

**ESTUDIO PRELIMINAR PARA EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES DEL
PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA EMPLEANDO CELDAS
DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS DE DOS CÁMARAS**

**AMAURY ANDRÉS OCHOA OCHOA
AURA ALEXANDRA RAMÓN VANEGAS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

**ESTUDIO PRELIMINAR PARA EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES DEL
PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA EMPLEANDO CELDAS
DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS DE DOS CÁMARAS**

**AMAURY ANDRÉS OCHOA OCHOA
AURA ALEXANDRA RAMÓN VANEGAS**

Trabajo de grado para optar el título de Ingeniero Químico

Directora

VIVIANA SÁNCHEZ TORRES

Ingeniera Química, Ph. D. en Ingeniería Química

Codirector

JORGE ALBERTO ALBARRACÍN ARIAS

Ingeniero Químico

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2018

DEDICATORIA

Principalmente dedico este trabajo a mi padre, aunque no estuvo mucho tiempo conmigo, es la mayor inspiración que he tenido y sé que estaría orgulloso de mí por cumplir esta meta. Se lo dedico a mi familia y a todas esas personas que de una u otra forma han aportado mucho o poco en mi crecimiento como profesional y como persona.

A mis madres, Mabel y Ledis, por todo el esfuerzo y amor que le han puesto a mi educación. Gracias por inculcarme todo lo que hoy soy, por esa frase que siempre repiten “la mejor herencia es la educación” que me enseñó a valorar todo lo que pueda aprender para la vida. Por enseñarme a servir al que lo necesite, por estar para mí en todos y cada uno de los momentos de mi vida, por esta y tantas cosas más, gracias mamá.

*A mi hermano por ser un ejemplo de esfuerzo y superación y ante todo por ser mi ejemplo a seguir.
Gracias por mucho.*

Amaury Andrés Ochoa Ochoa

Dedico este trabajo especialmente a mis padres, por creer en mí, por guiarme en la vida para crecer como persona, por todo el esfuerzo y apoyo incondicional durante toda mi carrera universitaria, por ser mi modelo a seguir y enseñarme el valor de la responsabilidad y el compromiso.

A mi hermana, Isabella, por ser mi fuente de inspiración para superarme cada día más, por siempre estar ahí para mí y tener paciencia cuando no pude estar presente.

A mi abuela, Blanca Mary Valencia, por ser una guerrera y enseñarme el valor que tiene la educación para la vida y por estar conmigo todo este tiempo.

A mis compañeros y amigos, por brindarme su apoyo, por las experiencias compartidas y por cada uno de los buenos momentos vividos.

Aura Alexandra Ramón Vanegas

AGRADECIMIENTOS

A la profesora Viviana Sánchez Torres por su orientación y apoyo brindado durante el todo el trabajo.

Al grupo de investigación Minero-Metalúrgicos y Ambiente (GIMBA) por permitirnos desarrollar los experimentos en su laboratorio y el préstamo de todos los equipos.

A Jorge Alberto Albarracín Arias y Juan Diego Carvajalino Olave por su apoyo y paciencia durante la etapa experimental de este proyecto.

A la financiación del trabajo de grado dada por la Vicerrectoría de Investigación y Extensión de la Universidad Industrial de Santander con el proyecto 5487 “Generación de energía eléctrica en celdas de combustibles microbianas a partir de efluentes de la extracción de aceite de palma empleando bacterias electrogénicas nativas”.

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	16
1. OBJETIVOS.....	19
1.1 OBJETIVO GENERAL	19
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
2. MARCO TEÓRICO	20
2.1 CELDA DE COMBUSTIBLE MICROBIANA.....	20
2.2 SUSTRATOS E INÓCULOS EMPLEADOS EN UNA CCM	21
2.3 pH Y CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA.....	22
2.4 EFICIENCIA CULOMBIMÉTRICA	22
2.5 CURVAS DE POLARIZACIÓN	23
3. METODOLOGÍA	25
3.1 SELECCIÓN Y RECOLECCIÓN DE MUESTRAS.....	25
3.2 ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL Y MONTAJE DE LAS CCM.....	26
3.3 INOCULACIÓN DE LAS CCM Y OPERACIÓN DE LAS CCM.....	27
3.5 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA.....	28
3.6 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA.....	29
4. RESULTADOS.....	31
4.1 GENERACIÓN DE VOLTAJE	31
4.2 CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA.....	34

4.2.1 pH.	34
4.2.2 Conductividad eléctrica.	36
4.3 ANÁLISIS DE REDUCCIÓN DE CARGA ORGÁNICA	37
4.4 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA.....	37
5. CONCLUSIONES	40
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	41
BIBLIOGRAFÍA.....	44
ANEXOS.....	47

LISTA DE TABLAS

Pág.

Tabla 1. Configuración de cada CCM.....28

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Estructura básica de una celda de combustible microbiana de dos cámaras.	21
Figura 2. Curvas de polarización para una CCM. a) Curva de polarización ideal para una celda de combustible biológica. b) Curva de polarización ideal para los electrodos de la celda.	24
Figura 3. Etapas del desarrollo experimental.	25
Figura 4. Montaje de una celda de combustible microbiana.	27
Figura 5. Generación de voltaje de las celdas sin inóculo (CN).	31
Figura 6. Generación de voltaje de las celdas inoculadas con lodos de oxidación de la laguna facultativa (CF).	32
Figura 7. Generación de voltaje de las celdas inoculadas con lodos de oxidación de la laguna metanogénica (CM).	33
Figura 8. Generación de voltaje de las celdas inoculadas con lodos secos (CS). .	34
Figura 9. pH inicial y final en la cámara anódica.	35
Figura 10. pH inicial y final en la cámara catódica.	36
Figura 11. Conductividad eléctrica en la cámara anódica.	37
Figura 12. Curva de polarización de celdas inoculadas con lodos de lagunas de oxidación secos.	39
Figura 13. Curva de densidad de potencia de celdas inoculadas con lodos de lagunas de oxidación secos.	39

LISTA DE ANEXOS

Pág.

Anexo A. Curvas de polarización polarización y curvas de densidad de potencia para cada configuración de las CCM.47

RESUMEN

TÍTULO: ESTUDIO PRELIMINAR PARA EL TRATAMIENTO DE EFLUENTES DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA EMPLEANDO CELDAS DE COMBUSTIBLE MICROBIANAS DE DOS CÁMARAS*

AUTORES: AMAURY ANDRÉS OCHOA OCHOA**; AURA ALEXANDRA RAMÓN VANEGAS**

PALABRAS CLAVE: Celda de combustible microbiana, efluentes del proceso de extracción de aceite de palma, tratamiento de aguas

DESCRIPCIÓN:

Se estudió el efecto del tipo de inóculo en celdas de combustible microbianas para el tratamiento de efluentes del proceso de extracción de aceite de palma. Como inóculos fueron usados lodos extraídos de las lagunas de oxidación facultativas y metanogénicas, así como los lodos removidos de las lagunas secados al aire libre en una planta extractora de aceite de palma del departamento de Santander. Como sustrato se utilizaron efluentes recolectados de la entrada al proceso de tratamiento de aguas de la empresa. La generación de voltaje alcanzó un promedio de 569 mV en 25 días de operación, una eficiencia culombimétrica de 27,21% y remoción de materia orgánica de 80%. En cuanto a la generación de energía, las celdas alcanzaron una densidad de potencia máxima promedio de 189,3 mW/m². Adicionalmente, la resistencia interna promedio de las celdas fue 445 Ω. Finalmente, se encontró que el tipo de inóculo no tuvo influencia en la generación de voltaje, la densidad de potencia máxima ni la resistencia interna. A pesar de lo anterior, se pudo comprobar que los inóculos naturales extraídos de las lagunas de oxidación de efluentes de extracción de aceite de palma son promisorios como técnica complementaria de tratamiento de efluentes del proceso de extracción de aceite de palma.

*Trabajo de grado

** Facultad de ingenierías Físico-Químicas. Escuela de ingeniería Química. Directora: Viviana Sánchez Torres Ing. Química Ph.D. en Ingeniería Química Codirector: Jorge Alberto Albarracín Arias Ing. Químico

ABSTRACT

TITLE: PRELIMINARY STUDY FOR THE TREATMENT OF EFFLUENTS OF THE PALM OIL EXTRACTION PROCESS USING MICROBIAL FUEL CELLS OF TWO CHAMBERS

AUTHORS: AMAURY ANDRÉS OCHOA OCHOA**; AURA ALEXANDRA RAMÓN VANEGAS**

KEY WORDS: Microbial fuel cell (MFC), palm oil mill effluent (POME), polarization curves, inner resistance, power density, current density, POME sludge.

DESCRIPTION:

We studied the effect of the type of inoculum in microbial fuel cells for the treatment of effluents from the palm oil extraction process. As inocula, sludge extracted from the facultative, methanogenic oxidation lagoons and sludge dried in the open-air removed from lagoons was used in a palm oil extraction plant in the department of Santander. Effluent collected from the entrance to the company water treatment process is used as substrate. The generation of voltage reached an average of 569 mV at 25 days of operation, a coulombimetrica of 27.21% and 80% organic matter removal efficiency. In terms of power generation, the cells reached a maximum average of 189.3 mW/m² density. Additionally, the average internal resistance of the cells was 445 Ω. Finally, it was found that the type of inoculum had no influence on voltage generation, maximum power density or internal resistance. In spite of the above, it was possible to verify that the natural inocula extracted from the oxidation lagoons of palm oil extraction effluents are promising as a complementary technique for the treatment of effluents from the palm oil extraction process.

*Degree Work

** Faculty of Engineering Physic-chemical. School of Chemical Engineering. Director Viviana Sánchez Torres Chemical Engineer Ph.D. Co-director Jorge Alberto Albarracín Arias Chemical Engineer

INTRODUCCIÓN

La actual demanda energética mundial sumada a la caída en los precios del petróleo ha despertado en la comunidad científica el interés de llevar a cabo investigaciones para el desarrollo y posterior uso de nuevas energías que complementen las ya utilizadas. El uso de Celdas de Combustible Microbianas (CCM) se ha convertido en una alternativa de estudio prometedora que consiste en el aprovechamiento del metabolismo de bacterias electrogénicas utilizando diferentes sustratos para obtener energía eléctrica en una celda electroquímica.

Existen diferentes configuraciones para las celdas de combustible. En este estudio se trabajó con celdas de combustible de doble cámara las cuales consisten en una cámara anódica conformada por un electrodo y un anolito que contiene un donador de electrones, y una cámara catódica que está compuesta por un electrodo y un catolito que funciona como aceptor de electrones. Estas cámaras están conectadas por una membrana de intercambio catiónico y un conductor eléctrico conecta los dos electrodos.

La producción de energía eléctrica utilizando microorganismos en celdas de combustible microbianas es una nueva tecnología renovable [1][2] y cuya huella de carbono es mínima [3]. Estas celdas convierten la energía química disponible en los sustratos orgánicos utilizando bacterias que funcionan como biocatalizadores en la oxidación de los sustratos para producir energía eléctrica [4]. Por lo tanto, las CCM buscan aportar a la solución de dos problemáticas: el tratamiento de las aguas residuales y la generación de energía eléctrica.

Colombia es uno de los mayores productores de aceite de palma del mundo [5]. La legislación colombiana indica un límite máximo para la demanda química de oxígeno (DQO) para los efluentes industriales. Los métodos de tratamiento de los efluentes de la extracción de aceite de palma reducen el contenido de materia orgánica en un 95%, pero algunas veces no son suficientes para cumplir con dicha legislación [6].

En un esfuerzo por mejorar el tratamiento de residuos, investigaciones recientes se centran en buscar procedimientos que mitiguen su carga orgánica.

La aplicación de celdas de combustible microbianas de dos cámaras para el tratamiento de efluentes del proceso de extracción de aceite de palma no se ha llevado a cabo a escala industrial. Pese a esto, a nivel de laboratorio se han realizado estudios con el fin de optimizar la generación de energía eléctrica en la celda.

Baranitharan et al. trabajaron con una celda de combustible de dos cámaras para tratar desechos del proceso de extracción de aceite de palma para incrementar la generación de energía utilizando un inóculo controlado consistente de microorganismos como *Pseudomonas aeruginosa*, *Azospira oryzae*, *Acetobacter peroxydans* y *Solimonas variicoloris* aislados de los lodos anaerobios de la planta de tratamiento de las aguas residuales del aceite de palma, así como de la biopelícula del ánodo de la CCM operada con dichos lodos. La celda operó con un ánodo de fieltro de carbono con poliacrilonitrilo en presencia de oxígeno y se obtuvo una densidad de potencia máxima de 107,35 mW/m², la cual fue dos veces mayor comparada con una CCM que utiliza como inóculo el lodo anaerobio. La máxima eficiencia coulombimétrica mostrada por la celda fue de 74%, y 24% la obtenida con el lodo anaerobio. Sin embargo, al utilizar este tipo de inóculo se redujo la degradación de materia orgánica a 32% reflejada en una remoción menor de la demanda química de oxígeno (DQO) comparada con el uso de lodos anaerobios que logró una remoción del 70%. Los resultados obtenidos a partir de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS) demuestran que la generación de energía eléctrica aumenta significativamente utilizando inóculos controlados [7].

Nor et al. utilizaron una CCM de doble cámara construida para investigar el uso de microflora presente en los lodos del aceite de palma vs. una cepa bacteriana aislada del mismo lodo como inóculos para la generación de energía. Se utilizó como

sustrato el efluente final de la extracción esterilizado y sin adición de nutrientes. La celda inoculada con cultivo mixto mostró una máxima densidad de potencia de 85,11 mW/m^2 y una densidad de corriente de 81,12 mA/m^2 . Con la cepa aislada, *Pseudomonas aeruginosa* ZH1 se logró una densidad de potencia de 451,26 mW/m^2 y una densidad de corriente de 654,90 mA/m^2 [8], lo cual indica que bajo esas condiciones las cepas aisladas tienen una generación de energía mayor que los cultivos mixtos.

En este trabajo de grado se buscó seleccionar un inóculo natural para el tratamiento de efluentes de la extracción de aceite de palma en CCM y evaluar su desempeño en la generación de energía eléctrica y remoción de carga orgánica

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Evaluar el efecto del tipo de inóculo sobre la generación de energía eléctrica en celdas de combustibles microbianas de dos cámaras para el tratamiento de efluentes de la extracción de aceite de palma.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar la capacidad de generación de energía eléctrica en CCM de dos cámaras utilizando efluentes del proceso de extracción de aceite de palma como sustrato y tres tipos diferentes de inóculos naturales.
- Caracterizar las celdas de combustible microbianas mediante curvas de polarización.
- Evaluar la degradación de materia orgánica en la CCM que genere mayor voltaje.

2. MARCO TEÓRICO

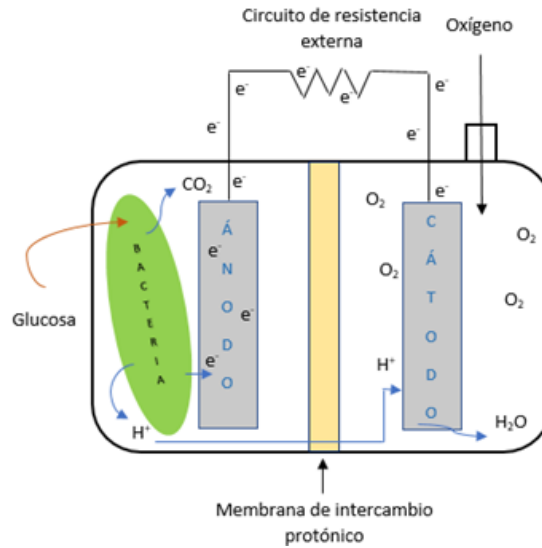
2.1 CELDA DE COMBUSTIBLE MICROBIANA

Una celda de combustible microbiana (CCM) es un dispositivo cuya finalidad es convertir energía química presente en un sustrato a energía eléctrica utilizando microorganismos [9]. Esto sucede debido a que los electrones producidos a partir de la actividad metabólica generada por los microorganismos se transfieren a un electrodo llamado ánodo. Desde ahí, los electrones se desplazan hacia un electrodo (cátodo) debido a una diferencia de potencial. Las celdas de combustible microbianas pueden adoptar diferentes configuraciones, es decir, distintas formas y diseños de disponer sus componentes, con el fin de mejorar el rendimiento de la celda. Se han desarrollado configuraciones como una celda de una cámara o de dos, sistemas en paralelo o en serie, entre otros. El sistema de operación puede ser en modo continuo, semi-continuo o por lotes [10].

Generalmente la estructura básica de una CCM consta de dos cámaras separadas entre sí por una membrana de intercambio catiónico. Hay una cámara anaeróbica la cual contiene la materia orgánica (sustrato), este se oxida en la cámara anódica transfiriendo electrones al ánodo. Una vez el ánodo capta los electrones, éstos se mueven al cátodo mediante un circuito externo debido a una diferencia de potencial.

Simultáneamente, en la cámara anódica se generan protones debido a la reacción de oxidación del sustrato, los cuales atraviesan una membrana de intercambio catiónico trasladándose a la cámara catódica [11]. En la cámara catódica se emplea una solución de un aceptor de electrones, uno de los más utilizados es ferricianuro de potasio $K_3[Fe(CN)_6]$, se ha comprobado experimentalmente que puede aumentar la densidad de potencia 1,5 a 1,8 veces más que utilizando aire con platino como catalizador [12]. La Figura 1 muestra la estructura básica de una CCM de dos cámaras.

Figura 1. Estructura básica de una celda de combustible microbiana de dos cámaras.



El material separador de las cámaras es una membrana de intercambio catiónico, la cual es semipermeable, diseñada para conducir cationes mientras actúa como barrera reactiva, es el material que separa las soluciones de las dos cámaras de la celda de combustible microbiana permitiendo la transferencia de cargas positivas, como protones desde la cámara anódica hacia la cámara catódica [12].

El ánodo es el electrodo ubicado en la cámara anódica de la CCM, en este ocurre una reacción de oxidación. El material del electrodo debe tener algunas características, debe ser altamente conductivo, no corrosivo, alta porosidad, entre otros. Además, es necesario que el ánodo facilite la actividad microbiana, la formación de una biopelícula sobre la superficie y debe ser químicamente estable con el fin de evitar reacciones secundarias no deseadas [13].

2.2 SUSTRATOS E INÓCULOS EMPLEADOS EN UNA CCM

El sustrato es el medio del cual se alimentan los microorganismos inoculados en la cámara anódica, los sustratos pueden ser compuestos puros o mezclas complejas

de materia orgánica [9]. Entre los sustratos de composición no definida se encuentran residuos orgánicos o efluentes industriales.

Los microorganismos inoculados, son microorganismos electrógenos los cuales actúan como generadores de energía eléctrica. El inóculo puede provenir de un sistema aerobio como lodos activados, aguas residuales industriales o domésticas, lodos anaerobios, entre otros [11].

Para la CCM de este trabajo como inóculo se emplean lodos de lagunas de oxidación (facultativa y metanogénica) y como sustrato se aprovechan efluentes del proceso de extracción de aceite de palma, los cuales presentan una composición no definida.

2.3 pH Y CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

El pH de cada cámara de la celda es un factor importante en el comportamiento de la celda de combustible microbiana, para la cámara anódica es necesario mantener un pH neutro, con el fin de conservar las condiciones óptimas ambientales para la actividad microbiana. En la cámara catódica el pH puede variar según los procesos que se lleven a cabo en ella. La conductividad eléctrica es una medida de la propiedad que poseen las soluciones para conducir la corriente eléctrica, esta depende de la presencia de iones, movilidad, su concentración y de la temperatura de la medición. El análisis de la conductividad eléctrica sirve para evaluar el efecto de la concentración de los iones en el desempeño de la CCM [14].

2.4 EFICIENCIA CULOMBIMÉTRICA

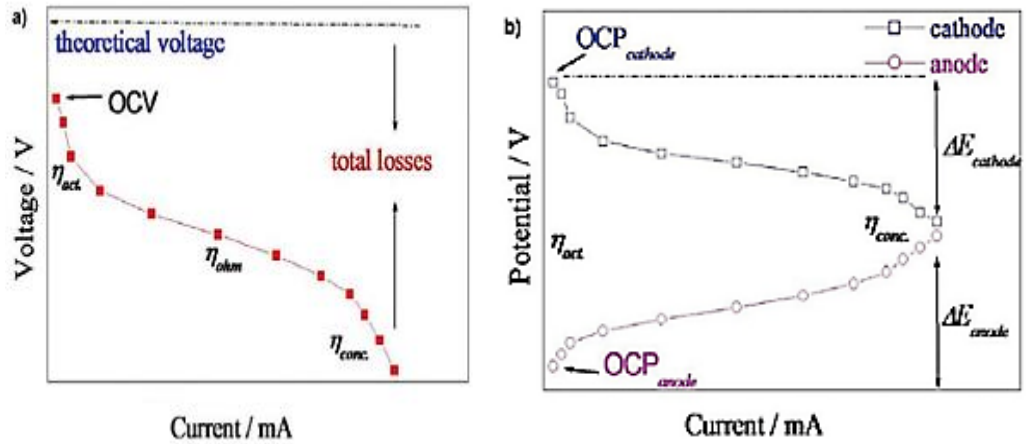
La eficiencia culombimétrica es un factor que permite obtener la fracción de energía eléctrica que se puede generar en una celda de combustible microbiana a partir de un sustrato determinado. La eficiencia culombimétrica se determina mediante la razón entre la carga generada y la carga teórica presente en el sustrato de la cámara anódica [9].

2.5 CURVAS DE POLARIZACIÓN

La curva de polarización representa el voltaje en función de la densidad de corriente. La curva se obtiene al someter la celda a resistencias de cargas variables, sobre las cuales se mide el voltaje y se determina la corriente. Para realizar la curva de polarización, es necesario que la celda alcance un estado estacionario debido a que las concentraciones del sustrato cambian a lo largo del tiempo. Estas curvas suelen emplearse para estimar la resistencia interna de la CCM mediante la pendiente de la curva o para determinar las variaciones en las densidades de potencia [14].

En la Figura 2 se muestran las curvas de polarización ideales para una CCM, la curva se divide en tres zonas: sobrepotencial por transferencia de carga, sobrepotencial óhmico y sobrepotencial por transferencia de masa. La zona de pérdidas por transferencia de carga (η_{act}) está localizada en la región de corrientes bajas generada por la irreversibilidad de las reacciones que tienen lugar en los electrodos, por lo que depende de los materiales de estos, la biopelícula y las condiciones de operación. La zona de sobrepotencial óhmico (η_{ohm}), se ubica en las zonas de corrientes medias, es ocasionada por las resistencias iónicas en el electrolito, la membrana y las resistencias eléctricas existentes en los electrodos y en el circuito externo y la zona de sobrepotencial por transferencia de masa (η) está localizada en la región de corrientes altas debido a los cambios en la concentración en la interfaz de la superficie del electrodo y la solución de la cámara, estas pérdidas son afectadas por la naturaleza de los reactantes y productos restantes [15].

Figura 2. Curvas de polarización para una CCM. a) Curva de polarización ideal para una celda de combustible biológica. b) Curva de polarización ideal para los electrodos de la celda.

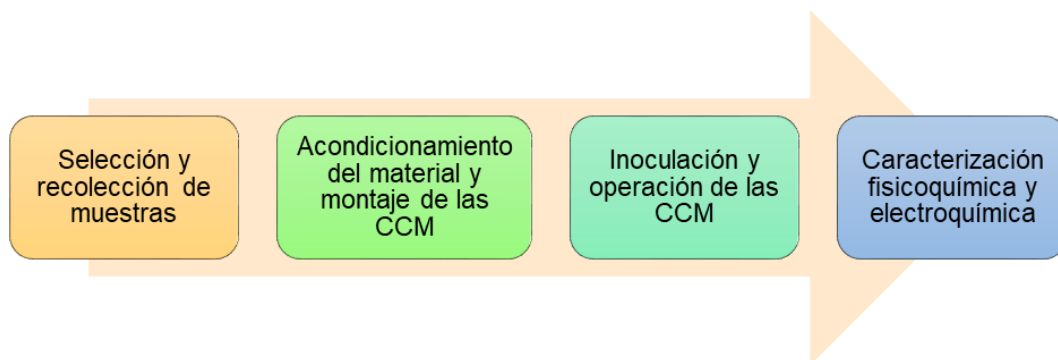


Fuente: ZHAO, Feng; SLADE, Robert y VARCOE, John. Techniques for the study and development of microbial fuel cells: an electrochemical perspective.

3. METODOLOGÍA

En la Figura 3 se muestra un esquema de las etapas metodológicas seguidas para el desarrollo de este trabajo.

Figura 3. Etapas del desarrollo experimental.



3.1 SELECCIÓN Y RECOLECCIÓN DE MUESTRAS

Las muestras de efluente y lodos fueron obtenidas de la planta Palmeras de Puerto Wilches S.A. ubicada en el departamento de Santander. Se hizo muestreo de efluentes a la entrada del proceso de tratamiento de aguas residuales de la empresa, el cual presenta un DQO de aproximadamente 63000 mg-O₂ /L y fue usado como sustrato, mientras que las muestras de inóculo fueron lodos tomados de las lagunas de oxidación de los efluentes. Se extrajo una muestra de las lagunas de oxidación facultativas, otra de las anaerobias metanogénicas y una muestra de lodos secos los cuales corresponden a lodos extraídos de las lagunas y acumulados en pilas al aire libre. Las muestras se almacenaron en recipientes de plástico estériles a 4°C.

3.2 ACONDICIONAMIENTO DEL MATERIAL Y MONTAJE DE LAS CCM

Para la preparación de las celdas, se cortaron alambres de titanio de 15 cm de longitud, se lijaron con el fin de retirar la corrosión que pudieran presentar. Los alambres, tapones y las cámaras de cada celda se esterilizaron a 121 °C y 15 psi durante 15 minutos en una autoclave.

Se utilizó fieltro de carbono como electrodos en ambas cámaras de la celda. Se realizaron cortes en forma de rectángulos con medidas de 1,5 cm x 4 cm. Los electrodos se lavaron con agua destilada y se secaron por 2 horas a una temperatura de 110 °C. Posteriormente, se sumergieron en metanol durante 5 minutos. Se enjuagaron con abundante agua destilada y se llevaron a 450°C en un horno durante 30 minutos. Finalmente, se dejaron enfriar en un desecador hasta temperatura ambiente [16].

La membrana de intercambio catiónico utilizada en cada celda fue de polietileno estireno-divinilbenceno (Hangzhou LvHe Environmental Protection Technology Co., China) de 5 cm x 5.5 cm. Las membranas se sumergieron 1 hora en agua destilada y posteriormente en una solución de H₂SO₄ al 3% v/v por 24 h. Por último, se lavaron nuevamente en agua destilada estéril por 1 hora.

Para el montaje (Figura 4), se construyó una celda de combustible usando dos recipientes de vidrio de 165 mL con apertura lateral. Se colocaron los electrodos en las tapas de cada cámara unidos a alambre de titanio como conductor de electrones. En medio de las aperturas laterales se posicionó la membrana de intercambio protónico con un área de 5 x 5,5 cm previamente tratada. Como anolito se utilizó una solución de efluente con DQO 1064 mg O₂/L y solución buffer de fosfato (PBS) 0,05 M. El catolito está compuesto por una solución de ferricianuro de potasio 0,1 M y PBS 0,05 M.

Figura 4. Montaje de una celda de combustible microbiana



3.3 INOCULACIÓN DE LAS CCM Y OPERACIÓN DE LAS CCM

En la cámara anódica se adicionó como inóculo 1 mL de cada uno de los tres tipos de lodos utilizando jeringas estériles de 3 mL mezclando el anolito hasta lograr la homogeneidad. Posteriormente se tomaron muestras de 10 mL y se almacenaron a 4°C. Durante el experimento, se utilizaron 8 celdas con 4 configuraciones diferentes y su respectiva replica (Tabla 1).

Para monitorear el voltaje de la celda en el tiempo se empleó un sistema de adquisición de datos constituido por un procesador ARDUINO UNO y convertidores ADS1115; para controlar el dispositivo, procesar, visualizar y almacenar los datos se utilizó MATLAB. Se conectó una resistencia externa de 1000 Ω en el dispositivo para cada celda. La celda operó en modo batch, los datos se tomaron de manera continua cada 10 segundos hasta que el voltaje de la celda disminuyó a 70 mV. Al finalizar cada ciclo, se tomaron muestras de la cámara anódica y el contenido de ambas cámaras fue reemplazado por soluciones nuevas. Todos los experimentos fueron llevados a cabo a temperatura ambiente.

Tabla 1. Configuración de cada CCM.

Inóculo	Celda
Celdas inoculadas con lodos de laguna de oxidación facultativa (CF)	CF1
	CF2
Celdas inoculadas con lodos de laguna de oxidación metanogénica (CM)	CM1
	CM2
Celdas inoculadas con lodos secos (CS)	CS1
	CS2
Celdas sin inóculo (CN)	CN1
	CN2

3.5 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA

Se tomaron muestras de cada una de las celdas al inicio y final de cada ciclo con el fin de medir el cambio en el pH y la conductividad eléctrica. El pH de cada muestra fue medido utilizando un pH-metro HI 2211 (Hanna, Italia). La conductividad eléctrica se midió utilizando un conductímetro C18 (Metrohm, Suiza). Finalmente, se realizó un análisis de DQO a la celda que generó mayor voltaje, el análisis de DQO se realizó siguiendo el método Titrimétrico- Reflujo Cerrado/SM 5220 C (Laboratorio Químico de Consultas Industriales, Colombia).

3.6 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA

La eficiencia coulombimétrica se determinó mediante la razón entre la carga generada y la carga teórica presente en el sustrato de la cámara anódica, para una mezcla compleja de sustrato se utilizó la demanda química de oxígeno (DQO) como parámetro para medir las concentraciones de sustrato, se utilizaron las siguientes ecuaciones para hallar la eficiencia:

$$EC = \frac{C_p}{C_{ti}} * 100 \quad (\text{Ec.1})$$

$$C_p = 8 * \int_0^{t_b} I dt \quad (\text{Ec.2})$$

$$C_{ti} = F * v_{an} * \Delta DQO \quad (\text{Ec.3})$$

donde C_p es la cantidad de Coulombs recuperados, se halla del área bajo la curva de la corriente en función del tiempo de operación de la celda y C_{ti} es el total de Coulombs en el sustrato, depende de la constante de Faraday (F), el cambio de la demanda química de oxígeno en un ciclo y el volumen de la solución en la cámara anódica (v_{an}) [9].

Se realizó el cálculo de la eficiencia de remoción de DQO mediante la siguiente ecuación:

$$\eta_{DQO} = \frac{DQO_i - DQO_f}{DQO_i} * 100 \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde DQO_i es la demanda química de oxígeno inicial y DQO_f es la demanda química de oxígeno final para un ciclo, ambas en unidades de mg-O₂/L.

Las curvas de polarización fueron elaboradas luego de conectar las celdas en circuito abierto implementando resistencias externas y cambiando su valor manualmente en intervalos de 20 minutos. Se utilizaron resistencias de 5100, 4700,

3300, 2000, 1000, 680, 510, 470, 330, 270, 220, 200, 150, 100, 47, 22 y 10 Ω . Se midieron datos de voltaje, con la ley de Ohm se calcularon las intensidades de corriente y conociendo las dimensiones de electrodo se calcularon las densidades de corriente y de potencia correspondientes a cada resistencia de acuerdo a las siguientes ecuaciones:

$$V = I * R \quad (\text{Ec. 5})$$

$$j = \frac{I}{S_{\text{electrodo}}} \quad (\text{Ec. 6})$$

$$P = V * I \quad (\text{Ec. 7})$$

$$\delta P = \frac{P}{S_{\text{electrodo}}} \quad (\text{Ec. 8})$$

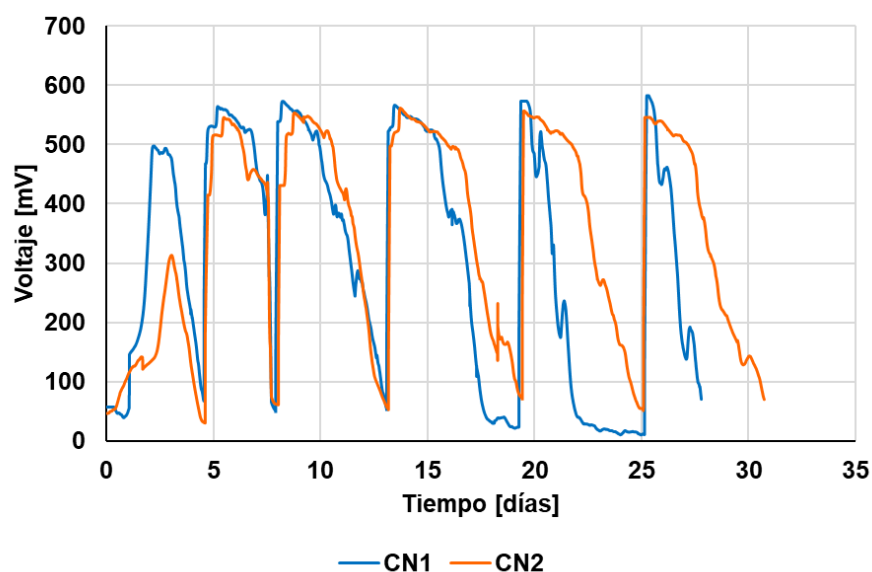
donde V es el voltaje de la celda, I es la corriente y R es la Resistencia externa utilizada. j representa la densidad de corriente, $S_{\text{electrodo}}$ es el área superficial de electrodo, P es la potencia calculada y δP representa la densidad de potencia calculada.

4. RESULTADOS

4.1 GENERACIÓN DE VOLTAJE

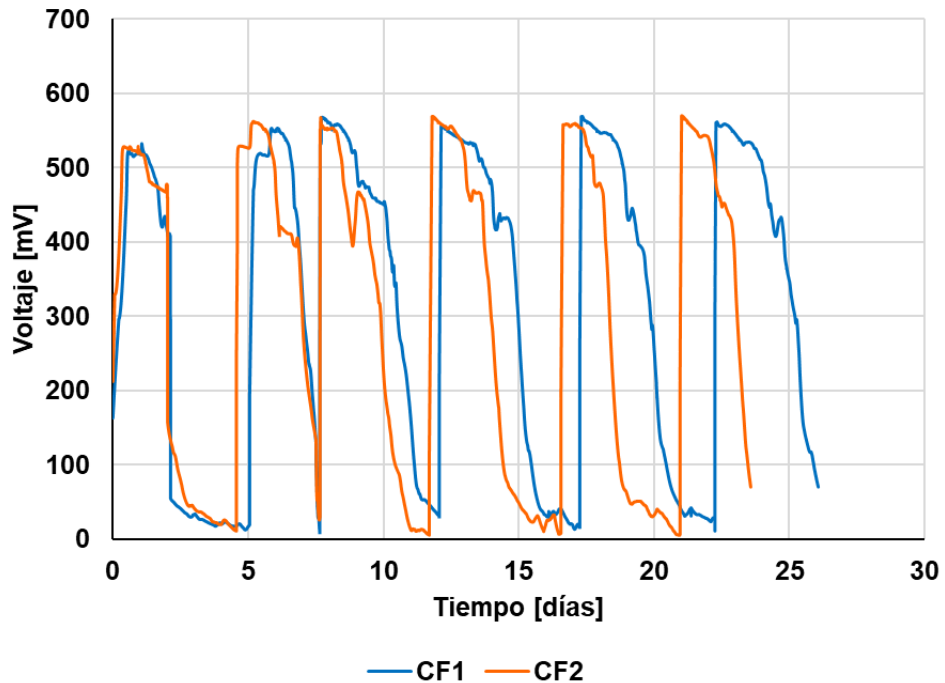
La generación de voltaje a través de la resistencia externa fue registrada durante seis ciclos con el fin de garantizar la repetibilidad y la estabilidad de los electrodos. Todas las celdas operaron en ciclos de aproximadamente 5 días, lo que indica que el tipo inóculo no afecta el tiempo de estabilización de la celda. Las celdas sin inóculo fueron seleccionadas como grupo de control, obtuvieron un voltaje máximo promedio de $564 \pm 18\text{mV}$ en un tiempo de operación de 26 días (Figura 5).

Figura 5. Generación de voltaje de las celdas sin inóculo (CN).



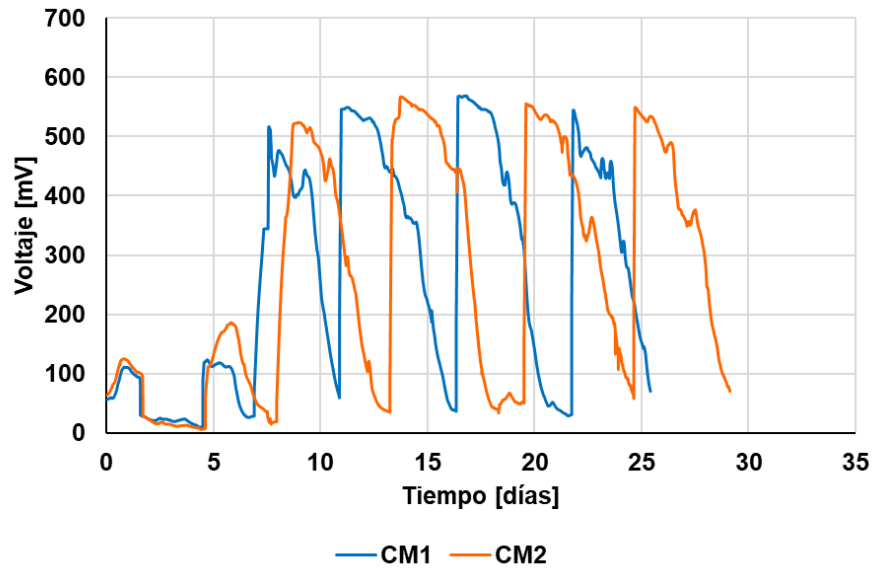
Las celdas inoculadas con lodos de laguna de oxidación facultativa tuvieron un voltaje máximo promedio de $566 \pm 4\text{ mV}$ en un tiempo de estabilización de aproximadamente 22 días. En la Figura 6, se puede observar que, desde el inicio de la operación presentaron valores similares al valor máximo obtenido para las mismas indicando mayor actividad electrogénica en dichos lodos.

Figura 6. Generación de voltaje de las celdas inoculadas con lodos de oxidación de la laguna facultativa (CF).



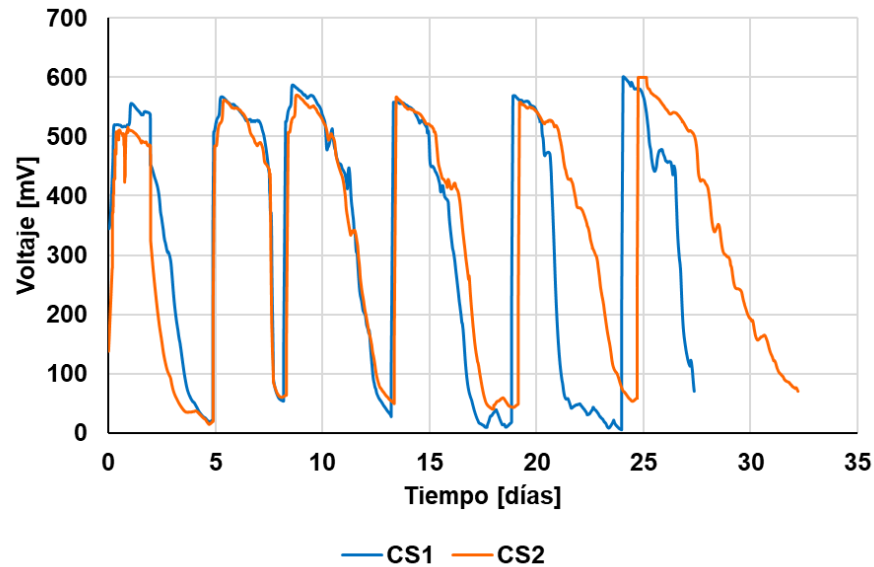
Durante el primer ciclo de las celdas inoculadas con lodos de la laguna de oxidación metanogénica (Figura 7), la generación de voltaje fue baja e inestable posiblemente debido a microorganismos metanogénicos activos provenientes del inóculo los cuales consumen el sustrato, pero no generan energía eléctrica. En el tercer ciclo se reflejó un aumento considerable del voltaje indicando la adaptación de microorganismos electrógenos. El voltaje máximo promedio alcanzado para las CM fue de 547 ± 2 mV en un tiempo promedio de 24 días de operación.

Figura 7. Generación de voltaje de las celdas inoculadas con lodos de oxidación de la laguna metanogénica (CM).



En la Figura 8, se muestra la operación de las celdas inoculadas con lodos secos, se pudo ver que las celdas lograron un voltaje máximo promedio de $600,6 \pm 0,5$ mV en 24 días.

Figura 8. Generación de voltaje de las celdas inoculadas con lodos secos (CS).

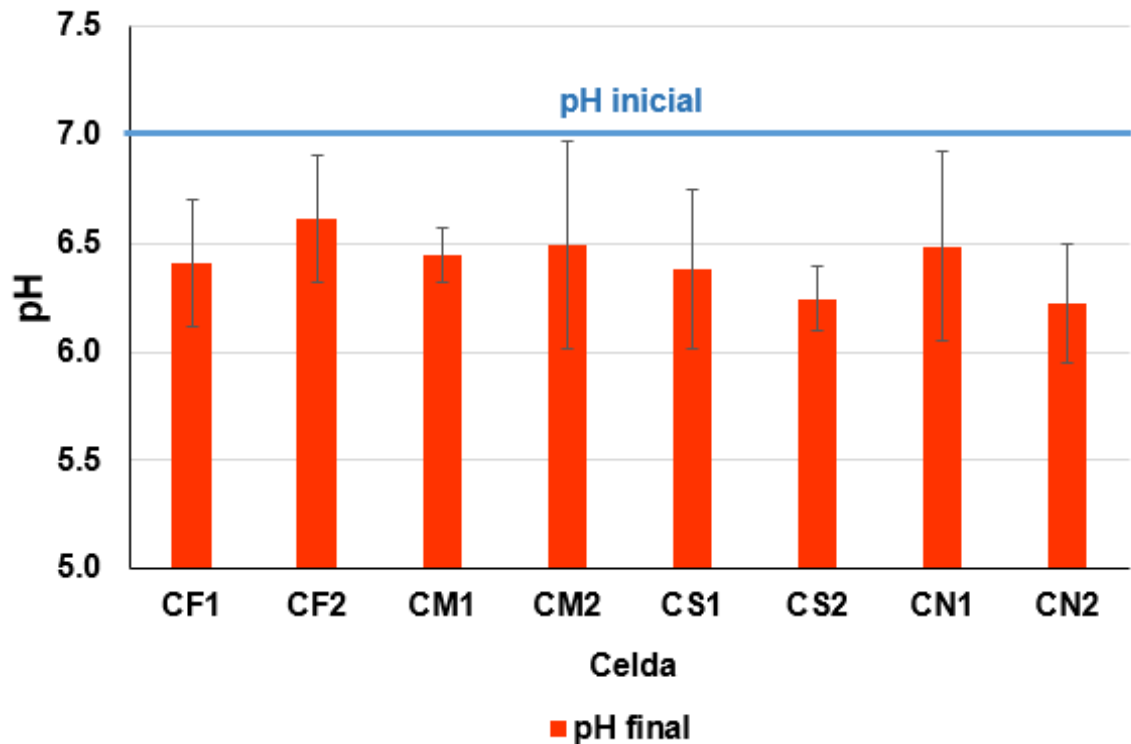


4.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA

4.2.1 pH.

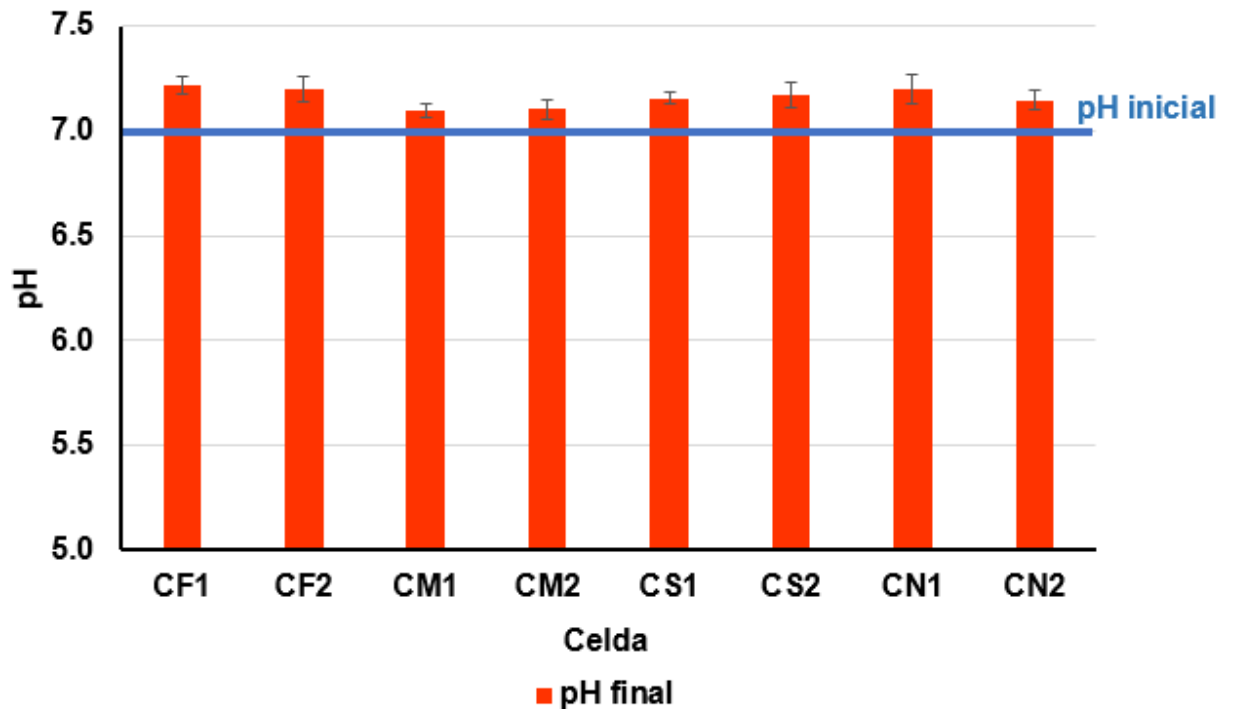
El pH de la cámara catódica y de la cámara anódica es fundamental para el desempeño de la celda. Es necesario mantener un pH neutro en la cámara anódica con el fin de mantener las condiciones óptimas para la actividad microbiana. En la Figura 9, se muestra el promedio del pH inicial y final de la cámara anódica para los seis ciclos de las diferentes configuraciones de las celdas. La cámara anódica se alimentó con una solución de efluente de aceite de palma, se ajustó el pH con buffer de fosfato (PBS) al 0,05 M y se inoculó dependiendo de su configuración. El pH promedio final para todas las celdas fue de $6,4 \pm 0,3$ indicando una ligera acidificación con la actividad metabólica de los microorganismos.

Figura 9. pH inicial y final en la cámara anódica.



En la Figura 10 se muestra el promedio del pH inicial y final en la cámara catódica de los seis ciclos para las diferentes configuraciones de las celdas. El pH promedio final para todas las celdas estuvo en $7,16 \pm 0,05$. Para garantizar la transferencia de protones de una cámara a otra es importante que la diferencia de pH sea mínima entre ambas cámaras [14]. La diferencia de pH promedio entre ambas cámaras fue de 0,75 lo que sugiere que el pH estuvo en niveles que no afectaron la operación de la celda.

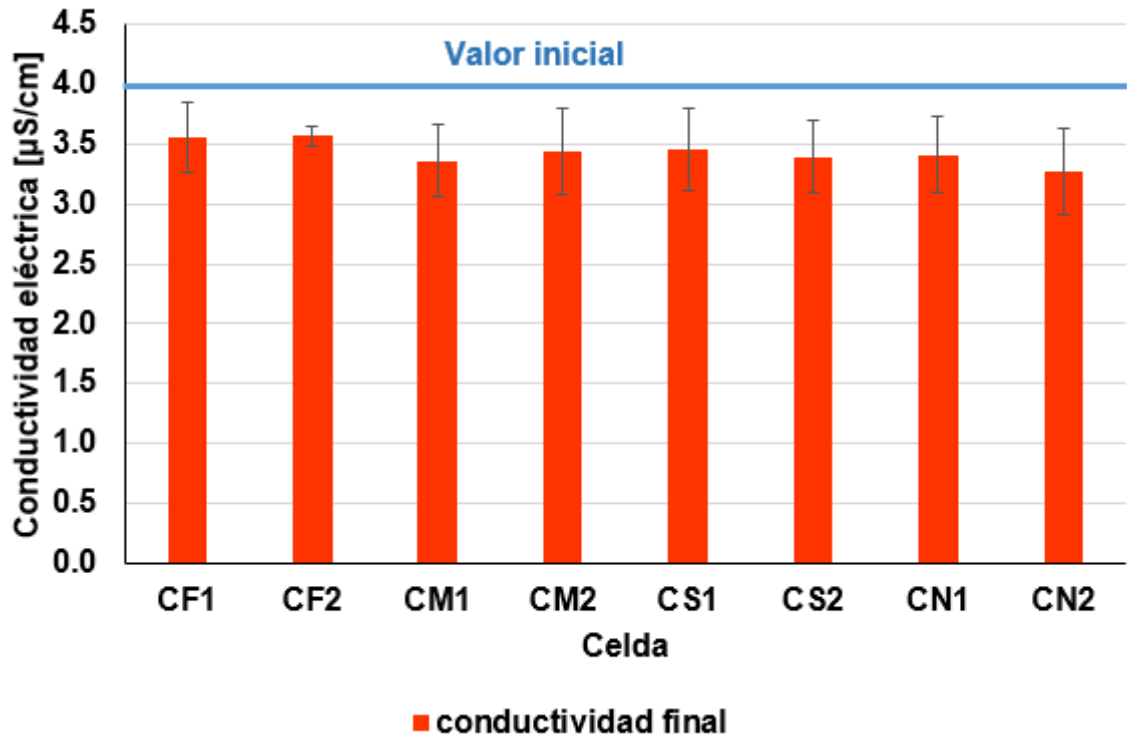
Figura 10. pH inicial y final en la cámara catódica.



4.2.2 Conductividad eléctrica.

La conductividad eléctrica es una medida de la propiedad que poseen las soluciones acuosas para conducir la corriente eléctrica. En la Figura 10 se muestra el promedio de la conductividad eléctrica inicial y final de los seis ciclos para cada configuración de las celdas. La conductividad eléctrica depende de la temperatura de medición, por lo tanto, se tomó una temperatura de 25 °C como referencia para el análisis. Al inicio de los ciclos se alcanzaron valores de conductividad de 4,0 $\mu\text{s}/\text{cm}$, estos valores de conductividad son buenos para el desempeño de la celda, al finalizar los ciclos se obtuvo un valor de $3,4 \pm 0,1 \mu\text{s}/\text{cm}$. La conductividad disminuyó en promedio un 15% luego de cada ciclo, por lo que no representa un cambio que afecte significativamente el desempeño de las celdas.

Figura 11. Conductividad eléctrica en la cámara anódica.



4.3 ANÁLISIS DE REDUCCIÓN DE CARGA ORGÁNICA

Se calculó el porcentaje de remoción de materia orgánica con el cambio de la DQO para la celda inoculada con lodos secos, la cual generó un voltaje máximo de 601 mV una vez estabilizada después de 22 días de operación. Se alcanzó un porcentaje de remoción de materia orgánica de 79,55% ligeramente mayor que el 74% lo reportado previamente por Baranitharan et al [7].

4.4 CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA

Las celdas inoculadas con lodos secos obtuvieron una eficiencia coulombimétrica de 27,21%, lo cual significa la relación entre el total de Coulombs transferidos del sustrato al ánodo y el máximo posible de Coulombs que se podrían transferir si todo

el sustrato produjese corriente. Comparando con el trabajo de Baranitharan et al. [7], el cual obtuvo un valor máximo de eficiencia coulombimétrica de 24% con lodos anaerobios, se puede decir que con lodos secos se logró un 3,21% mayor utilizando efluente de aceite de palma como sustrato.

La Figura 11 y la Figura 12 muestran las curvas de polarización y de densidad de potencia para las celdas inoculadas con lodos extraídos de la laguna facultativa, el resto de las curvas de las diferentes configuraciones se encuentran en el Anexo A. A partir de la curva de polarización de densidad de potencia se obtuvieron las resistencias internas de cada celda, así como sus densidades de potencial máximas y las densidades de corriente correspondientes. A partir de una regresión lineal de dicha curva en la zona de pérdida óhmica, los valores de resistencia máxima para CF, CM, CS y CN fueron 538,6 Ω ; 431,7 Ω ; 408,7 Ω y 398,6 Ω , respectivamente. Por lo anteriormente mencionado, se puede decir que las celdas inoculadas con lodos de laguna facultativa presentan una menor resistencia a la transferencia electrónica.

Además, se pudo observar las densidades de potencia máximas calculadas para los diferentes experimentos realizados, en las cuales se evidenció que, aunque hay una mayor generación de voltaje para las celdas inoculadas, la densidad de potencia es similar a la de las celdas no inoculadas. CF, CM y CS alcanzaron densidades de potencia máximas de 170; 195,6 y 196,4 mW/m^2 asociadas a densidades de corriente de 377,9; 405,4 y 406,1 mA/m^2 ; y CN registró un promedio de 195,5 mW/m^2 y 404,8 mA/m^2 . Los valores obtenidos son mayores a los registrados por Nor et al. [8], que fueron de 85,11 mW/m^2 y 91,12 mA/m^2 . Aun teniendo en cuenta esto, se pudo determinar que el tipo de inóculo no tiene efecto en la densidad de potencia máxima de la celda.

Figura 12. Curva de polarización de celdas inoculadas con lodos de lagunas de oxidación secos.

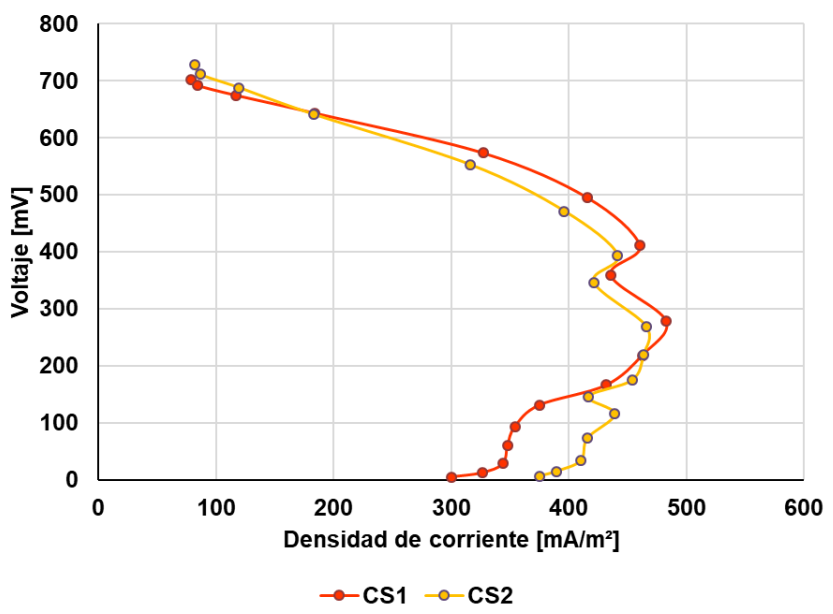
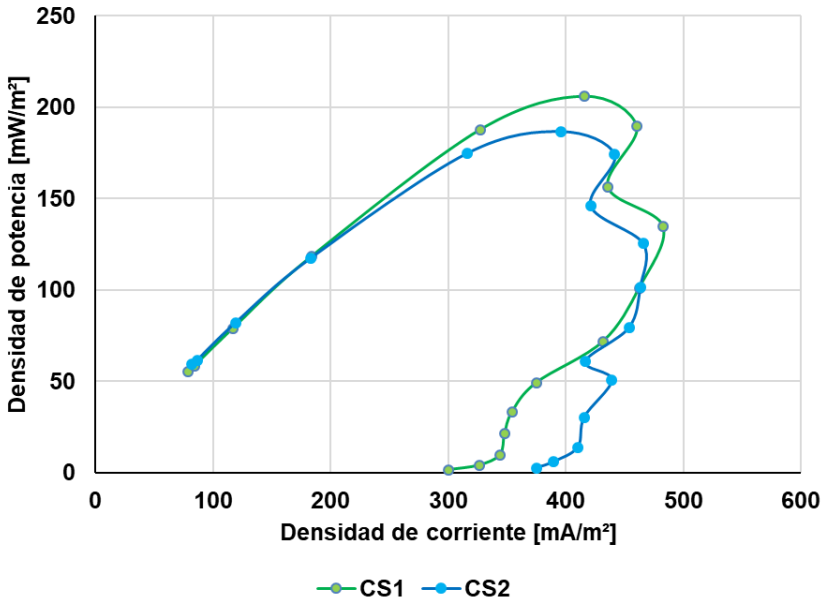


Figura 13. Curva de densidad de potencia de celdas inoculadas con lodos de lagunas de oxidación secos.



5. CONCLUSIONES

El tipo de inóculo no tuvo influencia en el voltaje máximo, la densidad de potencia máxima y la resistencia interna de la celda. A pesar de esto, es posible generar energía eléctrica a partir de efluente de extracción de aceite de palma de una empresa santandereana empleando celdas de combustible microbianas de dos cámaras utilizando consorcios naturales como inóculo. El voltaje máximo y la potencia máxima alcanzada por las celdas fue de 569 mV y 189,3 mW/m². La resistencia interna promedio de las celdas fue 445 Ω .

La remoción de materia orgánica obtenida para las celdas inoculadas con lodos secos fue del 80%, lo cual indica que las CCM tienen potencial como un sistema complementario de tratamiento de los efluentes de la extracción de aceite de palma.

La eficiencia culombimétrica obtenida para las celdas inoculadas con lodos secos (27,21%) fue similar a la registrada por la literatura para lodos anaerobios. Su valor es bajo probablemente debido a la presencia en el ánodo de microorganismos no electrogénicos que utilizan la materia en el efluente como alimento.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] HAOYU, Eileen; CHENG, Shaoan; SCOTT, Keith; LOGAN, Bruce. Microbial fuel cell performance with non-Pt cathode catalysts. En: *Journal of Power Sources* 2007; vol 171, p. 275-281.

[2] LOVLEY, Derek. Microbial fuel cells: novel microbial physiologies and engineering approaches. En: *Current Opinion in Biotechnology*, 2006; vol 17, p. 327–332.

[3] SALGADO, Carlos Andres. Microbial fuel cells powered by *Geobacter sulfurreducens*. En: *Basic Biotechnology eJournal*, 2009, vol. 5, no 1, p. 96-101.

[4] SCHWARTZ, Kelly. Microbial fuel cells: design elements and application of a novel renewable energy source. En: *Basic Biotechnology eJournal*, 2007, vol. 3, no 1, p. 20-27.

[5] KUMAR, Karthigayen. El aceite de palma en el mercado global y sus oportunidades en Estados Unidos. En: *Palmas.*, 2016, vol 37 (Especial Tomo II), pp. 319-321.

[6] DÍAZ ORTEGA, Rafael & VEGA SANCHEZ, Julio Cesar. Efecto de la variación de la carga orgánica en el desempeño de un reactor UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) tratando efluentes de una planta extractora de aceite de palma. En: *Rev. Ambiente agua, aire y suelo*, 2013 vol. 4, p. 23–32.

[7] BARANITHARAN, E.; KHAN, Maksudur R.; YOUSUF, Abu; TEO, Wee Fei Aron, TAN, Geok Yuan Annie; & CHENG, Chin Kui. Enhanced power generation using controlled inoculum from palm oil mill effluent fed microbial fuel cell. En: *Fuel*,

2015, Vol. 143, p. 72–79.

[8] NOR, Muhamad Hanif Md; MUBARAK, Mohd Fahmi Muhammad; ELMI, Hassan Sh Abdirahman; IBRAHIM, Norahi; WAHAB, Mohd Firdaus Abdul y IBRAHIM, Zaharah. Bioelectricity generation in microbial fuel cell using natural microflora and isolated pure culture bacteria from anaerobic palm oil mill effluent sludge. En: *Bioresource Technology*, 2015, vol. 190, p. 458-465.

[9] REVELO, Dolly; HURTADO, Nelson y RUIZ Jaime. Celdas de combustibles microbianas (CCMS): Un reto para la remoción de materia orgánica y la generación de energía eléctrica. En: *Información tecnológica*, 2013, vol.24 no.6., p. 17-28.

[10] DAVIS, Frank y HIGSON, Séamus. Biofuel cells--Recent advances and applications. En: *Biosensors and Bioelectronics*. 2007, vol. 22 p. 1224-1235.

[11] RABAEY, Korneel y VERSTRAETE, Willy. Microbial fuel cells: novel biotechnology for energy generation. En: *Trends in Biotechnology*. 2005, vol.23 no.6., p. 291-298.

[12] LÓPEZ PRIETO, Israel de Jesús. Implementación de una estrategia de control para la puesta en marcha de una celda de combustible microbiana. Tesis de Magíster en Ingeniería. Ciudad de México: Universidad Nacional Autónoma de México. 2013, 99p.

[13] LOGAN, Bruce; HAMELERS, Bert; SCHRODER, Uwe; KELLER, Jürg; AELTERMAN, Peter; FREGUIA, Stefano; ROZENDAL, René; RABAEY, Korneel y VERSTRAETE, Willy. Microbial fuel cells: methodology and technology. En: *Environ.Sci.Technol.*, 2006, vol.40 no.17., p. 5181-5192.

[14] PINEDA MARÍN, Ana del Pilar. Estado del arte en celdas de combustible microbianas (CCM) para producción de bioenergía. Tesis de pregrado. Bogotá: Universidad Distrital Francisco José de Caldas. Facultad de medio ambiente y recursos naturales, 2016, 223p.

[15] ZHAO, Feng; SLADE, Robert y VARCOE, John. Techniques for the study and development of microbial fuel cells: an electrochemical perspective. En: International Journal of Hydrogen Energy., 2009, vol. 38 no.7., p. 1926-1939.

[16] CAI, Hua; WANG, Juan; BU, Yunfei y ZHONG, Qin. Treatment of carbon cloth anodes for improving power generation in a dual-chamber microbial fuel cell. En: Journal of Chemical Technology and Biotechnology., 2012, vol 88 no 4., p. 623-628.

BIBLIOGRAFÍA

BARANITHARAN, E.; KHAN, Maksudur R.; YOUSUF, Abu; TEO, Wee Fei Aron, TAN, Geok Yuan Annie; & CHENG, Chin Kui. Enhanced power generation using controlled inoculum from palm oil mill effluent fed microbial fuel cell. En: Fuel, 2015, Vol. 143, p. 72–79.

CAI, Hua; WANG, Juan; BU, Yunfei y ZHONG, Qin. Treatment of carbon cloth anodes for improving power generation In a dual-chamber microbial fuel cell. En: Journal of Chemical Technology and Biotechnology., 2012, vol 88 no 4., p. 623-628.

DAVIS, Frank y HIGSON, Séamus. Biofuel cells--Recent advances and applications. En: Biosensors and Bioelectronics. 2007, vol. 22 p. 1224-1235.

DÍAZ ORTEGA, Rafael & VEGA SANCHEZ, Julio Cesar. Efecto de la variación de la carga orgánica en el desempeño de un reactor UASB (Upflow Anaerobic Sludge Blanket) tratando efluentes de una planta extractora de aceite de palma. En: Rev. Ambiente agua, aire y suelo, 2013 vol. 4, p. 23–32.

HAOYU, Eileen; CHENG, Shaoan; SCOTT, Keith; LOGAN, Bruce. Microbial fuel cell performance with non-Pt cathode catalysts. En: Journal of Power Sources 2007; vol 171, p. 275-281.

KUMAR, Karthigayen. El aceite de palma en el mercado global y sus oportunidades en Estados Unidos. En: Palmas., 2016, vol 37 (Especial Tomo II), pp. 319-321.

LOGAN, Bruce; HAMELERS, Bert; SCHRODER, Uwe; KELLER, Jürg; AELTERMAN, Peter; FREGUIA, Stefano; ROZENDAL, René; RABAEY, Korneel y

VERSTRAETE, Willy. Microbial fuel cells: methodology and technology. En: Environ.Sci.Technol., 2006, vol.40 no.17., p. 5181-5192.

LÓPEZ PRIETO, Israel de Jesús. Implementación de una estrategia de control para la puesta en marcha de una celda de combustible microbiana. Tesis de Magíster en Ingeniería. Ciudad de México: Universidad Nacional Autónoma de México. 2013, 99p.

LOVLEY, Derek. Microbial fuel cells: novel microbial physiologies and engineering approaches. En: Current Opinion in Biotechnology, 2006, vol 17, p. 327–332.

NOR, Muhamad Hanif Md; MUBARAK, Mohd Fahmi Muhammad; ELMI, Hassan Sh Abdirahman; IBRAHIM, Norahi; WAHAB, Mohd Firdaus Abdul y IBRAHIM, Zaharah. Bioelectricity generation in microbial fuel cell using natural microflora and isolated pure culture bacteria from anaerobic palm oil mill effluent sludge. En: Bioresource Technology, 2015, vol. 190, p. 458-465.

PINEDA MARÍN, Ana del Pilar. Estado del arte en celdas de combustible microbianas (CCM) para producción de bioenergía. Tesis de pregrado. Bogotá: Universidad Distrital Francisco José de Caldas. Facultad de medio ambiente y recursos naturales, 2016, 223p.

RABAEY, Korneel y VERSTRAETE, Willy. Microbial fuel cells: novel biotechnology for energy generation. En: Trends in Biotechnology. 2005, vol.23 no.6., p. 291-298.

REVELO, Dolly; HURTADO, Nelson y RUIZ Jaime. Celdas de combustibles microbianas (CCMS): Un reto para la remoción de materia orgánica y la generación de energía eléctrica. En: Información tecnológica, 2013, vol.24 no.6., p. 17-28.

SALGADO, Carlos Andres. Microbial fuel cells powered by *Geobacter sulfurreducens*. En: *Basic Biotechnology eJournal*, 2009, vol. 5, no 1, p. 96-101.

SCHWARTZ, Kelly. Microbial fuel cells: design elements and application of a novel renewable energy source. En: Basic Biotechnology eJournal, 2007, vol. 3, no 1, p. 20-27.

ZHAO, Feng; SLADE, Robert y VARCOE, John. Techniques for the study and development of microbial fuel cells: an electrochemical perspective. En: International Journal of Hydrogen Energy., 2009, vol. 38 no.7., p. 1926-1939.

ANEXOS

Anexo A. Curvas de polarización y curvas de densidad de potencia para cada configuración de las CCM.

Figura 1. Curva de polarización de celdas inoculadas con lodos de lagunas de oxidación metanogénicas.

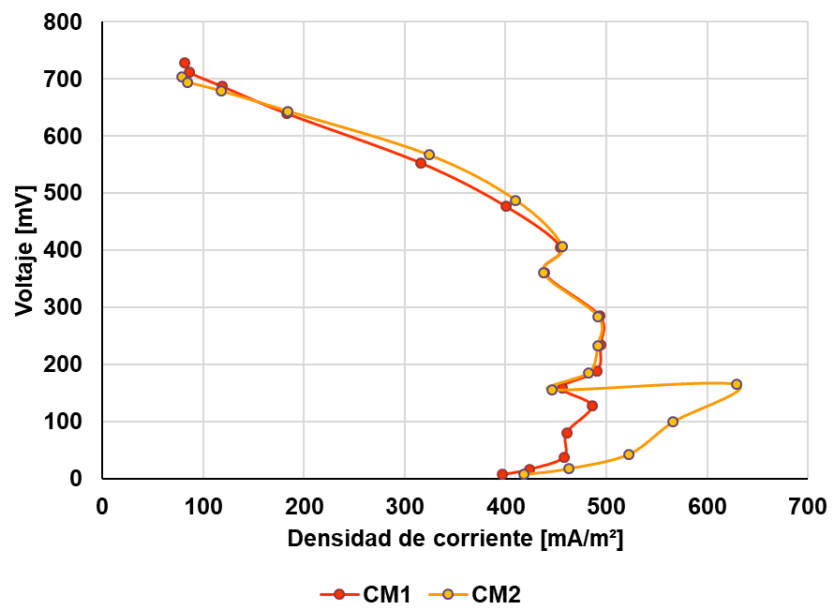


Figura 2. Curva de densidad de potencia de celdas inoculadas con lodos extraídos de lagunas de oxidación metanogénicas.

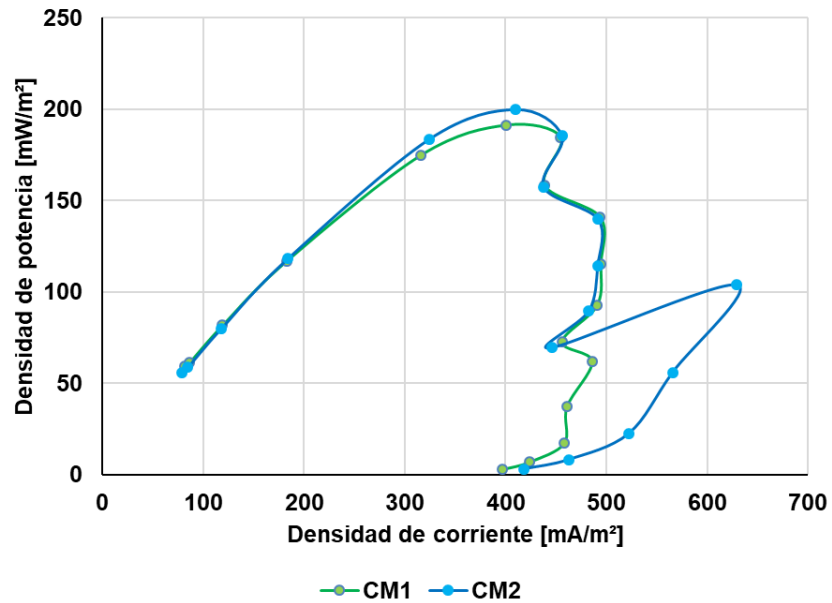


Figura 3. Curvas de polarización de celdas inoculadas con lodos extraídos de lagunas de oxidación facultativas.

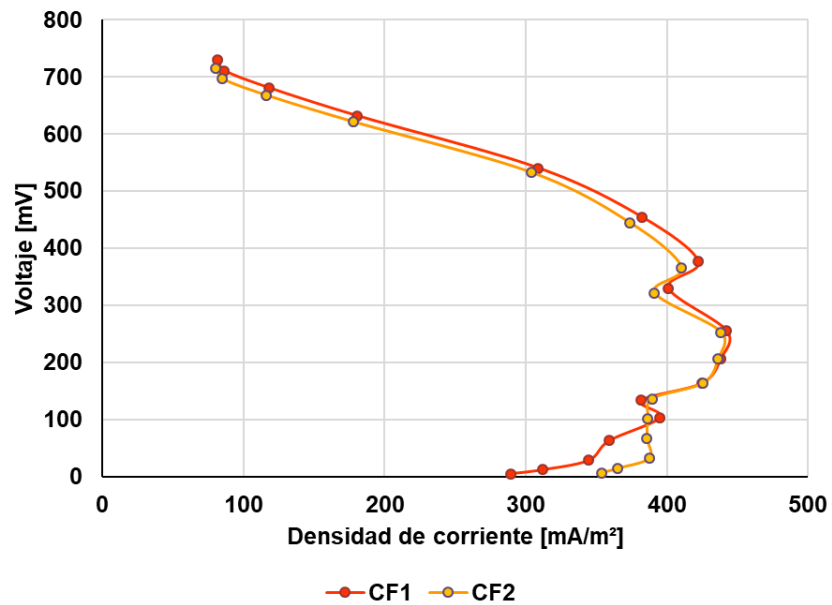


Figura 4. Curva de densidad de potencia de celdas inoculadas con lodos extraídos de lagunas de oxidación facultativas.

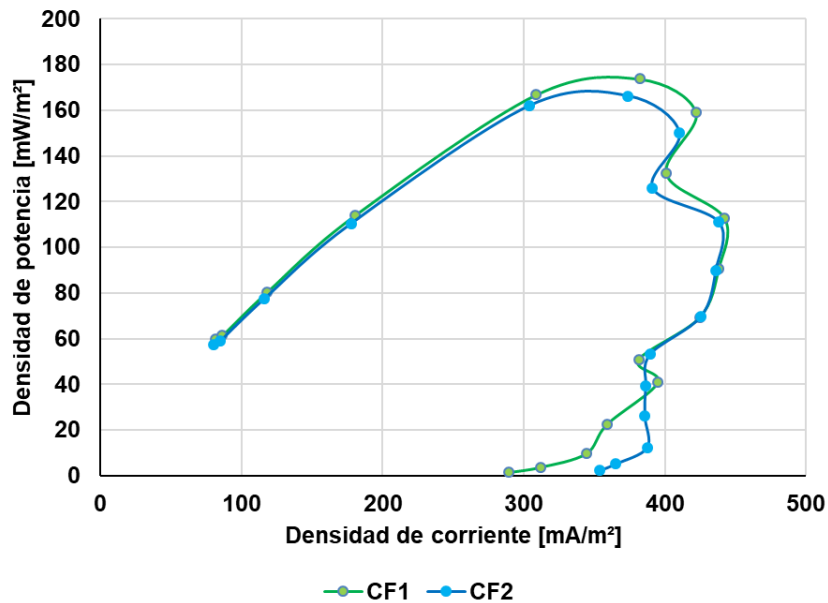


Figura 5. Curva de polarización de celdas sin inóculo.

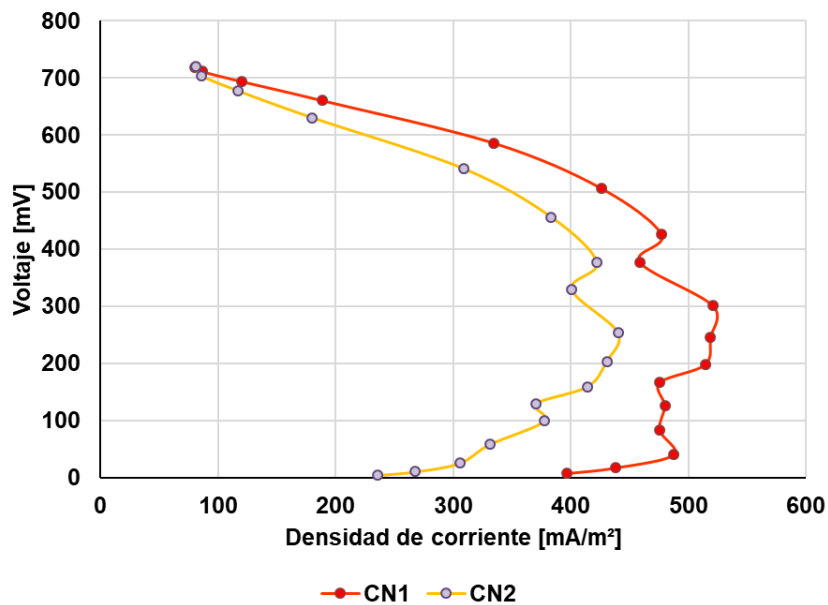


Figura 6. Curva de densidad de potencia de celdas sin inóculo.

