir la degradación del GLY en los minutos: 0, 2, 5, 10, 15, 30, 60 y 90, posteriormente las muestras se derivatizaron como se menciona en la metodología, y se leyeron en el UV-Vis HACH DR 5000 a una longitud de onda de 265 nm, para ir siguiendo la degradación del GLY.

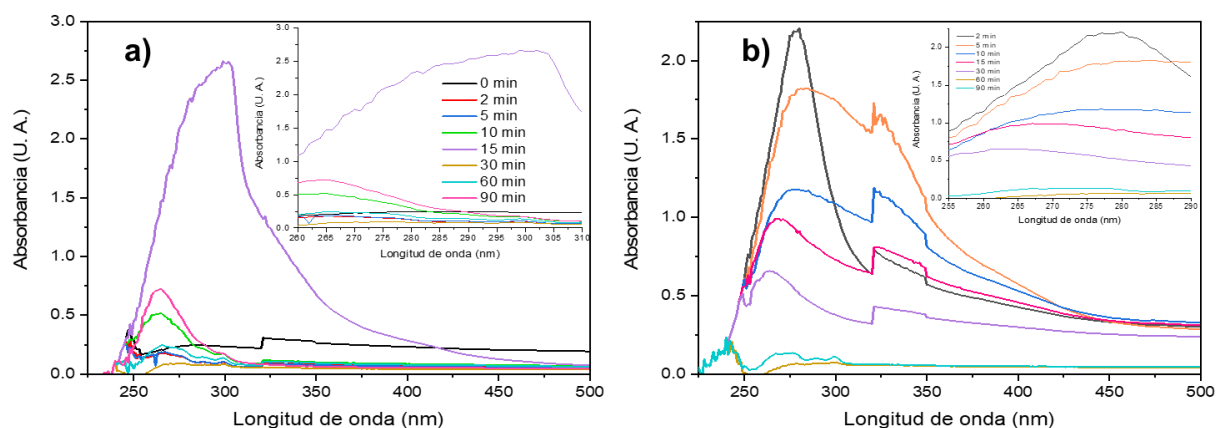


Fig. 40. Degradación de 10 mg/L de GLY mediante OA-H₂O₂ aplicando una corriente de a) 0.1 y b) 0.2 A.

En la Fig. 42 se muestra la degradación del GLY a una concentración de 10 ppm añadida al inicio del tren de tratamiento al efluente aplicando dos diferentes corrientes 0.1 y 0.2 A, observando que el éter dietílico muestra una amplia banda de absorción de 270 nm aproximadamente hasta 400 nm, mostrando su pico alrededor de 310 nm (185), y Song *et al.* (186) Lo reportan a 306 nm; en este proyecto se midió a 302 nm (Gráfico a), lo cual es normal dada la presencia del éter, considerando que las ELL se realizaron con este solvente.

Mientras que, a partir del minuto 10, en el gráfico a) se observa que las absorbancias se encuentran prácticamente < 0.25 U. A.; y esto se puede asumir a que el GLY, que se encontraba presente en el efluente enriquecido, fue degradado mediante el proceso de OA-H₂O₂, sin embargo, al minuto 90, se puede observar un incremento en la señal, la cual puede ser un compuesto con una amina el cual fue derivatizado, ya que el pretratamiento de derivatización para las muestras es no selectivo, aun así al utilizar la ecuación de la recta para la cuantificación de la degradación se obtuvo una degradación del 97.33%, finalizando con una concentración al minuto 90 de 0.628 mg/L.

En comparación con el Gráfico b), donde el efluente fue enriquecido con 20 mg/L de GLY, el método espectrofotométrico detectó una concentración de 21.45 mg/L. Esto puede deberse a que este método no es tan sensible en comparación con el HPLC y a que puede estar presente una amina derivatizada. Aun así, se puede observar que el decaimiento de la degradación es más lenta al aplicar una corriente mayor, sin embargo, también es eficiente para la degradación del GLY, presentando el mismo comportamiento siendo que al llegar al minuto 60 se leyó una concentración de 2.18 mg/L, lo que equivale a una degradación de 89.82%, pero al finalizar los 90 minutos de la reacción se cuantificó una concentración de 4.86 mg/L.

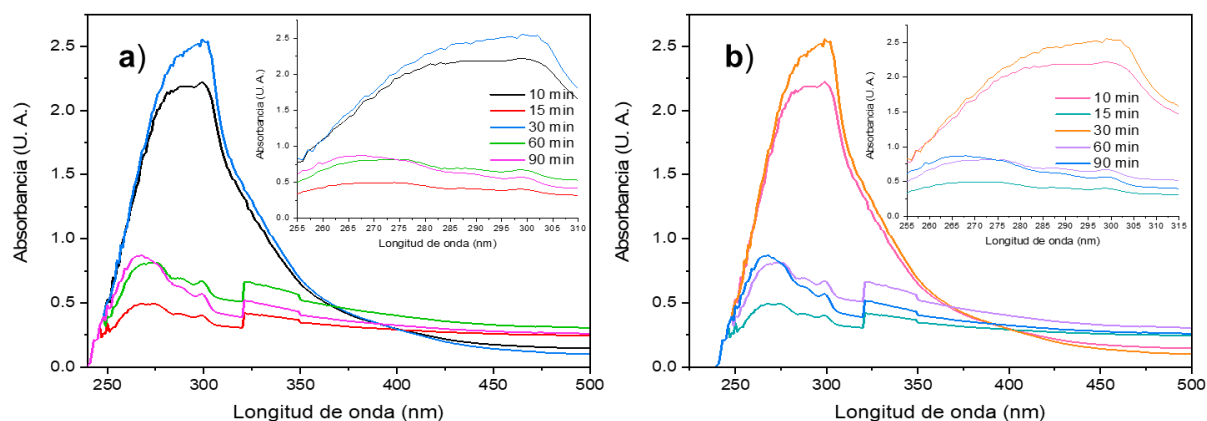


Fig. 41. Degradación de 20 mg/L de GLY mediante OA-H₂O₂, aplicando una corriente de: a) 0.1 A y b) 0.2 A.

En la Fig. 43, se muestran las degradaciones de GLY, a una concentración añadida de 20 mg/L, en el gráfico a), sin embargo, la concentración inicial del GLY experimental es de 24.5 mg/L, en lugar de 20 mg/L, este “incremento” de concentración se puede atribuir a que la derivatización es no selectiva, y por lo tanto es posible que además del GLY algunas de las aminos presentes en el efluente también se hayan derivatizado, reflejándose un incremento en la concentración.

No obstante, a los 15 minutos del tratamiento con OA-H₂O₂, se observa una concentración de GLY de 8.036 mg/L, lo que equivale a una degradación del 67.19%. Al igual que en la Fig. 42, en los minutos posteriores, se observa un aumento de la absorbancia; esto puede deberse a un subproducto formado durante la degradación, con un grupo amino que podría estar derivatizado.

En la Fig. 43 b), se observa que al realizar OA-H₂O₂ aplicando una corriente de 0.2 A, se inició el proceso de OA-H₂O₂ con una concentración de 11.42 mg/L, esto significando que el proceso de EC removi6 8.58 mg/L de GLY, en el minuto 60 del proceso de OA-H₂O₂ se cuantific6 una concentración de 2.18 mg/L, la cual equivale a una degradación del 80.88%. Y del mismo modo, se observ6 la tendencia de “incremento” de la concentración de GLY, que, al llegar al minuto 90, alcanz6 una concentración de 4.86 mg/L.

Estos comportamientos, tanto con concentraciones de 10 como de 20 mg/L, podrían deberse a que el subproducto de la degradación del grupo amino fuera derivatizado y cuantificado mediante UV-Vis.

3.12 Seguimiento de la degradación mediante OA-H₂O₂ del GLY mediante HPLC-DAD en un efluente cervecero artesanal

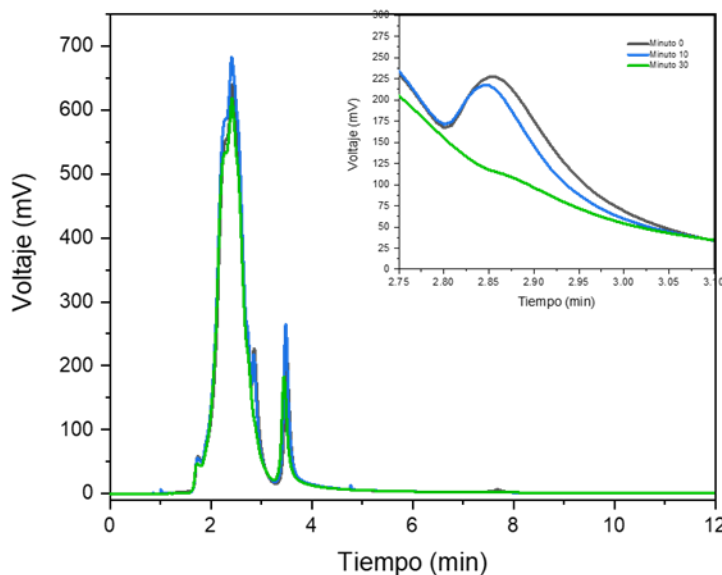


Fig. 42. Seguimiento de la degradación de GLY mediante OA-H₂O₂ aplicada con 0.2 A al efluente enriquecido con 20 mg/L de glifosato comercial.

Para corroborar si el proceso de OA-H₂O₂ está degradando el GLY, se realizó la medición mediante el HPLC sYL900 con detector UV-Vis. Se realizó la degradación de GLY a una concentración de 20 mg/L en el efluente, aplicando una corriente de 0.2 A, como se observa en la Fig. 44, en el minuto 2.85 aproximadamente es el tiempo de retención del GLY en el efluente, a diferencia que en la curva de calibración del analito a grado HPLC, este es de 2.2 minutos, esta diferencia es debido a todos los compuestos que están dentro de la matriz y fueron inyectados al cromatógrafo, no obstante, se observa un decaimiento del pico a los 10 minutos de haber empezado el proceso de OA-H₂O₂ y al llegar al minuto 30, no se ve el pico, se hizo también el análisis mediante el PDA del equipo y no se ve la huella del GLY, con esto se deduce que la degradación del GLY fue exitosa, sin embargo no se puede cuantificar el porcentaje de degradación, ya que no se realizó una curva de calibración en el efluente.

3.13 Potencial Zeta

Se utilizó el equipo de potencial zeta (ZP) para determinar la carga de las partículas suspendidas en la muestra de efluente y verificar si el quitosano es adecuado como agente floculante para dicho efluente. Se realizó la lectura del potencial zeta del efluente original, obteniéndose los resultados mostrados en la Fig. 46:

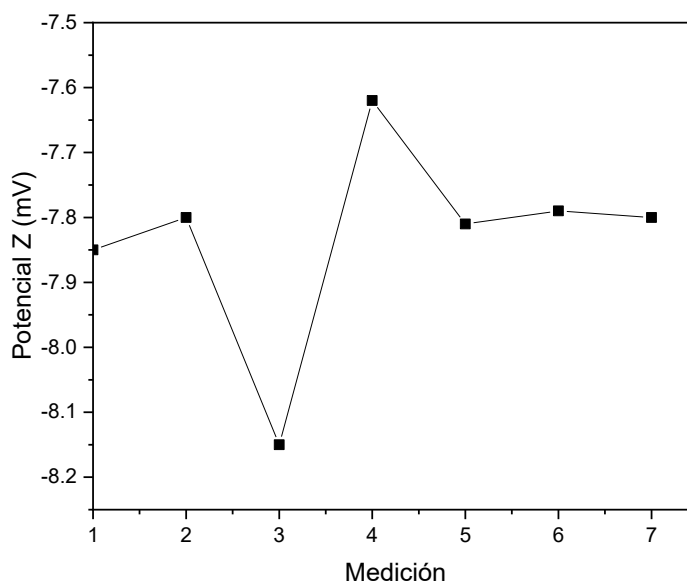


Fig. 43. Resultados de potencial zeta medidos en diferentes fracciones del efluente sin tratar, $n = 7$. Condiciones de medición: 50 V, escala $\frac{1}{4}$, temperatura: 17 °C.

Tabla 14. Promedio de resultados de la Fig. 46.

Conductancia ($\mu\text{S/cm}$)	6,408
Potencial Zeta (mV)	-7.8314 ± 0.1584

Durante las mediciones, las partículas suspendidas en el efluente cervecero, visualizadas al microscopio, se desplazaban hacia el lado izquierdo, es decir, hacia el ánodo de molibdeno (Fig. 47). Esto indica que poseen un carácter negativo, lo cual se corrobora por los valores negativos observados. Simate *et al.* (178) reportaron también valores negativos de -38 mV en un efluente cervecero de la salida de los lodos anaerobios de flujo ascendente, para aplicarles un proceso de coagulación y floculación.

En el caso de los lodos obtenidos mediante EC, no fue posible visualizar en el microscopio alguna partícula libre por la gran cantidad de flóculos formados, por lo que se le realizó una dilución 1:5 con agua de la llave; sin embargo, las aglomeraciones que se observaron en el microscopio no tenían movilidad, esto significa que las partículas suspendidas se encuentran neutras y por lo tanto pueden precipitarse. Esto ya ha sido reportado por Zeng *et al.* (187) Al realizar un tratamiento electroquímico para la estabilización de lodos activados, al aplicar un potencial superior a 12 V, se obtuvo un $\text{ZP} < 2.5$ mV. Durante este proyecto, al realizar el proceso de EC, se aplicaba una corriente de 1 A con un potencial > 12 V.

Las condiciones utilizadas para el análisis de la muestra del lodo obtenido mediante EC fueron las siguientes:

- Volts: 50
- Escala: $\frac{1}{4}$
- Conductancia: 762.7 $\mu\text{S}/\text{cm}$

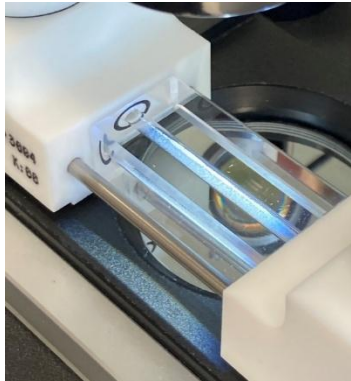


Fig. 44. Celda de electroforesis con la muestra de lodos obtenidos mediante EC.

Del mismo modo, se realizó una lectura del efluente tratado mediante EC antes de aplicarle OA- H_2O_2 , obteniéndose los siguientes resultados en la Fig. 47 y Tabla 15:

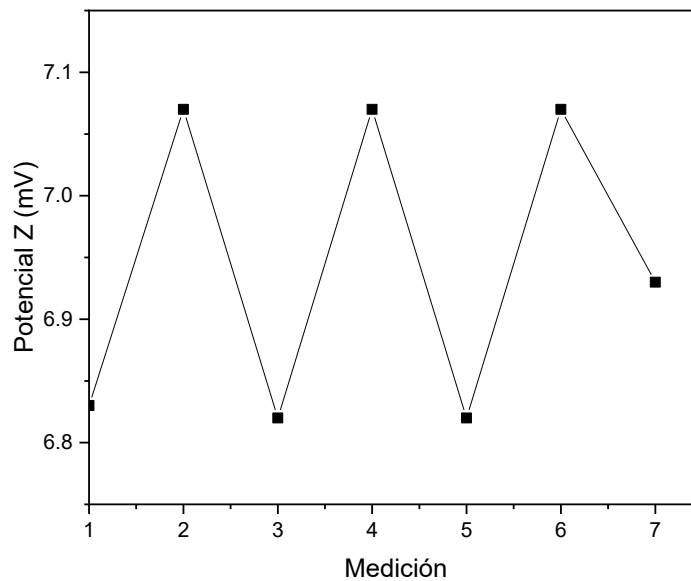


Fig. 45. Resultados obtenidos a partir del potencial zeta del efluente tratado por EC, $n = 7$. Condiciones de medición: 50 V, escala $\frac{1}{4}$, temperatura: 17.6 °C.

Tabla 15. Promedio de los resultados de la Fig. 47.

Conductancia ($\mu\text{S/cm}$)	2,472
Potencial Zeta (mV)	6.9442 \pm 0.1235

Se puede observar que las cargas de las partículas suspendidas en el efluente cervecero artesanal, presentan un cambio de valores negativos y después de la EC, a carga positiva, pero esto no es un cambio de las cargas, es más bien, que las partículas que se observaron en el ZP, tenían carga negativa, y estas fueron neutralizadas debido a que mediante el electrodo de sacrificio se liberaron iones de Al^{3+} , y la adición del quitosano, que es un floculante policatiónico, llevando a su precipitaron una vez en el cono Imhoff, y las que se apreciaron después en el ZP en el efluente tratado por EC-FLO son las que no pudieron neutralizarse y precipitar para removerlas. Otro cambio observado es el decaimiento de la conductancia en la celda de ZP, que pasa de 6,408 $\mu\text{S/cm}$ en el efluente S/T a 2,472 $\mu\text{S/cm}$ en el efluente tratado por EC-FLO, lo que indica una disminución de la corriente aplicada a estas partículas suspendidas con carga positiva dentro de la celda de ZP.

Después de realizar el tratamiento mediante OA- H_2O_2 , se analizaron las partículas suspendidas presentes en el efluente; los resultados se muestran en la Fig. 48 y Tabla 16, mostrando una tendencia al igual que los valores después de aplicar el tratamiento de EC, en los cuales las partículas suspendidas después de este tratamiento de OA- H_2O_2 , aún tienen carga positiva, sin embargo, el potencial decreció, esto debido a una desestabilización de las partículas suspendidas en el efluente y la conductancia incremento de 2,472 $\mu\text{S/cm}$ a 2,510 $\mu\text{S/cm}$, esto puede deberse a la liberación de iones de Al^{3+} , o del electrolito soporte al momento de realizar la EC-FLO-OA- H_2O_2 .

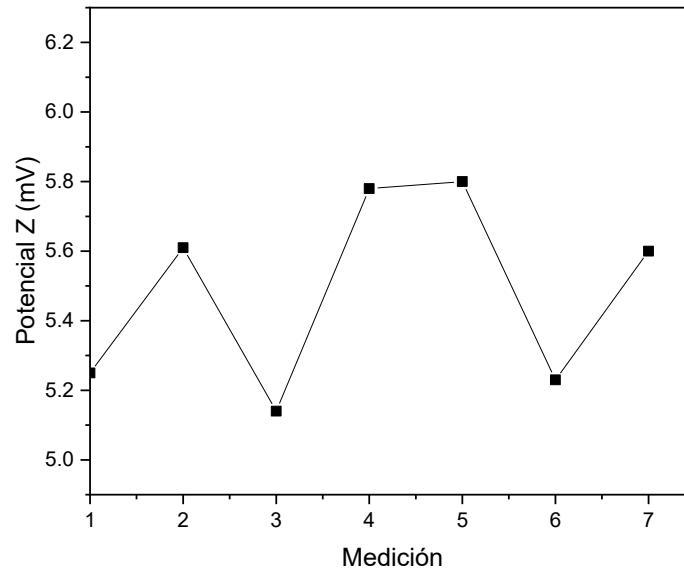


Fig. 46. Resultados obtenidos a partir del potencial zeta del efluente tras la aplicación de OA-H₂O₂ (n = 7). Condiciones de medición: 100 V, escala ¼, temperatura: 17.2 °C.

Tabla 16. Promedio de los resultados de la Fig. 48.

Conductancia ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	2510
Potencial Zeta (mV)	5.48 ± 0.2751

Adicionalmente, se realizaron pruebas para conocer el comportamiento de las partículas en suspensión (Fig. 49 y Tabla 17), para evaluar su influencia en el proceso de FLO modificando el pH del efluente, con una solución de HCl al 10%, en donde a valores menores de un pH de 3.4, ya no se observó movimiento de las partículas suspendidas en el efluente en el microscopio del ZP, también se puede observar que a medida que baja el pH, la negatividad del ZP, va aumentando.

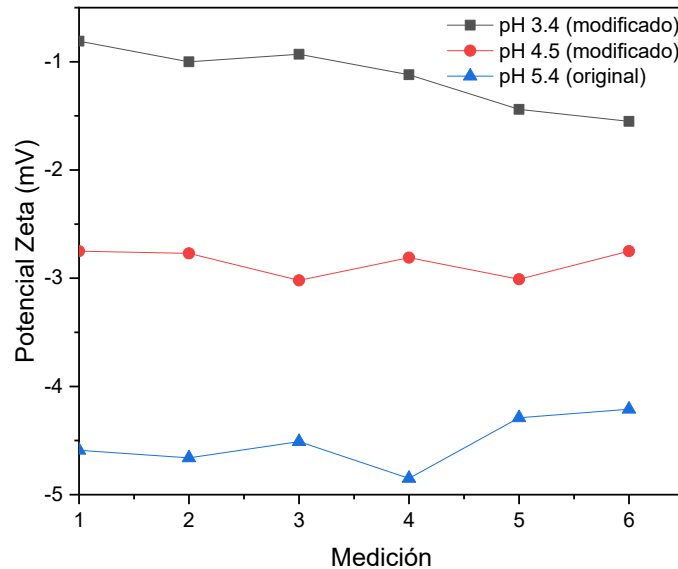


Fig. 47. Resultados del potencial zeta del efluente S/T con modificaciones de pH con HC al 10%, $n = 6$.

Tabla 17. Promedio de los resultados de la Fig. 52.

pH	3.4	4.5	5.4
Conductancia ($\mu\text{S/cm}$)	1,867	851.8	794.9
Potencial Zeta (mV)	-1.1415 ± 0.2938	-2.8516 ± 0.1284	-4.5183 ± 0.2376

Se observa que, a medida que disminuye el pH, disminuye también el potencial zeta; sin embargo, en este trabajo no se modificó el pH para realizar la EC. No obstante, el quitosano aporta al proceso de FLO al incrementar la formación de flóculos por su carácter de floculante policationico, lo que favorece la precipitación de la materia orgánica.

3.14 DQO en lodos provenientes de EC/FLO

Por otro lado, se evaluó la DQO en los lodos resultantes, es decir, en lo obtenido mediante precipitación tras la EC.

En promedio la DQO de los lodos (Fig. 50), tiene un incremento $>158\%$ a comparación de la DQO del efluente S/T, debido a que el proceso de EC favorece la precipitación de MO suspendida en el efluente, y esto hace que la concentración de DQO incremente como lo mencionan Qasim y Zhu (188).

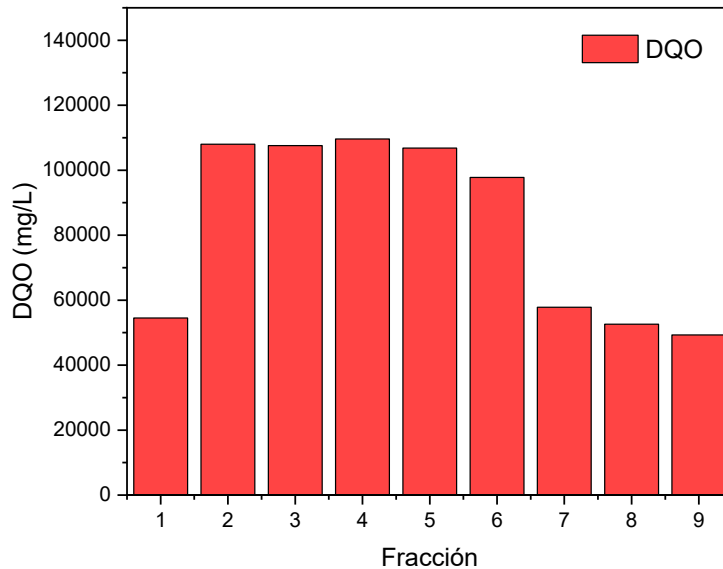


Fig. 48. DQO de los lodos obtenidos tras aplicar el proceso.

3.15 Caracterización de lodos obtenidos por EC/FLO: Sólidos Totales (ST), Sólidos Volátiles (SV), Sólidos Fijos (SF)

Una vez realizado el proceso de EC, se obtuvieron los lodos mediante decantación en el cono de Imhoff. En los lodos se encuentran los sólidos totales, donde se precipitó la mayoría de las partículas en suspensión, ya que el proceso de EC-FLO incrementó su superficie. El ensayo de caracterización de Sólidos Totales (ST), Sólidos Volátiles (SV) y Sólidos Fijos (SF), se realizó de acuerdo a la NMX-AA-034-SCFI-2015 (189).

Primero, se realizó un análisis del efluente S/T para determinar la cantidad de ST, SV y SF presentes, obteniéndose los resultados mostrados en la Fig. 51, en el cual >99% de los ST se atribuyen a MO, representada por los SV, y <1% corresponden a SF, que son algunos minerales y/o metales presentes en el efluente.

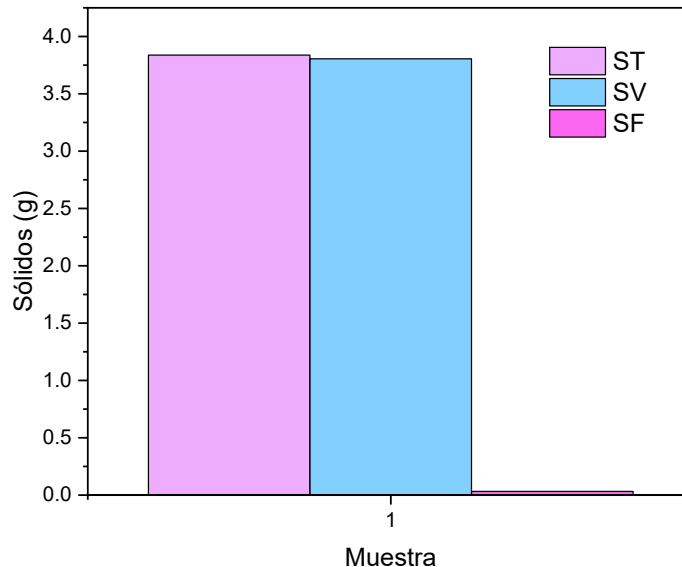


Fig. 49. Sólidos totales (S/T) y volátiles (V) del efluente.

Posterior a la caracterización del blanco, se procedió a la caracterización de las fracciones que fueron tratadas mediante el proceso de EC-FLO, es necesario mencionar, que son 9 resultados, ya que de una fracción se obtuvieron una cantidad <20 mL/L de SST, de los cuales no fueron suficientes para realizar esta caracterización, porque se realiza por triplicado con un peso cada uno de 25 g aproximadamente.

Se aprecia en la Fig. 53 que >94% de los ST (g), son SV los cuales representan la MO que esta presente en el lodo, y esta aproximación puede ser un buen parámetro para saber si el lodo puede ser biodegradable, y del mismo modo es un parámetro de control para el proceso de EC, asimismo esta perdida también pertenece a los compuestos orgánicos volátiles, los cuales pueden ser alcoholes que pueden estar presentes, por una fermentación del efluente (190). Mientras que los SF son algunos minerales y/o metales que pueden estar presentes en el efluente, cuyos puntos de ebullición y/o fusión superan 550°C, con un promedio de 0.231 g de SF en el lodo. Considerando que el punto de fusión del Al es de 660 °C y el de ebullición, de 2,467 °C. Los sólidos fijos que quedan después de la calcinación a 550 °C son del Al presente en el lodo proveniente de los electrodos de sacrificio, lo que se traduce en un incremento de aproximadamente 7 veces

en el SF del efluente tratado por EC, en comparación con el SF presente en el efluente S/T.

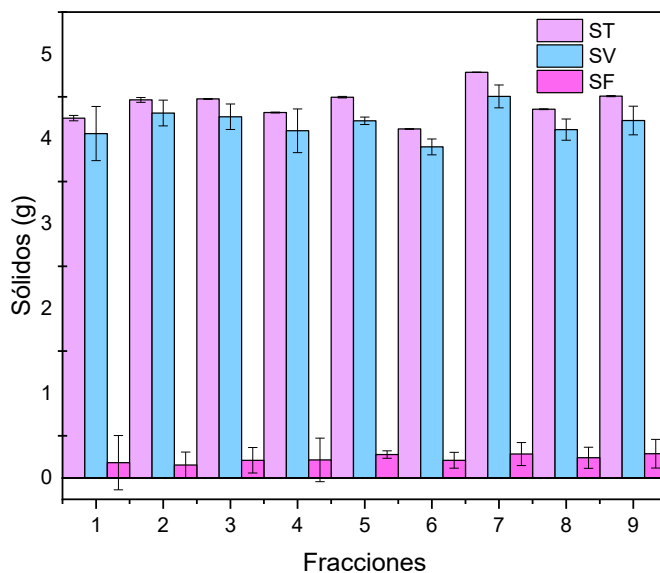


Fig. 50. Sólidos totales, volátiles y fijos de los lodos obtenidos tras aplicar el proceso de EC durante 30 minutos, utilizando electrodos de Al y aplicando 1 A, a cada fracción.

El aumento de los SST es debido a la incorporación de sales metálicas en el agua para tener una remoción de sólidos suspendidos totales en el efluente debido a la formación de un coagulo-floculo para precipitar los SST, que en este caso la sal metálica es el $\text{Al}(\text{OH})_3$, que es dosificado mediante la EC, ayudando a incrementar el volumen de los lodos, como se observa en la Fig. 51.

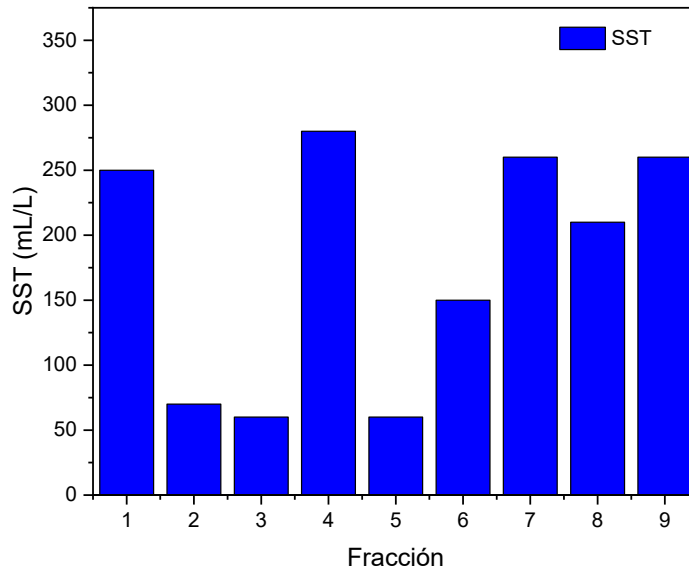


Fig. 51. SST obtenidos tras aplicar el proceso de EC durante 30 minutos a cada una de las fracciones.

3.16 Electrogeneración de $Al(OH)_3$ mediante la ecuación de Faraday

De acuerdo con la ecuación de Faraday, descrita en la ecuación 28, se puede calcular la masa, en gramos, del Al que se desprenderá de los electrodos de sacrificio (ánodo).

$$m \text{ (g)} = \frac{M \cdot Q}{\# e^- \cdot 96485 \text{ C/mol}} \quad [31]$$

Ecuación 28, con los datos para conocer la masa (g) del Al electrogenerado:

$$m \text{ (g)} = \frac{26.981539 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \cdot 1 \cdot 1800 \text{ s}}{1 e^- \cdot 96485 \text{ C/mol}}$$

$$m \text{ (g)} = 0.503360 \text{ de Al}$$

Para conocer la cantidad de Al que se desprendió de los electrodos de sacrificio durante el proceso de electrocoagulación, se pesaron los electrodos antes y después de llevar a cabo el proceso de EC durante 30 min aplicando una corriente de 1 A, en donde se obtuvo un promedio de 0.1872 g de Al desprendido de los electrodos, esta cantidad de Al desprendido comprende >37% del Al que teóricamente se debió desprendido de los electrodos, esto quiere decir que no se liberó la cantidad de Al en la matriz que fue calculada a partir de la Ecuación de Faraday.

Esto puede deberse a que la transferencia de masa en el agua destilada difiere de la del efluente, debido a los cationes y aniones presentes en este. Del mismo modo, durante el proceso de EC, podría haberse producido una pasivación de los electrodos, lo que podría haber afectado el Al disponible en la solución para formar los coágulos. Aunado a que la ecuación de Faraday se considera una eficiencia del 100%, se consideran reacciones paralelas en el ánodo; sin embargo, esto no ocurre, ya que al realizar los experimentos se observó la formación de burbujas en el ánodo, lo que indica una reacción de oxidación del agua.

3.17 Cuantificación de Al en la solución y lodos mediante

Espectrometría de Absorción Atómica con horno de grafito (GFAAS)

Para conocer la concentración de Al liberado mediante el electrodo de sacrificio (ánodo), se realizó la cuantificación por la técnica instrumental de GFAAS, se escogió esta técnica por su sensibilidad para la cuantificación de pequeñas concentraciones de Al en el efluente S/T, del remanente liberado en el efluente tratado y de los lodos obtenidos por el proceso de EC, obteniendo los siguientes resultados, en la Tabla 18.

Tabla 18 Análisis de GFAAS de una muestra sin tratar (S/T) como blanco para la cuantificación de Al en el efluente tratado por EC y en los sólidos obtenidos por EC.

Muestra	Concentración (mg/L)
Efluente S/T Fracción #7	<LC
Tratada por EC Fracción #7	113.06
Lodos Fracción #7	196.32

El efluente S/T presenta una concentración de Al por debajo del límite de cuantificación de la curva de calibración (10-100 µg/L), como se muestra en la Fig. 55, debido a esto, no es posible cuantificar si el efluente contenía alguna concentración de Al antes del proceso de EC; sin embargo, se asume que, si se tiene una concentración de Al presente en el efluente S/T, esta sería <10 µg/L.

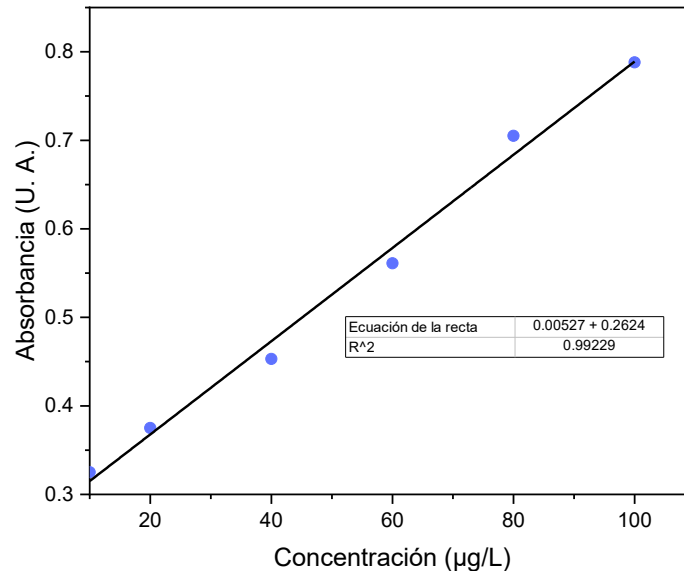
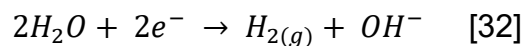


Fig. 52. Curva de calibración de Al en GFAAS (10-100 µg/L).

La suma total de Al del remanente que quedó en el efluente y en el lodo proveniente de la EC dan una suma de 0.30938 g, pese a que los cálculos que se realizaron para saber la cantidad de Al desprendido de los electrodos, que constato de pesar antes y después los electrodos al aplicarlos en el proceso de EC, y promediando una masa de 0.1872 ± 0.0147 g de Al desprendido, pese a que los electrodos de sacrificio son los responsables de propiciar la coagulación al oxidarse y desprender Al, se observó que hubo una pérdida de masa en los cátodos de 0.0322 ± 0.0023 g de Al.

Teóricamente, el cátodo no debería tener una pérdida de peso, ya que ocurren en él reacciones de reducción, como la del agua para formar hidrógeno Ecuación 29:



No obstante, al presentarse una pérdida de peso en el cátodo, se debe a las siguientes causas:

1. Corrosión química: se debe a que la solución en la que se realiza la EC tiene un pH ácido, lo que provoca la corrosión del ánodo por el medio en el que se encuentra.
2. Polarización anódica accidental: se debe a que, en ciertos momentos del proceso de EC, hay una inversión de polaridad o un contacto defectuoso entre los caimanes, lo que hace que el cátodo se comporte como un ánodo y se oxide, provocando la liberación del metal.
3. Una mala calidad del electrodo o de su recubrimiento, en este caso, al presentar una aleación o un recubrimiento que pueda reaccionar con el electrolito, puede resultar en el desprendimiento del metal.

4. Abrasión mecánica, esto es debido al tener una agitación intensa, burbujeo fuerte o al tener presente partículas sólidas suspendidas, resultando en la erosión mecánica del cátodo (191).

Dado que el 100% del Al desprendido de los electrodos, en promedio, cumplió el papel de agente floculante, aun así, se presenta un excedente de Al disuelto en el efluente. La suma de las masas desprendidas de los electrodos es de 0.2194 ± 0.0170 g.

3.18 Caracterización de electrodos por SEM-EDS

Antes de realizar el proceso de EC, se guardaron muestras de los electrodos para las técnicas de caracterización por SEM y EDS. Se puede observar en la Fig. 55 de SEM del electrodo de Al, así como del cátodo y del ánodo, antes de utilizarlo en el proceso de EC, presenta una forma uniforme y lisa, pero se observan rayones, provocados al momento de preparar el electrodo al lijar las latas.

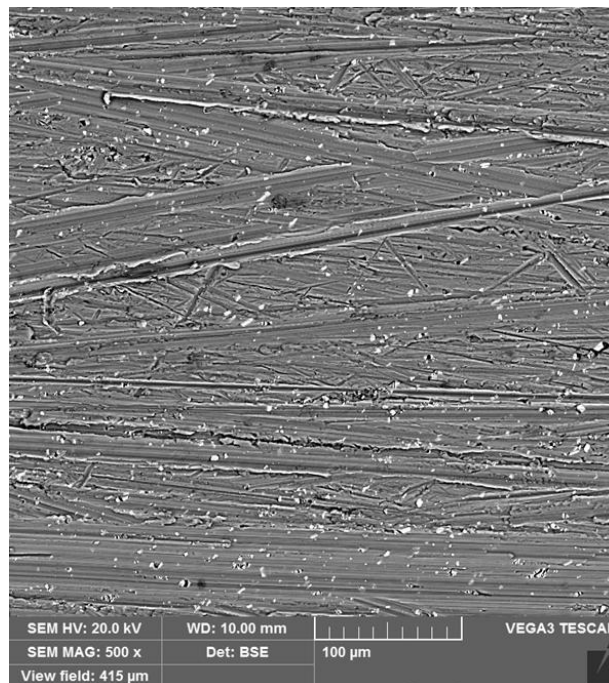


Fig. 53. Microscopía por SEM del electrodo antes del proceso de EC.

Este tipo de microscopía ya ha sido reportado por Tibebe *et al.* (192) No es correcto afirmar que no se presenta morfología en la microscopía, pero sí se pueden observar líneas horizontales, que son marcas del pretratamiento de la lata al lijarla. En consecuencia, la lata antes del pretratamiento presentaba una superficie lisa en el material, la cual no es presentada, ya que las latas de bebidas cuentan con un recubrimiento de resina epoxi, y del otro cuentan con pintura, la cual debe ser removida para el proceso de EC, y también para realizar la caracterización SEM, la cual fue alterada por el proceso del lijado, lo cual explica la presencia de las marcas en la Fig. 56.

En el EDS de la Fig. 57 se observa la presencia de los siguientes elementos: C, O, Fe, Mn, Mg, Al y Si, en el orden de aparición. En la cual el Al presenta una mayor

proporción de metales en la lata, lo que confirma la pureza del electrodo para su aplicación en el proceso de electrocoagulación.

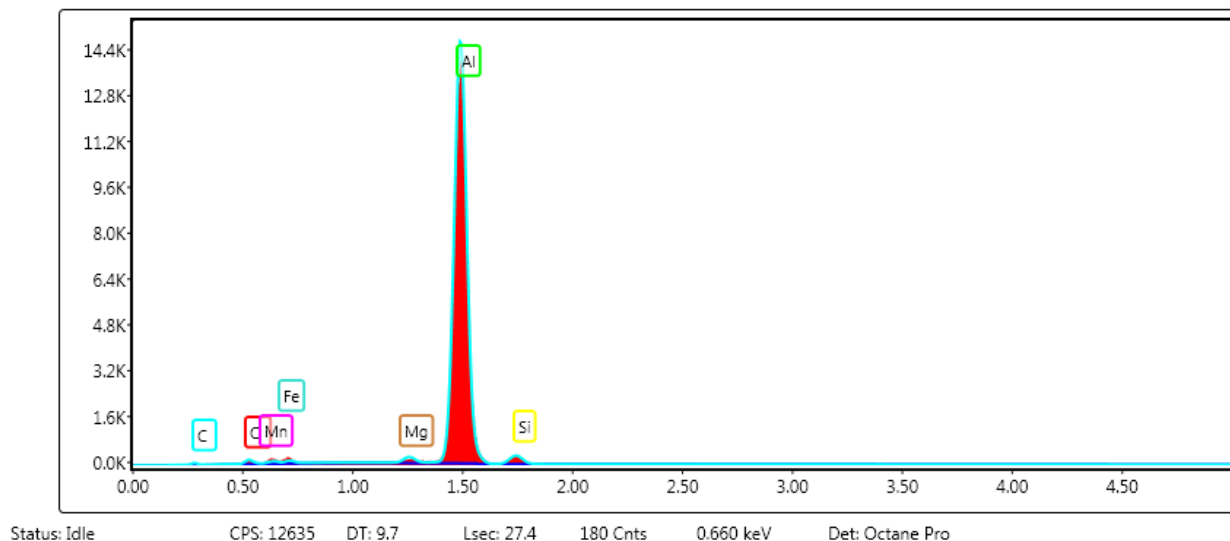


Fig. 54. EDS del electrodo de Al antes del proceso de electrocoagulación.

Se ha reportado la señal del aluminio en 1.486 keV por Mora (193), confirmando la presencia de Al en las latas. Mientras que Liu *et al.* realizaron, mediante espectroscopía de emisión óptica (OES), un análisis de una lata de Coca-Cola®, obteniendo los resultados en la Tabla 19.

Tabla 19. Composición química de una lata de bebida (porcentajes), mediante OES.

Analitos	Resultado (%)
Al	97.12
Mg	1.08
Mn	0.863
Fe	0.589
Si	0.18
otros	0.153

Esta comparación nos permite determinar que la composición de las latas de aluminio de bebidas utilizadas en el proceso de EC presenta un porcentaje en masa >97 %. Es normal encontrar otros elementos en la lata de aluminio; esto puede deberse a la necesidad de mejorar la maleabilidad al fabricar la lata, o a impurezas que pueden presentarse durante el proceso de manufactura de latas.

Después de realizar el proceso de EC, el electrodo que actuó como ánodo de sacrificio fue caracterizado mediante estas dos técnicas para observar el desgaste producido por la oxidación del Al, con el fin de obtener un coagulante metálico.

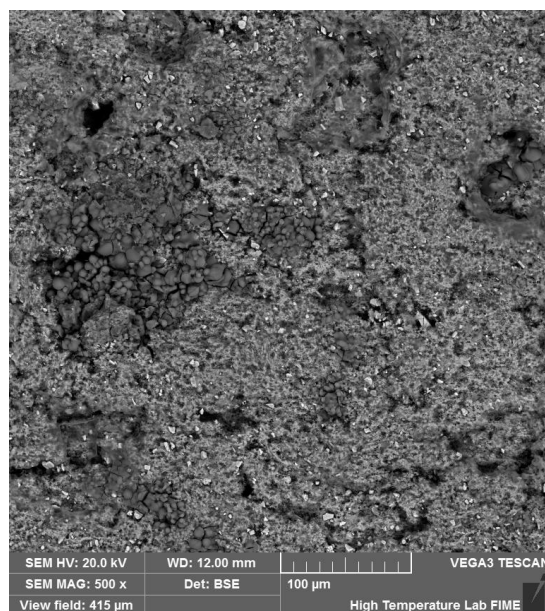


Fig. 55. Microscopía vía SEM del electrodo después del proceso de EC.

En la Fig. 58, se presenta una microscopía del electrodo después de realizar la EC, en la que Tibete *et al.* (192), reportan una morfología similar, y mencionan que es “un pozo típico” que se presenta en los electrodos que actúan como ánodos de sacrificio al momento de realizar la EC. Se comprobó que se produjo la disolución del aluminio en el ánodo. Se puede comparar con la Fig. En 56 y 58 se observa un cambio en la “morfología” del electrodo, lo cual indica, del mismo modo, una adsorción de cloro en su superficie; esto se debe a que el electrolito soporte utilizado fue NaCl.

Para confirmar esto último, también se realizó un análisis EDS del electrodo tras la EC, que se muestra en la Fig. 58.

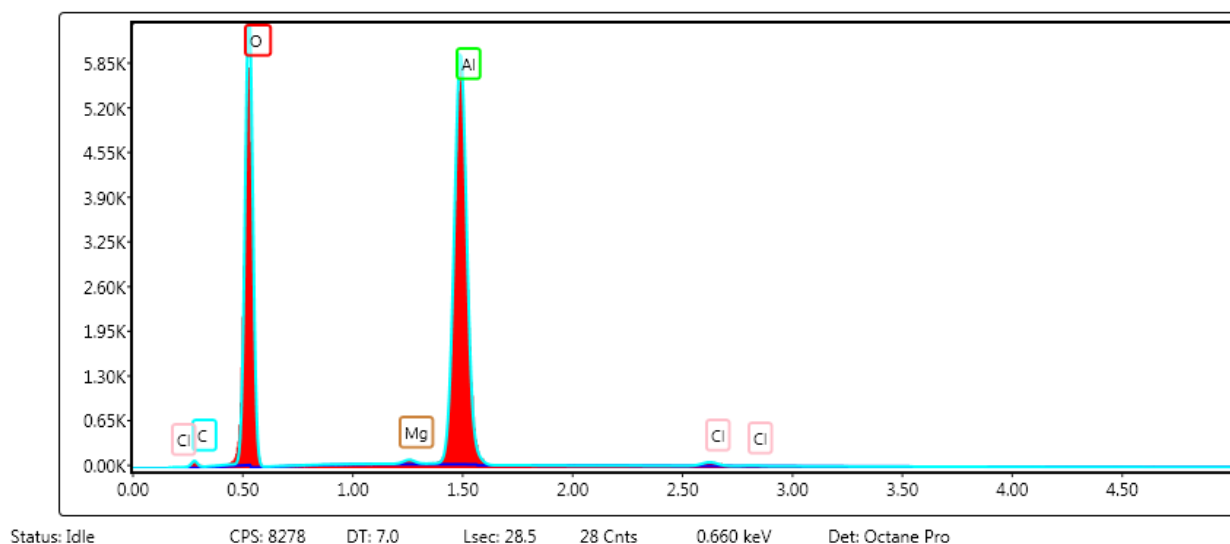


Fig. 56. EDS del electrodo de Al después del proceso de electrocoagulación.

Demostrando la presencia del Cl, añadida por el electrolito de soporte para realizar la EC. El oxígeno que está presente representa algún óxido de aluminio que se logró formar durante la EC, los cuales son los picos más altos que aparecen en la Fig. 58, el O y Al. El Mg sigue apareciendo en la misma posición, sin ninguna modificación tras la EC.

CONCLUSIONES

La caracterización del efluente cervecero artesanal presentó valores de pH, turbidez, conductividad, potencial zeta, similares a la literatura sobre efluentes agroindustriales. Sin embargo, los valores de DQO, DBO₅, SST fueron mayores a lo que se está reportado, esto se atribuye a las diferencias en la elaboración de cerveza artesanal, materias primas utilizadas y punto de muestreo.

La alta carga orgánica inicial del efluente agroindustrial y su baja biodegradabilidad, indica que es apto para aplicar un tratamiento de EC, como un tratamiento previo a su descarga al drenaje para cumplir la normativa ambiental mexicana.

Los electrodos de Al mostraron un mayor porcentaje de remoción de COT y turbidez en comparación con los electrodos de acero (316) debido a una mayor estabilidad de los coágulos y flóculos formados a partir de los electrodos de sacrificio de Al.

El quitosano como agente floculante adicionado después del proceso de EC, al utilizar como ión metálico el Al, aplicando una corriente de 1 A, incrementó la remoción de SST, turbidez y DQO en el efluente. Atribuyéndose esta eficiencia por su carácter policatiónico, en contra parte al valor del potencial zeta de las partículas suspendidas con carga negativa en el efluente.

La combinación EC-FLO logró cambiar el carácter no biodegradable del efluente cervecero a un nivel poco biodegradable usando los electrodos de Al, además de reducir el DQO (~6 g/L), haciéndolo apto para aplicar OA-H₂O₂.

La derivatización en medio alcalino permitió la cuantificación del glifosato en el efluente cervecero artesanal por HPLC y espectrofotometría UV-Vis, tanto para el estándar como para el glifosato comercial. Sin embargo, la matriz del efluente cervecero dificulta su adecuada cuantificación.

El tratamiento mediante OA-H₂O₂, mostró una alta eficiencia para la degradación de glifosato, especialmente a bajas concentraciones (10 mg/L) y aplicando una corriente de 0.1 A, logrando una degradación de 97.33% en 90 minutos.

El tren de tratamiento EC-FLO-OA-H₂O₂, logró una remoción de alrededor del 70% de turbidez y 14% de DQO, por lo que no se cumple con la hipótesis dictada en el proyecto de investigación.

Después del tratamiento de EC, más del 94% de los sólidos totales corresponden a los sólidos volátiles conformados principalmente por materia orgánica como azúcares y algunas grasas derivados de la materia prima utilizada para la cerveza. El resto se atribuye a materia inorgánica, principalmente residuos de Al proveniente de los electrodos.

Mediante GFAAS se demostró que el efluente S/T no contiene Al. Sin embargo, después del tratamiento de EC, la concentración de Al en el efluente fue de 113.06 mg/L (36.5%)

y de 196.32 mg/L en los lodos generados (63.5%). Esto corrobora la liberación de Al de los electrodos de sacrificio durante la EC y su función como agente coagulante.

La caracterización vía SEM-EDS de los electrodos antes y después del proceso de EC mostró que las placas de Al presentaron oxidación debido a su función como electrodo de sacrificio además de presentar incrustaciones de Cl^- asociadas al electrolito soporte en OA- H_2O_2 .

Referencias

1. Kumar D, Hager AS, Sun A, Debyser W, Guagliano BJ, Singh V. Improving fermentation rate during use of corn grits in beverage alcohol production. *Beverages*. 2019 Mar 1;5(1).
2. Nolasco Fernández A. La cerveza su historia, producción y características. 1998.
3. Muñoz Lucas S, Sanchez García R. El agua en la industria alimentaria. *Boletín Sociedad Española Hidrología Medica*. 2018;33(2):157–71.
4. INEGI. Colección de estudios sectoriales y regionales: Conociendo la Industria de la Cerveza. 2020.
5. Papadopoulos KP, Economou CN, Tekerlekopoulou AG, Vayenas D V. Two-step treatment of brewery wastewater using electrocoagulation and cyanobacteria-based cultivation. *J Environ Manage*. 2020 Jul 1;265.
6. Ashraf A, Ramamurthy R, Rene ER. Wastewater treatment and resource recovery technologies in the brewery industry: Current trends and emerging practices. *Sustainable Energy Technologies and Assessments*. 2021 Oct 1;47.
7. Espinoza-Quiñones FR, Dall'Oglio IC, de Pauli AR, Romani M, Módenes AN, Trigueros DEG. Insights into brewery wastewater treatment by the electro-Fenton hybrid process: How to get a significant decrease in organic matter and toxicity. *Chemosphere*. 2021 Jan 1;263.
8. Inoue T, Nagatomi Y, Suga K, Uyama A, Mochizuki N. Fate of pesticides during beer brewing. *J Agric Food Chem*. 2011 Apr 27;59(8):3857–68.
9. Pérez-Lucas G, Navarro G, Navarro S. Comprehensive Review on Monitoring, Behavior, and Impact of Pesticide Residues during Beer-Making. *J Agric Food Chem*. 2023 Feb 1;71(4):1820–36.
10. Miyake Y, Hashimoto K, Matsuki H. Fate of insecticide and fungicide residues on barley during storage and malting. *Journal of the American Society of Brewing Chemists*. 2002;60(3):110–5.
11. Navarro S, Vela N, Navarro G. Fate of triazole fungicide residues during malting, mashing and boiling stages of beermaking. *Food Chem*. 2011 Jan;124(1):278–84.
12. Navarro S, Pérez G, Navarro G, Vela N. Decline of pesticide residues from barley to malt. *Food Addit Contam*. 2007 Aug;24(8):851–9.
13. Hack M, Nitz S, Parlar H. Behavior of [14 C] Atrazine, [14 C] Terbutylazine, and Their Major Metabolites in the Brewing Process. 1997.
14. Paz Karen Edith M, Norma Ruth LS, Margarita GR, Enrique MZ. Validación de un método para la determinación de glifosato, AMPA y glufosinato en suelos por CLAR con derivatización pre-columna.

15. Arkan T, Molnár-Perl I. The role of derivatization techniques in the analysis of glyphosate and aminomethyl-phosphonic acid by chromatography. Vol. 121, *Microchemical Journal*. Elsevier Inc.; 2015. p. 99–106.
16. Skanes B, Ho J, Warriner K, Prosser RS. Degradation of boscalid, pyraclostrobin, fenbuconazole, and glyphosate residues by an advanced oxidative process utilizing ultraviolet light and hydrogen peroxide. *J Photochem Photobiol A Chem*. 2021 Sep 1;418.
17. MILENIO. Hallan herbicida en cervezas y vinos de distribución internacional. 2019.
18. Sonune A, Ghate R. Developments in wastewater treatment methods. *DESALINATION A* Sonune, R Ghate / *Desalination* [Internet]. 2004;167:55–63. Available from: www.elsevier.com/locate/desal
19. Shahedi A, Darban AK, Taghipour F, Jamshidi-Zanjani A. A review on industrial wastewater treatment via electrocoagulation processes. Vol. 22, *Current Opinion in Electrochemistry*. Elsevier B.V.; 2020. p. 154–69.
20. Chen G. Electrochemical technologies in wastewater treatment. *Sep Purif Technol*. 2004 Jul 15;38(1):11–41.
21. Álvaro AR. La electrocoagulación: una alternativa para el tratamiento de aguas residuales. Colombia; 2005.
22. Yousuf M, Mollah A, Schennach R, Parga JR, Cocke DL. Electrocoagulation (EC)-science and applications. Vol. 84, *Journal of Hazardous Materials*. 2001.
23. Lazo Pinto AGA, Vilca Gutiérrez YE. Tratamiento de aguas residuales procedentes de la industria láctea mediante el proceso de electrocoagulación. Arequipa, Perú; 2020.
24. Astete R, Astete-Tebes R, Gallegos Rojas E, Apaza FH, Torres Cruz E. Electrocoagulación en las aguas residuales de las plantas queseras. Perú; 2022.
25. Rodríguez Díaz YJ, Fuentes Guevara MD, Beleño Díaz ÓD, Montoya Armenta LH. Electrocoagulación como proceso de tratabilidad de aguas residuales de una planta de lácteos y cárnicos. *Tecnura*. 2021 Jan 1;25(67):26–39.
26. Dobrosz-Gomez I, Gómez García MA, Ibarra Taquez HN. Tratamiento de aguas residuales de la industria del café soluble vía Electrocoagulación - Oxidación Anódica. Selección de los electrodos. *Revista EIA*. 2020 Oct 17;17(34):1–17.
27. Osorio Trisancho LJ, Marín Miranda LÁ. Validación del Tratamiento por Electrocoagulación Validación del Tratamiento por Electrocoagulación de Agua Residual en el Efluente de la Cervecería del Valle como Pre Tratamiento al Sistema de Reúso. Santiago de Cali, Chile; 2020.
28. Tejedor-Sanz S, Ortiz JM, Esteve-Núñez A. Merging microbial electrochemical systems with electrocoagulation pretreatment for achieving a complete treatment of brewery wastewater. *Chemical Engineering Journal*. 2017 Dec 15; 330:1068–74.

29. Andrezzi R, Caprio V, Insola A, Marotta R. Advanced oxidation processes (AOP) for water purification and recovery. Vol. 53, *Catalysis Today*. 1999.
30. Brillas E, Sirés I, Oturan MA. Electro-Fenton process and related electrochemical technologies based on Fenton's reaction chemistry. *Chem Rev*. 2009 Dec 9;109(12):6570–631.
31. Kanakaraju D, Glass BD, Oelgemöller M. Advanced oxidation process-mediated removal of pharmaceuticals from water: A review. Vol. 219, *Journal of Environmental Management*. Academic Press; 2018. p. 189–207.
32. Larralde-Piña IA, Acuña-Askar K, Villanueva-Rodríguez M, Guzmán-Mar JL, Murillo-Sierra JC, Ruiz-Ruiz EJ. An optimized electro-Fenton pretreatment for the degradation and mineralization of a mixture of ofloxacin, norfloxacin, and ciprofloxacin. *Chemosphere*. 2023 Dec; 344:140339.
33. Martínez Manrique E, Jiménez Vera V. *Cereales (técnicas de análisis)*. 1st ed. Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, editor. 2022.
34. MEGA: Mundo Estrella Galicia. *La mujer en la historia de la cerveza*.
35. Hough JS. *Biotecnología de la cerveza y de la malta*. 1990.
36. Sosa Cruz EE. *La importancia de la mercadotecnia en el desarrollo y posicionamiento de una cerveza artesanal mexicana*. Universidad Nacional Autónoma de México; 2019.
37. Jiang JQ. The role of coagulation in water treatment. Vol. 8, *Current Opinion in Chemical Engineering*. Elsevier Ltd; 2015. p. 36–44.
38. Lawrence W, Yung-Tse H, Nazih K. Shammash. *Handbook of Environmental Engineering Volume 3: Physicochemical Treatment Processes*. Totowa, New Jersey; 2005.
39. Fekete É, Lengyel B, Cserfalvi T, Pajkossy T. Electrochemical dissolution of aluminium in electrocoagulation experiments. *Journal of Solid State Electrochemistry*. 2016 Nov 1;20(11):3107–14.
40. Vasudevan S, Lakshmi J, Packiyam M. Electrocoagulation studies on removal of cadmium using magnesium electrode. *J Appl Electrochem*. 2010 Nov;40(11):2023–32.
41. Oumar D, Patrick D, Gerardo B, Rino D, Salah I Ben. Coupling biofiltration process and electrocoagulation using magnesium-based anode for the treatment of landfill leachate. 2016.
42. Prajapati AK, Chaudhari PK, Pal D, Chandrakar A, Choudhary R. Electrocoagulation treatment of rice grain-based distillery effluent using copper electrode. *Journal of Water Process Engineering*. 2016 Jun 1; 11:1–7.
43. Ali I, Asim M, Khan TA. Arsenite removal from water by electro-coagulation on zinc-zinc and copper-copper electrodes. *International Journal of Environmental Science and Technology*. 2013 Mar 1;10(2):377–84.

44. Hakizimana JN, Gourich B, Chafi M, Stiriba Y, Vial C, Drogui P, et al. Electrocoagulation process in water treatment: A review of electrocoagulation modeling approaches. Vol. 404, Desalination. Elsevier B.V.; 2017. p. 1–21.
45. Garcia-Segura S, Eiband MMSG, de Melo JV, Martínez-Huitle CA. Electrocoagulation and advanced electrocoagulation processes: A general review about the fundamentals, emerging applications and its association with other technologies. Vol. 801, Journal of Electroanalytical Chemistry. Elsevier B.V.; 2017. p. 267–99.
46. Boinpally S, Kolla A, Kainthola J, Kodali R, Vemuri J. A state-of-the-art review of the electrocoagulation technology for wastewater treatment. *Water Cycle*. 2023; 4:26–36.
47. Sahu O, Mazumdar B, Chaudhari PK. Treatment of wastewater by electrocoagulation: A review. Vol. 21, *Environmental Science and Pollution Research*. 2014. p. 2397–413.
48. Rabiataladawiyah D, Luqman Chuah A, Mohsen Nourouz M, Shafreeza S, Nordayana Mohd A. A comparison between aluminium and iron electrodes in electrocoagulation process for glyphosate removal [Internet]. Selangor, Malaysia; 2015 Oct. Available from: <https://www.researchgate.net/publication/289066772>
49. Chen G. Electrochemical technologies in wastewater treatment. *Sep Purif Technol*. 2004 Jul 15;38(1):11–41.
50. Gregory J. Fundamentals of flocculation. *Critical Reviews in Environmental Control*. 1989 Jan 1;19(3):185–230.
51. Kosseva MR, Kennedy JF. Coagulation and Flocculation (2nd ed.). H. Stechemesser and B. Dobiáš, Editors, Surfactant Science Series. *Int J Biol Macromol*. 2006 Nov;39(4–5):324.
52. Bratby J. Coagulation and Flocculation in Water and Wastewater Treatment. *Water Intelligence Online*. 2016 Mar 2;15(0):9781780407500–9781780407500.
53. Roberts GAF. Chitin Chemistry. London: Macmillan Education UK; 1992.
54. Kurita K. Chitin and Chitosan: Functional Biopolymers from Marine Crustaceans. *Marine Biotechnology*. 2006 Jun 17;8(3):203–26.
55. Bolto B, Gregory J. Organic polyelectrolytes in water treatment. *Water Res*. 2007 Jun;41(11):2301–24.
56. Sharma BR, Dhuldhoya NC, Merchant UC. Flocculants—an Ecofriendly Approach. *J Polym Environ*. 2006 Jun 4;14(2):195–202.
57. Crini G. Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment. *Prog Polym Sci*. 2005 Jan;30(1):38–70.
58. Arevalo Niño K, Gálan Wong LJ, Hernández Luna CE, Salazar Alpuche RY. Method of removing heavy metals and solids by complexing biodegradable polyelectrolytes (pectin and chitosan). 2003.

59. Lee Y, Kim HW, Brad Kim YH. New route of chitosan extraction from blue crabs and shrimp shells as flocculants on soybean solutes. *Food Sci Biotechnol*. 2017 Dec 12;
60. Bough WA. Coagulation with Chitosan—An Aid to Recovery of By-Products from Egg Breaking Wastes. *Poult Sci*. 1975 Nov;54(6):1904–12.
61. W.A. Bough. Chitosan—a polymer from seafood waste, for use in treatment of food processing wastes and activated sludge. *Biochem*. 1976.
62. Bough WA, Salter WL, Wu ACM, Perkins BE. Influence of manufacturing variables on the characteristics and effectiveness of chitosan products. I. Chemical composition, viscosity, and molecular-weight distribution of chitosan products. *Biotechnol Bioeng*. 1978 Dec 18;20(12):1931–43.
63. Bough WA, Landes DR. Recovery and Nutritional Evaluation of Proteinaceous Solids Separated from Whey by Coagulation with Chitosan. *J Dairy Sci*. 1976 Nov;59(11):1874–80.
64. Bough WA, Shewfelt AL, Salter WL. Use of Chitosan for the Reduction and Recovery of Solids in Poultry Processing Waste Effluents. *Poult Sci*. 1975 Jul;54(4):992–1000.
65. Chung YC. Improvement of Aquaculture Wastewater using Chitosan of Different Degrees Of Deacetylation. *Environ Technol*. 2006 Nov;27(11):1199–208.
66. Rinaudo M. Chitin and Chitosan: Properties and applications. *Prog Polym Sci*. 2006 Jul;31(7):603–32.
67. Renault F, Sancey B, Badot PM, Crini G. Chitosan for coagulation/flocculation processes - An eco-friendly approach. Vol. 45, *European Polymer Journal*. 2009. p. 1337–48.
68. No HK, Meyers SP. Crawfish chitosan as a coagulant in recovery of organic compounds from seafood processing streams. *J Agric Food Chem*. 1989 May 1;37(3):580–3.
69. Savant VD, Torres JA. Chitosan-Based Coagulating Agents for Treatment of Cheddar Cheese Whey. *Biotechnol Prog*. 2000 Dec 1;16(6):1091–7.
70. Fernández M, Fox PF. Fractionation of cheese nitrogen using chitosan. *Food Chem*. 1997 Apr;58(4):319–22.
71. Guerrero L, Omil F, Méndez R, Lema JM. Protein recovery during the overall treatment of wastewaters from fish-meal factories. *Bioresour Technol*. 1998 Mar;63(3):221–9.
72. Chi FH, Cheng WP. Use of Chitosan as Coagulant to Treat Wastewater from Milk Processing Plant. *J Polym Environ*. 2006 Oct 18;14(4):411–7.
73. Cheng WP, Chi FH, Yu RF, Lee YC. Using chitosan as a coagulant in recovery of organic matters from the mash and lauter wastewater of brewery. *J Polym Environ*. 2005 Oct;13(4):383–8.
74. Bratskaya S, Schwarz S, Chervonetsky D. Comparative study of humic acids flocculation with chitosan hydrochloride and chitosan glutamate. *Water Res*. 2004 Jul;38(12):2955–61.

75. Guibal E, Van Vooren M, Dempsey BA, Roussy J. A Review of the Use of Chitosan for the Removal of Particulate and Dissolved Contaminants. *Sep Sci Technol*. 2006 Aug;41(11):2487–514.
76. Guibal E, Roussy J. Coagulation and flocculation of dye-containing solutions using a biopolymer (Chitosan). *React Funct Polym*. 2007 Jan;67(1):33–42.
77. Rodrigues AC, Boroski M, Shimada NS, Garcia JC, Nozaki J, Hioka N. Treatment of paper pulp and paper mill wastewater by coagulation–flocculation followed by heterogeneous photocatalysis. *J Photochem Photobiol A Chem*. 2008 Feb;194(1):1–10.
78. Xin C, Hui-li S, Jia-hui P. Decolorization of dyeing wastewater with use of chitosan materials. *Ocean Science Journal*. 2006 Dec;41(4):221–6.
79. Sanghi R, Bhattacharya B. Comparative Evaluation of Natural Polyelectrolytes Psyllium and Chitosan as Coagulant Aids for Decolourization of Dye Solutions. *Water Quality Research Journal*. 2005 Feb 1;40(1):97–101.
80. Ganjidoust H, Tatsumi K, Yamagishi T, Gholian RN. Effect of synthetic and natural coagulant on lignin removal from pulp and paper wastewater. *Water Science and Technology*. 1997;35(2–3).
81. Wang JP, Chen YZ, Ge XW, Yu HQ. Optimization of coagulation–flocculation process for a paper-recycling wastewater treatment using response surface methodology. *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp*. 2007 Jul;302(1–3):204–10.
82. Assaad E, Azzouz A, Nistor D, Ursu AV, Sajin T, Miron DN, et al. Metal removal through synergic coagulation–flocculation using an optimized chitosan–montmorillonite system. *Appl Clay Sci*. 2007 Sep;37(3–4):258–74.
83. Wu ZB, Ni WM, Guan BH. Application of chitosan as flocculant for coprecipitation of Mn(II) and suspended solids from dual-alkali FGD regenerating process. *J Hazard Mater*. 2008 Apr;152(2):757–64.
84. Wada S, Ichikawa H, Tatsumi K. Removal of phenols and aromatic amines from wastewater by a combination treatment with tyrosinase and a coagulant. *Biotechnol Bioeng*. 1995 Feb 20;45(4):304–9.
85. Rizzo L, Di Gennaro A, Gallo M, Belgiorio V. Coagulation/chlorination of surface water: A comparison between chitosan and metal salts. *Sep Purif Technol*. 2008 Aug;62(1):79–85.
86. Guibal E. Interactions of metal ions with chitosan-based sorbents: a review. *Sep Purif Technol*. 2004 Jul;38(1):43–74.
87. Huang C. Optimal condition for modification of chitosan: a biopolymer for coagulation of colloidal particles. *Water Res*. 2000 Feb 15;34(3):1057–62.
88. Glaze WH, Kang JW, Chapin DH. The Chemistry of Water Treatment Processes Involving Ozone, Hydrogen Peroxide and Ultraviolet Radiation. *Ozone Sci Eng*. 1987 Sep;9(4):335–52.

89. Sirés I, Brillas E, Oturan MA, Rodrigo MA, Panizza M. Electrochemical advanced oxidation processes: today and tomorrow. A review. *Environmental Science and Pollution Research*. 2014 Jul 2;21(14):8336–67.
90. Hu Z, Cai J, Song G, Tian Y, Zhou M. Anodic oxidation of organic pollutants: Anode fabrication, process hybrid and environmental applications. Vol. 26, *Current Opinion in Electrochemistry*. Elsevier B.V.; 2021.
91. Louhichi B, Gaid F, Boulanouar L, Hamdi W, Hamdi N, L'taief B, et al. Tertiary treatment of wastewater by coupling anodic oxidation processes using solar energy and the coagulation–flocculation processes. *Desalination Water Treat*. 2023 Nov 1;313:66–73.
92. Cañizares P, Gadri A, Lobato J, Nasr B, Paz R, Rodrigo MA, et al. Electrochemical Oxidation of Azoic Dyes with Conductive-Diamond Anodes. *Ind Eng Chem Res*. 2006 May 1;45(10):3468–73.
93. Cañizares P, Lobato J, Paz R, Rodrigo M, Saez C. Electrochemical oxidation of phenolic wastes with boron-doped diamond anodes. *Water Res*. 2005 Jul;39(12):2687–703.
94. Cañizares P, Sáez C, Lobato J, Rodrigo MA. Electrochemical Oxidation of Polyhydroxybenzenes on Boron-Doped Diamond Anodes. *Ind Eng Chem Res*. 2004 Oct 1;43(21):6629–37.
95. Brillas E, Baños MÁ, Skoumal M, Cabot PL, Garrido JA, Rodríguez RM. Degradation of the herbicide 2,4-DP by anodic oxidation, electro-Fenton and photoelectro-Fenton using platinum and boron-doped diamond anodes. *Chemosphere*. 2007 Jun;68(2):199–209.
96. Bensalah N, Louhichi B, Abdel-Wahab A. Electrochemical oxidation of succinic acid in aqueous solutions using boron doped diamond anodes. *International Journal of Environmental Science and Technology*. 2012 Jan 26;9(1):135–43.
97. Martínez-Huitle CA, Rodrigo MA, Sirés I, Scialdone O. Single and Coupled Electrochemical Processes and Reactors for the Abatement of Organic Water Pollutants: A Critical Review. *Chem Rev*. 2015 Dec 23;115(24):13362–407.
98. dos Santos AJ, Brillas E, Cabot PL, Sirés I. Simultaneous persulfate activation by electrogenerated H₂O₂ and anodic oxidation at a boron-doped diamond anode for the treatment of dye solutions. *Science of the Total Environment*. 2020 Dec 10;747.
99. Brillas E, Sirés I, Oturan MA. Electro-Fenton Process and Related Electrochemical Technologies Based on Fenton's Reaction Chemistry. *Chem Rev*. 2009 Dec 9;109(12):6570–631.
100. Stalikas CD, Konidari CN. Analytical methods to determine phosphonic and amino acid group-containing pesticides [Internet]. Vol. 907, *Journal of Chromatography A*. 2001. Available from: www.elsevier.com/locate/chroma
101. Schrübbers LC, Masís-Mora M, Carazo Rojas E, Valverde BE, Christensen JH, Cedergreen N. Analysis of glyphosate and aminomethylphosphonic acid in leaves from *Coffea arabica*

- using high performance liquid chromatography with quadrupole mass spectrometry detection. *Talanta*. 2016 Jan 1;146:609–20.
102. Matthews G, Wiles T, Baleguel P. A survey of pesticide application in Cameroon. *Crop Protection*. 2003;22(5):707–14.
 103. Duke SO. Glyphosate degradation in glyphosate-resistant and -susceptible crops and weeds. *J Agric Food Chem*. 2011 Jun 8;59(11):5835–41.
 104. García-Pérez JA, Alarcón-Gutiérrez E, Perroni Y, Barois I. Earthworm communities and soil properties in shaded coffee plantations with and without application of glyphosate. *Applied Soil Ecology*. 2014 Nov 1;83:230–7.
 105. International Agency for Research on Cancer. IARC Monograph on Glyphosate. 2018. IARC Monograph on Glyphosate.
 106. Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios (COFEPRIS). Consulta de Registros Sanitarios de Plaguicidas, Nutrientes Vegetales y LMR. 2016.
 107. Sundaram A, Sundaram KMS. Solubility products of six metal-glyphosate complexes in water and forestry soils, and their influence on glyphosate toxicity to plants. *Journal of Environmental Science and Health, Part B*. 1997 Jul 14;32(4):583–98.
 108. Yu Y, Zhou Q, He Z. Effects of methamidophos and glyphosate on copper sorption-desorption behavior in soils. *Sci China C Life Sci*. 2005 Jan;48(S1):67–75.
 109. Fu W, Guo Q, Wang J. Solubility of glyphosate in ethanol + water, 1-propanol + water, and 2-propanol + water from (293 to 333) K. *J Chem Eng Data*. 2010 Sep 9;55(9):3915–7.
 110. EUROPEAN COMMISSION HEALTH & CONSUMER PROTECTION DIRECTORATE-GENERAL. Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide. 2013 Nov 19;
 111. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). Specifications and evaluations for agricultural pesticides. 2016.
 112. Choque R, Nogales J. Estudio de propiedades moleculares del glifosato usando métodos químico-cuánticos computacionales. 2019 Apr 15;
 113. Canziani R, Spinosa L. Sludge from wastewater treatment plants. In: *Industrial and Municipal Sludge: Emerging Concerns and Scope for Resource Recovery*. Elsevier; 2019. p. 3–30.
 114. Spinosa L. Standardized characterization procedures: a necessary support to regulations. *Water Science and Technology*. 2016 Jul 7;74(1):220–8.
 115. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. Análisis de agua-Determinación de la demanda bioquímica de oxígeno en aguas naturales, residuales (DBO5) y residuales tratadas - Método de prueba. 2001.

116. Hach CC, Klein Jr RL, Gibbs CR. Introduction to biochemical oxygen demand. Technical Information Series-Booklet No 7. 1997;
117. Jouanneau S, Recoules L, Durand MJ, Boukabache A, Picot V, Primault Y, et al. Methods for assessing biochemical oxygen demand (BOD): A review. Vol. 49, Water Research. Elsevier Ltd; 2014. p. 62–82.
118. International Organization for Standardization. ISO 6060:Water quality-Determination of the chemical oxygen demand. 1989.
119. Geerdink RB, Sebastiaan van den Hurk R, Epema OJ. Chemical oxygen demand: Historical perspectives and future challenges. Vol. 961, Analytica Chimica Acta. Elsevier B.V.; 2017. p. 1–11.
120. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. Análisis de agua - Determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. - Método de prueba. 2008. 2008.
121. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. NMX-AA-089/2-SCFI-2010: Protección Al Ambiente - Calidad Del Agua Vocabulario - Parte 2 (Cancela A La NOM-AA-89/2-1992).
122. Sistema Nacional de Normalización. NMX-AA-187-SCFI-2021: Análisis de Agua–Medición de Carbono Orgánico Total en Aguas Naturales, Salinas, Residuales y Residuales Tratadas. 2021;
123. Barcelona MJ. TOC Determinations in Ground Water. Groundwater. 1984 Jan 21;22(1):18–24.
124. Urbansky ET. Total organic carbon analyzers as tools for measuring carbonaceous matter in natural waters. Journal of Environmental Monitoring. 2001;3(1):102–12.
125. Tittarelli F, Petruzzelli G, Pezzarossa B, Civilini M, Benedetti A, Sequi P. Chapter 7 Quality and agronomic use of compost. In 2007. p. 119–57.
126. Soon YK, Abboud S. A comparison of some methods for soil organic carbon determination. Commun Soil Sci Plant Anal. 1991 Jun 11;22(9–10):943–54.
127. Nieuwenhuize J, Maas YEM, Middelburg JJ. Rapid analysis of organic carbon and nitrogen in particulate materials. Mar Chem. 1994 Feb;45(3):217–24.
128. Maestre SE, Mora J, Hernandis V, Todolí JL. A System for the Direct Determination of the Nonvolatile Organic Carbon, Dissolved Organic Carbon, and Inorganic Carbon in Water Samples through Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. Anal Chem. 2003 Jan 1;75(1):111–7.
129. Bisutti I, Hilke I, Raessler M. Determination of total organic carbon – an overview of current methods. TrAC Trends in Analytical Chemistry. 2004 Nov;23(10–11):716–26.
130. Khalid K, Ishak R, Chowdhury ZZ. UV-Vis spectroscopy in non-destructive testing. In: Non-Destructive Material Characterization Methods. Elsevier; 2024. p. 391–416.

131. Pentassuglia S, Agostino V, Tommasi T. EAB-electroactive biofilm: A biotechnological resource. In: Encyclopedia of Interfacial Chemistry: Surface Science and Electrochemistry. Elsevier; 2018. p. 110–23.
132. NicDaéid N. Forensic sciences | Systematic drug identification. In: Encyclopedia of Analytical Science. Elsevier; 2019. p. 75–80.
133. Wang H, Chu PK. Surface Characterization of Biomaterials. In: Characterization of Biomaterials. Elsevier Inc.; 2013. p. 105–74.
134. Moldoveanu SC, David V. Basic Information about HPLC. In: Essentials in Modern HPLC Separations. Elsevier; 2013. p. 1–51.
135. Nielsen SS. Food Analysis. Indiana; 2017.
136. Toyo'oka T. Modern Derivatization Methods for Separation Science. 1st ed. Vol. 1. Wiley; 1999.
137. Poole CF. Derivatization in liquid chromatography. In: Liquid Chromatography. Elsevier; 2023. p. 49–79.
138. Miyamoto A, Aoyama T, Okamura M, Fukuda N, Ueno T, Abe M, et al. Development of a Method for Measuring Phytanic Acid as a Lifestyle-related Disease Biomarker in Rat Serum Using Ultra-fast Liquid Chromatography-Ultraviolet Spectrophotometry Combined with a Modified 2-Nitrophenylhydrazine Derivatization Method. Analytical Sciences. 2017 Mar 10;33(3):365–8.
139. Chhanikar PT, Gupta KR, Umekar MJ. Derivatizing Reagents for Detection of Organic Compounds By HPLC. Asian Journal of Applied Chemistry Research. 2021 Aug 13;1–13.
140. Kishikawa N. Derivatization Techniques for Chromatographic Analysis. The Japan Society for Analytical Chemistry. 2018 Oct;34:1109–10.
141. Niu Z, Zhang W, Yu C, Zhang J, Wen Y. Recent advances in biological sample preparation methods coupled with chromatography, spectrometry, and electrochemistry analysis techniques. TrAC Trends in Analytical Chemistry. 2018 May;102:123–46.
142. Recent Advances in Liquid–Liquid Extraction. Elsevier; 1971. 1–92 p.
143. Yamini Y, Rezazadeh M, Seidi S. Liquid-phase microextraction – The different principles and configurations. TrAC Trends in Analytical Chemistry. 2019 Mar;112:264–72.
144. Lee J, Lee HK, Rasmussen KE, Pedersen-Bjergaard S. Environmental and bioanalytical applications of hollow fiber membrane liquid-phase microextraction: A review. Anal Chim Acta. 2008 Aug;624(2):253–68.
145. Elwell WT, Gidley JAF. Atomic-Absorption Spectrophotometry. Elsevier; 1966.
146. Horncastle DCJ. Atomic Absorption Spectrophotometry. Med Sci Law. 1973 Jan 1;13(1):3–22.
147. Skoog DA, Holler Fj, Crouch SR. Principios de análisis instrumental. 2008.

148. Irgolic KJ. *Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry*. Vol. 12. 1992. 287–350 p.
149. Hunter R. *Zeta potential in colloid science: principles and applications*. Londres: Academic press; 2013.
150. Li LC TY. *Encyclopedia of pharmaceutical technology*. 3rd ed. Swarbrick J, Boylan J, editors. Nueva York; 2002.
151. Sennett Paul, Olivier JP. Colloidal dispersions, electrokinetic effects, and the concept of zeta potential. *Ind Eng Chem*. 1965 Aug 1;57(8):32–50.
152. Batjes NH. *Encyclopedia of Soil Science . Geoderma*. 2007 Apr;139(1–2):251.
153. Glawdel T. *Encyclopedia of Microfluidics and Nanofluidics*. 2nd ed. Li D, editor. New York, NY: Springer New York; 2015.
154. Hunter RJ. More reliable zeta potentials using electroacoustics. In: *Surface and Colloid Science*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2004. p. 1–10.
155. Bhattacharjee S. DLS and zeta potential – What they are and what they are not? *Journal of Controlled Release*. 2016 Aug;235:337–51.
156. Gassara F, Antzak C, Ajila CM, Sarma SJ, Brar SK, Verma M. Chitin and chitosan as natural flocculants for beer clarification. *J Food Eng*. 2015 Dec;166:80–5.
157. Tamiri T, Zitrin S. Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray. In: *Encyclopedia of Forensic Sciences: Second Edition*. Elsevier Inc.; 2013. p. 64–84.
158. Papia EM, Kondi A, Constantoudis V. Machine learning applications in SEM-based pore analysis: a review. Vol. 394, *Microporous and Mesoporous Materials*. Elsevier B.V.; 2025.
159. Mohammed A, Abdullah A. Scanning electron micriscopy (SEM): A review. *Băile Govora*; 2018 Nov.
160. Clavijo J. *Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)*. Bogotá; 2012 Oct.
161. Rabiataladawiyah D, Luqman CA, Sobri S. Potential of Copper Electrodes in Electrocoagulation Process for Glyphosate Herbicide Removal. Selangor, Malaysia; 2017.
162. Rabiataladawiyah D, Shafreeza S, Luqman Chuah A, Mohsen Nourouzi M. FTIR, CHNS and XRD analyses define mechanism of glyphosate herbicide removal by electrocoagulation. *Chemosphere*. 2019 Oct 1;233:559–69.
163. Ruiz Olarte O. Reúso de latas de aluminio para la remoción de DQO en una celda de electrocoagulación en la ciudad de Huancavelica. Huancavelica, Perú; 2021.
164. Idusuyi N, Adebayo MA, Igwegbe CA, Aghogho OT, James A, Kazeem RA. A sustainable approach to dairy wastewater treatment through electrocoagulation: From beverage cans to clean water. *Waste Management Bulletin*. 2025 Apr 1;3(1):96–106.

165. Khumalo SM, Bakare BF, Tetteh EK, Rathilal S. Application of Response Surface Methodology on Brewery Wastewater Treatment Using Chitosan as a Coagulant. *Water (Basel)*. 2023 Mar 18;15(6):1176.
166. Iber BT, Torsabo D, Che Engku Noramalina Che Engku C, Wahab F, Sheikh Abdullah SR, Abu Hassan H, et al. A study on the recovery and characterization of suspended solid from aquaculture wastewater through coagulation/flocculation using chitosan and its viability as organic fertilizer. *J Agric Food Res*. 2023 Mar 1;11.
167. Hartal O, Madinzi A, Khattabi Rifi S, Haddaji C, Agustiono Kurniawan T, Anouzla A, et al. Optimization of coagulation-flocculation process for wastewater treatment from vegetable oil refineries using chitosan as a natural flocculant. *Environ Nanotechnol Monit Manag*. 2024 Dec 1;22.
168. Hernández Francisco E. Remoción de compuestos fenólicos de aguas residuales de la refinación del petróleo mediante electrocoagulación, Fenton y foto-Fenton. Monterrey; 2015 Jul.
169. Özyonar F, Korkmaz MU. Sequential use of the electrocoagulation-electrooxidation processes for domestic wastewater treatment. *Chemosphere*. 2022 Mar 1;290.
170. Miyake Y, Koji K, Matsuki H, Tajima R, Ono M, Mine T. Fate of agrochemical residues, associated with malt and hops, during brewing. *Journal of the American Society of Brewing Chemists*. 2018;57(2):46–54.
171. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. Análisis de agua-medición de Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO5) en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-dilución y método de siembra-Método de prueba. 2021.
172. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. 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. 2011.
173. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. NMX-AA-004-SCFI-2013: Análisis de agua-Medición de sólidos sedimentables en aguas naturales, residuales y residuales tratadas-Método de prueba (cancela a la NMX-AA-004-SCFI-2000). 2013.
174. Marcela Bernal Barreto E, Restrepo Manrique Biólogo R, Universidad Santo Tomás E. Implementación de una técnica de cromatografía líquida de alta eficiencia para detección de glifosato en suelos, lixiviados, tomate (*Solanum lycopersicum*) y albahaca (*ocimum basilicum*). Bucaramanga; 2020.
175. Martínez Paz KE. Desarrollo y validación de la determinación de glifosato, AMPA, y glufusinato en suelos por CLAR con derivatización pre-columna. Ciudad de México; 2019.

176. Pimenta EM, da Silva FF, Barbosa ÉS, Cacique AP, Cassimiro DL, de Pinho GP, et al. Quantification of glyphosate and AMPA by HPLC-ICP-MS/MS and HPLC-DAD: A comparative study. *J Braz Chem Soc.* 2020;31(2):298–304.
177. Nyström F, Nordqvist K, Herrmann I, Hedström A, Viklander M. Laboratory scale evaluation of coagulants for treatment of stormwater. *Journal of Water Process Engineering.* 2020 Aug 1;36.
178. Simate GS, Iyuke SE, Ndlovu S, Heydenrych M. The heterogeneous coagulation and flocculation of brewery wastewater using carbon nanotubes. *Water Res.* 2012 Mar 15;46(4):1185–97.
179. Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico. Test-Aerobic Sewage Treatment: 303 A: Activated Sludge Units-303 B: Biofilms 303 A: Activated Sludge Units. 2001.
180. Holt PK, Barton GW, Wark M, Mitchell CA. A quantitative comparison between chemical dosing and electrocoagulation.
181. Ardila Arias AN, Reyes Calle J, Arriola Villaseñor E, Hernández JA. Remoción fotocatalítica de DQO, DBO5 Y COT de efluentes de la industria farmacéutica. Vol. 8. 2012.
182. Felton DE, Ederer M, Steffens T, Hartzell PL, Waynant K V. UV-Vis Spectrophotometric Analysis and Quantification of Glyphosate for an Interdisciplinary Undergraduate Laboratory. *J Chem Educ.* 2018 Jan 9;95(1):136–40.
183. Murillo-Sierra JC, Ruiz-Ruiz E, Hinojosa-Reyes L, Guzmán-Mar JL, Machuca-Martínez F, Hernández-Ramírez A. Sulfamethoxazole mineralization by solar photo electro-Fenton process in a pilot plant. *Catal Today.* 2018 Sep 1;313:175–81.
184. Abdel-Gawad SA, Baraka AM, Omran KA, Mokhtar MM. Removal of Some Pesticides from the Simulated Waste Water by Electrocoagulation Method Using Iron Electrodes [Internet]. Vol. 7, *Int. J. Electrochem. Sci.* 2012. Available from: www.electrochemsci.org
185. Burdick RK, Villabona-Monsalve JP, Mashour GA, Goodson T. Modern Anesthetic Ethers Demonstrate Quantum Interactions with Entangled Photons. *Sci Rep.* 2019 Aug 5;9(1):11351.
186. Song CY, Li R, Q. G, L.-X., Liu Y. Study on the fluorescence characteristic and mechanism of ether-water solution. *Spectroscopy and Spectral Analysis.* 2007;27:534–8.
187. Zeng Q, Zan F, Hao T, Biswal BK, Lin S, van Loosdrecht MCM, et al. Electrochemical pretreatment for stabilization of waste activated sludge: Simultaneously enhancing dewaterability, inactivating pathogens and mitigating hydrogen sulfide. *Water Res.* 2019 Dec 1;166.
188. Qasim SR, Zhu G. Wastewater Treatment and Reuse Theory and Design Examples [Internet]. 2018. Available from: <https://twwe.ir>

189. Secretaría de Economía. - Subsecretaría de Competitividad y Normatividad. Análisis De Agua - Medición De Sólidos Y Sales Disueltas En Aguas Naturales, Residuales Y Residuales Tratadas – Método De Prueba (Cancela A La NMX-AA-034-SCFI-2001). 2015.
190. Peces M, Astals S, Mata-Alvarez J. Assessing total and volatile solids in municipal solid waste samples. *Environmental Technology* (United Kingdom). 2014 Dec 1;35(24):3041–6.
191. Picard T, Áve Cathalifaud-Feuillade G, Mazet M, Vandensteendam C. Cathodic dissolution in the electrocoagulation process using aluminium electrodes. Limoges, France; 1999 Oct.
192. Tibebe D, Kassa Y, Bhaskarwar AN. Treatment and characterization of phosphorus from synthetic wastewater using aluminum plate electrodes in the electrocoagulation process. *BMC Chem*. 2019 Dec;13(1).
193. Mora R. Quantitative Energy-Dispersive X-Ray Analysis of Transition Elements in Aluminium Alloys at Concentrations of Less Than 1%. Alicante; 1979.

Anexos:

Disposición de residuos

La disposición de residuos se llevará a cabo con el reglamento vigente señalado por la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Nuevo León.

Tabla 20. Disposición de residuos

Compuesto	Contenedor
Efluente tratado y solución de glifosato	E orgánico
Fase móvil y éter	C
Solución ácida de digestión de lodos para EAA	A
H ₂ O ₂ electrogenerado	H

Análisis ANOVA para conocer si existe diferencia significativa entre resultados

Tabla 21: ANOVA de resultados de la Fig. 18 de Comparación del grado de mineralización después del tratamiento por EC a diferentes tiempos de duración.

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	90	30	100		
Columna 2	3	23635.9	7878.633333	199663.1027		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	92401567.8	1	92401567.8	925.11146	6.96049E-06	7.708647422
Dentro de los grupos	399526.2054	4	99881.55135			
Total	92801094.01	5				

Tabla 22: ANOVA de resultados de la Fig. 19 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes aplicadas y 0 g/L de quitosano.

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	0	0	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	73.1377808	24.3792603	1783.044991		

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	1141.93814	2	570.96907	0.960529368	0.434614339	5.14325285
Dentro de los grupos	3566.58998	6	594.431664			
Total	4708.52812	8				

Tabla 23: ANOVA de resultados de la Fig. 19 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes aplicadas y 2 g/L de quitosano.

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	6	2	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	179.81227	59.9374232	2696.089117		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	6831.36485	2	3415.68243	3.800355533	0.085855655	5.14325285
Dentro de los grupos	5392.67823	6	898.779706			
Total	12224.0431	8				

Tabla 24: ANOVA de resultados de la Fig. 20 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes aplicadas y 0 g/L de quitosano.

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	0	0	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	127.686892	42.5622975	1774.709726		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	3539.97374	2	1769.98687	2.991594979	0.125526789	5.14325285
Dentro de los grupos	3549.91945	6	591.653242			
Total	7089.89319	8				

Tabla 25: ANOVA de resultados de la Fig. 20 de remoción de turbidez utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes aplicadas y 2 g/L de quitosano.

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	6	2	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	41.9041234	13.9680411	239.5430552		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	312.404099	2	156.202049	1.954210675	0.22204467	5.14325285
Dentro de los grupos	479.58611	6	79.9310184			
Total	791.990209	8				

Tabla 26: ANOVA de los resultados de la Fig. 57: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes con 0 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	0	0	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	40.9741133	13.65803776	3.17629387		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	347.767915	2	173.8839576	152.2496	7.2156E-06	5.14325285
Dentro de los grupos	6.85258775	6	1.142097958			
Total	354.620503	8				

Tabla 27: ANOVA de los resultados de la Fig. 58: Remoción de COT utilizando electrodos de Al a diferentes corrientes con 2 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).

RESUMEN						
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza		
Columna 1	3	6	2	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	68.6219334	22.8739778	15.6308809		
ANÁLISIS DE VARIANZA						

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	915.193853	2	457.596927	86.4429869	3.77333E-05	5.14325285
Dentro de los grupos	31.7617618	6	5.29362697			
Total	946.955615	8				

Tabla 28: ANOVA de los resultados de la Fig. 23: Remoción de COT utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes con 0 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).

RESUMEN						
<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>		
Columna 1	3	0	0	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	76.2107476	25.40358255	5.91948273		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	1241.87685	2	620.9384238	301.940268	9.52181E-07	5.14325285
Dentro de los grupos	12.3389655	6	2.056494243			
Total	1254.21581	8				

Tabla 29: ANOVA de los resultados de la Fig. 23: Remoción de COT utilizando electrodos de Fe a diferentes corrientes con 2 g/L de quitosano añadido. Donde 0.5, 1 y 1.5, se refiere a la corriente aplicada (A).

RESUMEN						
<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>		
Columna 1	3	6	2	0		
Columna 2	3	3	1	0.25		
Columna 3	3	54.3083971	18.102799	259.563557		
ANÁLISIS DE VARIANZA						
<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	552.805872	2	276.402936	3.19155327	0.11375354	5.14325285
Dentro de los grupos	519.627114	6	86.604519			
Total	1072.43299	8				