



Universidad Autónoma de Querétaro

Facultad de Química

“Evaluación de un sistema electroquímico de polaridad alternante para la producción de estruvita y remoción de amonio y fosfato en aguas contaminadas”

Tesis

Que como parte de los requisitos para obtener el Grado de
Maestro en Ciencia y Tecnología Ambiental

Presenta:

I.Q.A. Enrique Rodríguez Núñez

Dirigido por:

Dra. Arely Iraís Cárdenas Robles

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2023.



Dirección General de Bibliotecas y Servicios Digitales
de Información



Evaluación de un sistema electroquímico de polaridad
alternante para la producción de estruvita y
remoción de amonio y fosfato en aguas contaminadas

por

Enrique Rodríguez Núñez

se distribuye bajo una [Licencia Creative Commons
Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0
Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

Clave RI: FQMAC-196183



Universidad Autónoma De Querétaro
Facultad de Química
Maestría en Ciencia y Tecnología Ambiental

“Evaluación de un sistema electroquímico de polaridad
alternante para la producción de estruvita y remoción
de amonio y fosfato en aguas contaminadas”

Tesis

Que como parte de los requisitos para obtener el Grado de
Maestro en Ciencia y Tecnología Ambiental

Presenta

I.Q.A. Enrique Rodríguez Núñez

Dirigida por

Dra. Arely Iraís Cárdenas Robles

Sinodales

Dra. Arely Iraís Cárdenas Robles

Presidente

Dr. Luis Arturo Godínez Mora-Tovar

Secretario

Dr. Jorge Noel Gracida Rodríguez

Vocal

Dr. Rufino Nava Mendoza

Suplente

Dr. Víctor Pérez Moreno

Suplente

Centro Universitario, Querétaro, Qro.

30 de noviembre del 2023

México

**A mi familia.
Son los que hacen que todo valga la pena.**

AGRADECIMIENTOS

A mis padres, por el apoyo y la confianza.

A Kenya, Salma, Alejandro y Tomás por el apoyo, los consejos, el ánimo y su compañía brindada durante la realización del presente trabajo.

A mis profesores quienes compartieron conmigo su experiencia.

A la Dra. Arely Cárdenas por brindarme todo su apoyo y conocimiento, por la paciencia y los consejos que compartió durante este trabajo y sobre todo por la compañía brindada haciendo del trabajo más ameno y divertido.

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCyT) por la beca otorgada con el número 799072 y al financiamiento del fondo para el desarrollo de conocimiento de la dirección de investigación y posgrado de la Universidad Autónoma de Querétaro con el número de proyecto FQU 2022-07.

ÍNDICE GENERAL

Contenido	Página
ÍNDICE GENERAL	i
ÍNDICE DE CUADROS	iii
ÍNDICE DE FIGURAS	v
RESUMEN	viii
SUMMARY	ix
1 INTRODUCCIÓN	1
2 ANTECEDENTES	3
2.1 Contaminación del agua	3
2.2 Contaminación del agua por exceso de nitrógeno y fósforo	4
2.3 Técnicas empleadas en el tratamiento de aguas contaminadas con nitrógeno y fósforo	7
2.3.1 Procesos biológicos para la remoción de nutrientes en agua	8
2.3.2 Procesos físicos empleados para remover nitrógeno y fósforo en agua	9
2.3.3 Procesos químicos para el tratamiento de aguas contaminadas con nitrógeno y fósforo	10
2.4 Problemas asociados a la escasez de fósforo	11
2.5 Estruvita como subproducto en la remoción de nitrógeno y fósforo en agua	12
2.6 Factores que influyen en la precipitación electroquímica de estruvita	14
2.7 Problemas de los procesos electroquímicos	15
2.8 Estrategias para la protección anódica	17
3 HIPÓTESIS	19
4 OBJETIVOS	20
4.1 Objetivo general	20
4.2 Objetivos específicos	20
5 METODOLOGÍA	
5.1 Sitio de estudio	21
5.2 Muestra problema	21
5.3 Mantenimiento de los electrodos	21
5.4 Esquema de la celda electroquímica	21
5.5 Técnicas analíticas generales	22
5.5.1 Toma de muestra y pretratamiento	22
5.5.2 Determinación espectrofotométrica de fosfatos (NMX-AA-029-SCFI-2001)	22
5.5.3 Determinación espectrofotométrica de nitrógeno en forma de amoníaco	23
5.5.4 Determinación de magnesio en forma de estruvita	24
5.5.5 Determinación de magnesio en forma de Mg ²⁺	25

Contenido	Página
5.5.6 Determinación de pérdida de masa del electrodo de magnesio	25
5.5.7 Determinación teórica de la cantidad de magnesio disuelto en el tratamiento electroquímico	26
5.6 Estudio del efecto de pasivación anódica en un sistema electroquímico convencional para la formación de estruvita	26
5.6.1 Estudio y selección de la intensidad de corriente	26
5.6.2 Diseño de experimentos para el sistema electroquímico convencional	28
5.7 Estudio de la corrosión en el ánodo	29
5.8 Estudio del efecto de pasivación anódica y remoción de nitrógeno y fósforo en un sistema electroquímico de polaridad alternante para la formación de estruvita	29
5.9 Estudio de la cinética de eliminación de nitrógeno y fósforo en un sistema electroquímica de polaridad alternante	30
5.1 Análisis estadístico	30
6 RESULTADOS Y DISCUSIÓN	31
6.1 Estudio voltamperométrico del electrodo de magnesio.	31
6.2 Evaluación de la intensidad de corriente aplicada en la remoción de amonio y fosfatos y la formación de estruvita.	35
6.3 Evaluación de las variables de medición para la selección de la mejor intensidad de corriente.	40
6.4 Evaluación del efecto de la concentración de nutrientes y distancia de los electrodos en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos.	46
6.5 Selección de la mejor frecuencia en la remoción de amonio y fosfatos; así como la pureza de la estruvita.	47
6.6 Estudio cinético del sistema electroquímico convencional y sistema electroquímico de polaridad alternante.	53
6.7 Determinación de los parámetros cinéticos en la remoción de amonio y fosfatos.	53
7 CONCLUSIONES.	56
8 BIBLIOGRAFÍA	58
9 Anexos	70

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro	Página
1 Condiciones electroquímicas para la técnica de voltamperometría lineal	27
2 Variables de estudio en el sistema electroquímico convencional	28
3 Potenciales de estudio seleccionados en las diferentes zonas del voltamperograma de voltamperometría lineal	33
4 Valores de corriente eléctrica aplicados en la celda electroquímica equivalentes a cada potencial eléctrico en una solución de $\text{NaNH}_4\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [0.05 mol L^{-1}]	34
5 Variación de la pérdida de masa teórico y experimental del ánodo de Mg en cada intensidad de corriente de una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ [0.05 mol L^{-1}]	36
6 Variación de la formación de estruvita teórico y experimental presente en cada intensidad de corriente de una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ [0.05 mol L^{-1}]	37
7 Costo total del tratamiento electroquímico presente en cada intensidad de corriente utilizando electrodos de magnesio (AZ31B) y acero inoxidable (316) en una solución 0.05 mol L^{-1} $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$	40
8 Valores de la concentración de Mg en forma de dureza del agua en una solución de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.05 mol L^{-1} en 6 horas de operación a diferentes intensidades de corriente	42
9 Clasificación de la calidad del agua en función de la dureza expresado en CaCO_3 (OMS, 2011)	43
10 Efecto de la intensidad de corriente en la eficiencia de corriente, el porcentaje de remoción y la concentración de magnesio residual	44

Cuadro	Página
11 Efecto de la frecuencia en el porcentaje de remoción de amonio y fosfato, magnesio en solución y la masa de sólido formado, en una muestra sintética de 0.005 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a 53 mA y 5 cm de distancia	47
12 Pureza de la estruvita formada electroquímicamente en una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.005 mol L^{-1} , 53 mA y 5 cm a diferentes frecuencias	49
13 Efecto del tratamiento de un SEC y SEPA en una solución 0.05 mol L^{-1} $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a 53 mA, en el costo total del tratamiento electroquímico	52

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Página
1 Principales fuentes puntuales de nitrógeno en el golfo de México. Adaptado de Robertson y Saad (2014)	4
2 Principales fuentes puntuales del fósforo en el golfo de México. Adaptado de Robertson y Saad (2014)	5
3 Esquema de la celda electroquímica tomado de Chen y col. (2021)	22
4 Esquema del sistema electroquímico en la prueba de voltamperometría lineal, modificado de Hug y Udert, 2013	27
5 Esquema electroquímico utilizado para la determinación de las distintas intensidades de corriente de estudio a partir de los potenciales eléctricos	28
6 Esquema de polaridad alternante tomado de Eyvaz (2016)	29
7 Voltamperometría lineal de una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.005 mol L^{-1} , $E_{\text{Trabajo}} = \text{Magnesio}$, $E_{\text{Auxiliar}} = \text{Platino}$, $E_{\text{Referencia}} = \text{Ag AgCl}$, $\text{pH} = 7.5$, ventana -1.8 a 0.5 V y velocidad de barrido 0.1 V s^{-1} b) representación visual de los efectos presentes en el electrodo de trabajo	32
8 Resultados del estudio de la influencia de la intensidad de corriente aplicada en una solución $\text{NaNH}_4\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.05 mol L^{-1}	35
9 Cambios en la superficie del ánodo de Mg AZ31B en una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.05 mol L^{-1} Y 53 mA en a) $t=0$ y b) $t=6$ horas	38
10 Evolución de la corriente eléctrica en función del tiempo en una solución 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a diferentes intensidades de corriente	38
11 Formación de la capa pasivante en el ánodo de magnesio (AZ31B) a través del tiempo en una solución de 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ y 53 mA	39

Figura	Página
12 Evolución de la CE y la $[Mg^{2+}]$ en una muestra sintética de $NaNH_4HPO_4$ 0.05 mol L^{-1} en un lapso de 6 horas e intensidad de corriente de 61 mA	41
13 Estudio estadístico ANDEVA de una vía empleando el método Tukey con un $\alpha=95\%$ utilizando el software Minitab 19 de los diferentes tratamientos en una muestra sintética de $NaNH_4HPO_4$ 0.05 mol L^{-1}	45
14 Evolución del porcentaje de remoción de amonio y fosfato en una muestra sintética 0.05 mol L^{-1} de $NaNH_4HPO_4$ a intensidades de corriente de 53 mA durante 6 h	45
15 Efecto de la distancia de los electrodos y la concentración de la muestra problema en el porcentaje de remoción de A) fosfato y B) amonio a 53 mA	46
16 Espectros XRD de las muestras sólidas formadas en los ensayos de a) 0.01 Hz , b) 0.001 Hz y c) corriente constante (control 0 Hz) a 53 mA, en una solución $NaNH_4HPO_4$ 0.005 mol L^{-1} , 53 mA y 5 cm	49
17 Efecto en la remoción de amonio, fosfatos, pureza de estruvita y concentración de Mg^{+2} en una muestra sintética de $NaNH_4HPO_4$ 0.005 mol L^{-1} y 1 mg L^{-1} de NaCl a 53 mA a 0, 0.002, 0.001 y 0.00005 Hz	50
18 Diferencia entre los distintos electrodos utilizados en una solución 0.005 mol L^{-1} $NaNH_4HPO_4$ y 1 mg L^{-1} de NaCl a 53 mA en a) tiempo cero, b) SEC después de 6 horas de tratamiento y c) SEPA después de 6 horas de tratamiento	51
19 Estudio de corrosión de polarización lineal sobre los electrodos de Mg utilizados en los análisis de SEC y SEPA como ánodo, placa de grafito como cátodo, con una ventana de -10 a 10 V, una velocidad de 0.166 V s^{-1} y en una solución de 0.05 mol L^{-1} de $NaNH_4HPO_4$.	52
20 Efecto en el porcentaje de remoción de A) fosfatos y B) amonio en un SEC y SEPA en una muestra 0.005 mol L^{-1} de $NaNH_4HPO_4$ a 53 mA.	53

- 21 Ecuación cinética de primer orden y sus parámetros cinéticos en una muestra de $0.05 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNH}_4\text{HPO}_4$, 1 mg L^{-1} de NaCl a 53 mA y $5 \times 10^{-4} \text{ Hz}$. 55

RESUMEN

Los compuestos de base nitrógeno y fósforo en agua favorecen el crecimiento de plantas acuáticas. Su transformación química en otras sustancias de valor agregado se ha vuelto una alternativa viable, debido a que no solo se resuelve un problema ambiental; además, se forman productos, como el fertilizante estruvita. Los procesos electroquímicos son un método viable para este proceso; lamentablemente, se forma una capa pasivante en la superficie del ánodo. Por ello, en el presente trabajo se propone la producción estruvita y eliminación de amonio y fosfatos con un método electroquímico de polaridad alternante para mejorar su formación y eficiencia. Mediante un análisis de voltamperometría lineal se encontraron los potenciales de estudio; posteriormente, se optimizó el sistema utilizando un diseño de experimentos completamente al azar estudiando el efecto de distintas intensidades de corriente, la distancia de los electrodos y la concentración de amonio y fosfatos en una muestra sintética de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$. Además, se estudió el efecto de la frecuencia, en la pureza de la estruvita y la remoción de NH_4^+ y PO_4^{3-} . Las condiciones óptimas para el sistema fueron: una corriente de 53 mA, obteniendo los porcentajes de remoción 98.14 % para P-PO_4^{3-} y 98.33 % de N-NH_4^+ . Finalmente, se encontró que la mejor frecuencia fue de 0.0005 Hz, con remociones de 93.74 % P-PO_4^{3-} y 89.92 % N-NH_4^+ ; y una pureza de 61.17 % superior que el sistema tradicional.

Palabras clave: Sistema electroquímico de polaridad alternante, estruvita, precipitación electroquímica, polaridad alternante, tratamiento de aguas

Declaración de responsabilidad de estudiante:

Declaro que los datos propios obtenidos en esta investigación fueron generados durante el desarrollo de mi trabajo de tesis de forma ética y que reporte detalles necesarios para que los resultados de esta tesis sean reproducibles en eventuales investigaciones futuras. Finalmente, este manuscrito de tesis es un trabajo original en el cual se declaró y dio reconocimiento a cualquier colaboración o cita textual presentadas en el documento.



SUMMARY

Nitrogen and phosphorus-based compounds in water promote the growth of aquatic plants. Their chemical transformation into other value-added substances has become a viable alternative because it not only addresses an environmental issue but also yields products like struvite, a fertilizer. Electrochemical processes are a feasible method for this transformation; unfortunately, a passivating layer forms on the anode surface. Therefore, the present study suggests struvite production and the removal of ammonium and phosphates using an alternating polarity electrochemical method to enhance its formation and efficiency. The study identified the potentials for investigation through linear voltammetry analysis. Subsequently, the system was optimized using a completely randomized experimental design, studying the effects of different current intensities, electrode distance, and the concentration of ammonium and phosphates in a synthetic $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ sample. Additionally, the effect of frequency on struvite purity and NH_4^+ and PO_4^{3-} removal were investigated. The optimal conditions for the system were a current of 53 mA, achieving removal percentages of 98.14% for P- PO_4^{3-} and 98.33% for N- NH_4^+ . Ultimately, the optimal frequency was found to be 0.0005 Hz, resulting in removal percentages of 93.74% for P- PO_4^{3-} and 89.92% for N- NH_4^+ , with a purity of 61.17%, higher than that of the traditional system.

Keywords: Alternating polarity electrochemical system, struvite, electrochemical precipitation, alternating polarity, water treatment

1. INTRODUCCIÓN

El nitrógeno y fósforo son dos contaminantes comunes en el agua caracterizados por favorecer el crecimiento de plantas. Sin embargo, cuando el crecimiento de la vegetación acuática es desmedido, se vuelve un gran problema para la calidad del agua y una de las principales causas que repercuten en la disminución de la disponibilidad del recurso hídrico para el consumo humano. Por ello es una necesidad la remoción de ambos nutrientes, es por eso que se han implementado distintas técnicas para el tratamiento de aguas contaminadas, las técnicas pueden ser de carácter biológico (a partir de la absorción de plantas o degradación microbiana), físico (por medio de membranas) o químico (transformando los contaminantes a otras especies químicas que faciliten su remoción en agua).

Entre estas técnicas, los tratamientos biológicos son los de mayor aplicación debido a su rentabilidad económica. Lamentablemente el aumento en la concentración de estos contaminantes repercute en la eficacia de estos tratamientos. Una alternativa ante el aumento de nitrógeno y fósforo es su transformación química a otras especies que puedan ser utilizadas en distintos sectores (economía circular). El creciente interés en el concepto de economía circular ha establecido un rápido desarrollo en los tratamientos que permitan además de la remoción de contaminantes, la obtención de subproductos con valor agregado. Encajando perfectamente con el modelo de producción y consumo, siendo uno de estos ejemplos la formación de estruvita.

La producción de estruvita es un tema cada vez más importante debido a su moderada solubilidad en agua, la liberación lenta del fosfato a los cultivos y su bajo índice de salinidad en el suelo posicionan a la estruvita como un fertilizante con mejores cualidades a comparación de los fertilizantes convencionales, además, su producción es una fuente alterna de fósforo ante la creciente demanda y escasez de este elemento. La estruvita se puede formar a partir de dos mecanismos: el primero es por medio de un sistema microbiano y el segundo usando sales de magnesio e hidróxido de sodio para favorecer la precipitación de estruvita. Hug y Udert en 2013 observaron que se podía producir estruvita a partir de un proceso

electroquímico, resolviendo de esta manera el consumo de especies químicas y reducción en el tiempo de formación de los procesos químicos y biológicos.

En los procesos electroquímicos lamentablemente hay diversos parámetros que repercuten en la formación de los cristales de estruvita y el rendimiento del sistema electroquímico para la remoción de nitrógeno y fósforo. Diversos estudios encontraron que el voltaje aplicado, pH, temperatura y pureza del electrodo afectan la formación y pureza de los cristales. Un efecto observado durante la producción de estruvita es la formación de una capa aislante en el ánodo de sacrificio, la cual afecta el rendimiento del sistema electroquímico. La pasivación anódica está relacionada con factores como intensidad de corriente, temperatura del sistema, pureza del electrodo y concentración de cloruros.

En este trabajo se propone como solución para disminuir los efectos de pasivación en el ánodo, la implementación de un sistema de pulsos alternos, también llamado polaridad alternante. Esta técnica ha sido utilizada para evitar la pasivación de los electrodos en procesos de electrocoagulación. Se observó que la aplicación de los pulsos alternos reduce el desgaste de los electrodos e incrementa su resistencia a la corrosión. Además, se demostró que la eficiencia de remoción de contaminantes en un sistema de polaridad alternante era similar a la de un sistema de corriente convencional.

Desde nuestro conocimiento hasta el momento, no se ha abordado la implementación de un sistema electroquímico de polaridad alternante para la producción de estruvita; la mayoría de los estudios relacionados con esta técnica se han centrado en procesos de electrocoagulación. Por lo que, en el presente trabajo se evaluará el efecto de la polaridad alternante en la remoción de contaminantes nitrógeno y fósforo en agua y la formación de estruvita en un sistema electroquímico.

2. ANTECEDENTES

2.1 Contaminación del agua

El agua es un recurso natural esencial para el sustento de la vida en el planeta, debido a su utilización en diversos procesos biológicos, ambientales e industriales. Su uso en actividades antropogénicas provoca la adición de un amplio número de contaminantes, mismos que generan un grado de alteración en el recurso hídrico, lo cual se ve reflejado en la modificación de parámetros fisicoquímicos, biológicos o radiológicos (García y col., 2001).

La contaminación del agua es una problemática global que mantiene una preocupación entre investigadores y organizaciones internacionales, como la ONU. Esta institución menciona que las actividades humanas y la combinación de factores como la sobreexplotación de cuerpos de agua dulce, el impedimento en la recarga de fuentes naturales y la presencia de contaminantes de origen antropogénico, son causas que influyen negativamente en la calidad del agua (ONU, 2020).

El impacto del aumento de la concentración de contaminantes en los cuerpos hídricos no solo se limita en afectaciones ambientales, sino también es un factor directamente relacionado con problemas socioeconómicos. Esto es debido a que, el aumento en el consumo de agua y un manejo inadecuado de los residuos generados, representan un riesgo latente en la problemática de escasez de agua (ONU, 2020).

Es por ello que el uso del agua en el sector industrial, las zonas habitacionales y agrícolas (principales fuentes de consumo de agua) originan descargas en cuerpos de agua que contienen una amplia variedad de agentes químicos, físicos y biológicos. Siendo los principales contaminantes en efluentes de aguas residuales los metales pesados, hidrocarburos, materia orgánica, microorganismos y nutrientes como nitrógeno y fósforo (Akpor y col., 2014).

2.2 Contaminación del agua por nitrógeno y fósforo

Es importante conocer los orígenes de la contaminación del agua por nitrógeno y fósforo y la importancia de estos elementos. En primer lugar, el nitrógeno se encuentra situado en el séptimo lugar de la tabla periódica y representa uno de los principales compuestos esenciales para los seres vivos. De manera natural el nitrógeno se localiza en rocas ígneas, en la atmósfera en forma gaseosa y en la materia orgánica del suelo. La presencia de este compuesto como contaminante en el golfo de México ocurre a partir de diferentes orígenes como se observa en la Figura 1 (Perdomo y Barbazán, 2001).



Figura 1. Principales fuentes puntuales de nitrógeno en el golfo de México.

Adaptado de Robertson y Saad (2014).

Por su parte, el fósforo, al igual que el nitrógeno, es un elemento esencial para la vida en el planeta debido a su presencia en los procesos fisiológicos. Está situado en el lugar 15 de la tabla periódica, con una presencia del 90% en el conjunto suelo-planta y un 10% fuera de este sistema. Su introducción en el agua proviene de distintas fuentes tal y como se aprecia en la Figura 2 (Fernández, 2007).

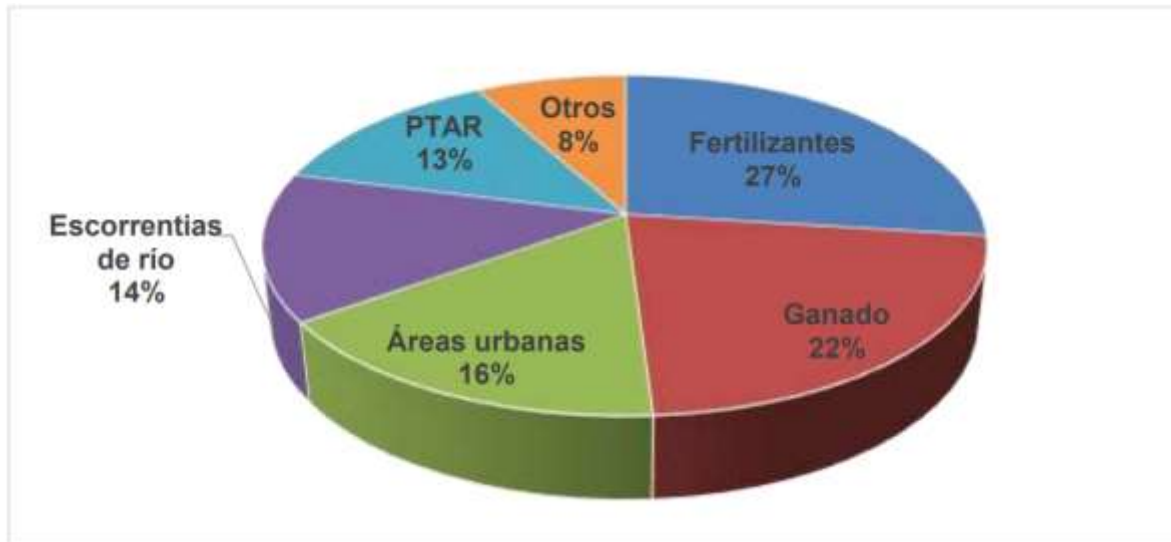


Figura 2. Principales fuentes puntuales del fósforo en el golfo de México. Adaptado de Robertson y Saad (2014).

Estudios realizados señalan el uso de fertilizantes en el sector agropecuario como la principal fuente de contaminación por nitrógeno y fósforo en cuerpos de agua, como se mostró en las Figuras 1 y 2 (Robertson y Saad, 2014; Van Puijenbroek y col., 2019). Estudios similares han encontrado que, debido a la creciente demanda de productos como consecuencia al crecimiento poblacional, se ha generado un aumento del uso de fertilizantes en los campos de cultivo incrementando la presencia de compuestos nitrogenados y fosfóricos en agua. Donde los contaminantes son desplazados de los suelos de campos de cultivo, por medio de escorrentías las cuales recogen las especies químicas presentes en fertilizantes y

plaguicidas para luego ser depositados en cuerpos de agua superficiales (IFA, 1992; Ferat y col., 2020).

El aumento en la concentración de nitrógeno y fósforo en agua es un gran problema de contaminación, debido a que el aumento en la concentración de ambos nutrientes genera el desarrollo y proliferación de plantas en los ecosistemas acuáticos sobre todo en aquellos cuerpos de hídricos de bajo flujo o estancados, fenómeno denominado como eutrofización (Ferat y col., 2020).

La eutrofización, impide el paso de luz solar en los cuerpos de agua afectando directamente el proceso de fotosíntesis y, a su vez, genera la disminución de oxígeno disuelto, malos olores y modificando el sabor del agua; causado por el efecto de putrefacción y la formación de zonas de hipoxia (zonas muertas) donde la biodiversidad se ve reducida (Fernández y col., 2017; Pedrozo y Ramírez, 2020).

Algunos ejemplos de plantas acuáticas (macrófitos) presentes en cuerpos hídricos con alto contenido de nitrógeno y fósforo son los siguientes:

- a) Vegetación sumergida
 - *Elodea callitrichoides*
 - *Stuckenia pectinata*
 - *Myriophyllum aquaticum*
- b) Vegetación flotante
 - *Azolla filiculoides*
 - *Azolla filiculoides-Lemna gibb*

De igual forma, la presencia de materia orgánica en conjunto con compuestos de nitrógeno y fósforo, son una fuente energética para diversos microorganismos patógenos, como las cianobacterias, las cuales liberan toxinas ocasionando que el agua sea no apta para el consumo humano y tóxica para algunas especies (Pedrozo y Ramírez, 2020).

Además, otro efecto de la eutrofización son las consecuencias socioeconómicas, debido a que afecta la pesca, la acuicultura, actividades recreativas y el turismo.

Por tal motivo, es necesario el desarrollo e implementación de técnicas para la remoción de ambos nutrientes (Belzona, 2010; Tzanakakis y col., 2020).

2.3 Técnicas empleadas en el tratamiento de aguas contaminadas con nitrógeno y fósforo

El tratamiento de aguas está constituido por una serie de procesos secuenciales empleados para la remoción de contaminantes, una vez realizado el tratamiento es posible verter agua a un cuerpo natural o ser reutilizada en el sector agropecuario como agua de riego, siempre y cuando los criterios de calidad del agua se mantengan dentro de los límites máximos permisibles (Zamora y col., 2009).

En México, la gran mayoría de las plantas de tratamiento de aguas residuales (PTAR) cuentan únicamente con procesos primarios y secundarios, en los cuales solamente la materia flotante, sólidos suspendidos, materia orgánica y agentes biológicos son removidos del agua. Mientras que, los nutrientes nitrógeno y fósforo son componentes que presentan una mayor dificultad para ser retenidos o eliminados en estos sistemas, permaneciendo en el efluente aún después de su tratamiento (De la Vega, 2012).

Este último punto refuerza lo mencionado en la sección anterior debido, a que los sistemas de las PTAR, de carácter municipal, generalmente están estructurados para la remoción de materia orgánica. Por ello, es necesario implementar nuevas tecnologías para lograr una mejor remoción de contaminantes como nitrógeno y fósforo (Martín y col., 2006).

Como alternativa se tienen los tratamientos terciarios, también nombrados tratamientos avanzados, cuyo principal objetivo es eliminar la carga orgánica residual y cualquier otra especie química que no haya sido removida en los tratamientos previos, como son el nitrógeno y fósforo (Belzona, 2010). Resolviendo de esta manera problemas ambientales y socioeconómicos relacionados con la problemática ambiental, como la eutrofización (Bunce y col., 2018). Estas nuevas tecnologías de tratamiento de aguas contaminadas con nitrógeno y fósforo son

procesos para la eliminación de los nutrientes y su fundamento puede ser biológico, físico o químico, por separado o en conjunto (Ang y col., 2019).

2.3.1 Procesos biológicos para la remoción de nutrientes en agua

Los procesos biológicos son las técnicas de tratamiento de agua más antiguas y usadas para la remoción de nitrógeno y fósforo con eficacias mayores al 80 % y buena rentabilidad económica. Este tipo de técnicas emplean microorganismos o plantas como agentes fijadores de nitrógeno y fósforo. En el primer caso, los microorganismos utilizan los contaminantes presentes como sustrato a partir de reacciones metabólicas, que generan una reducción de su concentración en el efluente y son transformados, en algunos casos, en sustancias biodegradables. En el segundo caso, los contaminantes son inmovilizados en la raíz o bioacumulados en la zona aérea de las plantas, provocando de este modo la retención de los contaminantes (Li y col., 2017).

Los sistemas más comunes empleados a nivel mundial para la remoción de estos nutrientes son los humedales artificiales y los lodos activados, ambos funcionan como un mecanismo de biorremediación, en el cual los contaminantes son degradados por procesos biológicos mediante mecanismos de fijación y asimilación microbiana. La eficacia en ambas técnicas para la disminución de demanda química de oxígeno (DQO) y demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es elevada, pero la eliminación de nitrógeno y fósforo son deficientes debido a los cortos tiempos de retención del efluente (Arteaga y col., 2019; Slocombe y col., 2020).

En el caso de los lodos activados se debe de tener cuidado en sus condiciones de operación, debido a la susceptibilidad de los microorganismos a contaminantes como metales pesados, la variación del pH y temperatura; los cuales afectan directamente al consorcio microbiano (Romero y col., 2009; Xiao y col., 2014).

Las principales ventajas de los lodos activados son: Los bajos costos de operación, degradación de material particulado, se logran tratar volúmenes grandes y no se requiere la adición de sustancias químicas en la mayoría de los casos. Mientras que

sus principales desventajas son: los lodos obstruyen los ductos de salida y alimentación del reactor, formación de una capa superficial que se requiere remover, tiempos de tratamiento que oscila entre horas hasta días según el grado de afectación y volumen a tratar, adaptación lenta de los microorganismos para cada 10 sustrato y grandes espacios de operación (Escaler y Mujeriego, 2001; González y Saldarriaga, 2008; Musa e Idrus, 2021).

2.3.2 Procesos físicos empleados para remover nitrógeno y fósforo en agua

Otra alternativa son los tratamientos físicos, en los cuales se utilizan membranas que actúan como una barrera selectiva al separar los contaminantes presentes en el agua residual en dos fases. Este proceso se realiza mediante una restricción física por medio de la retención de un tipo característico de contaminantes, un gradiente de presión y un potencial químico o eléctrico a través de la membrana (Zirehpour y Rahimpour, 2016).

Al igual que los procesos biológicos, el uso de técnicas con membranas para el tratamiento de aguas ha sido ampliamente estudiado y son una aplicación efectiva en la remoción de nitrógeno y fósforo; por medio de la utilización de diversos materiales absorbentes mismos que mejoran circunstancialmente la durabilidad y eficiencia de los procesos por membranas en el tratamiento de aguas (Xie y col., 2015; Ezugbe y Rathilal, 2020).

Las principales tecnologías son la osmosis directa y la destilación por membrana. La osmosis directa se basa en la implementación de un gradiente de presión (fuerza impulsora) entre el dren de alimentación y la membrana. Por otro lado, la destilación por membrana es una tecnología térmica en la cual se concentran los fosfatos en la muestra calentada y permitiendo el paso del gas amonio liberado por la membrana que posteriormente será recolectado en una solución receptora (Chen, 2018).

Ambas técnicas logran un porcentaje de remoción del 99 % sin la generación de contaminantes secundarios en el agua tratada. Entre sus principales ventajas se tiene el bajo consumo energético, procesos de operación fáciles y seguros, tiempos de tratamiento relativamente cortos y no se producen sustancias secundarias en su

ejecución. Lamentablemente las tecnologías por membranas no logran un tratamiento de los nutrientes, sino un aumento en la concentración en la parte del agua retenida por la membrana que posteriormente se debe tratar con otra técnica (Sengupta y col., 2015; Nir y col., 2018).

Otra de las desventajas es la susceptibilidad de la membrana a ensuciarse, el proceso de limpieza de la membrana es costoso, se requiere de un tratamiento previo de la muestra en la mayoría de los casos y la membrana representa la inversión más fuerte del sistema (Xie y col., 2015).

2.3.3 Procesos químicos para el tratamiento de aguas contaminadas con nitrógeno y fósforo

Otra alternativa son los procesos químicos, los cuales se basan principalmente en la adición de especies químicas, por medio de reacciones, se logra una remoción del nitrógeno y fósforo. Dentro de estos procedimientos de remoción, las técnicas más usadas son la extracción de amoníaco, coagulación-floculación e intercambio iónico (Greeley y Hansen, 2005).

La extracción de amoníaco se basa en la transformación y eliminación de compuestos de base nitrogenada en moléculas amoniacaes a partir del proceso de desorción simple. En un inicio se transforma químicamente todo el nitrógeno posible en amoníaco para después reducir su solubilidad en el agua a partir de la adición de cal o sosa en un medio alcalino entre 10.8 y 11.5 valores de pH con la finalidad de reducir la solubilidad del NH_4 en agua y separarlo por medio de una inyección de aire (EPA, 2000).

Otra forma de remover nitrógeno y fósforo en agua es con la técnica coagulación-floculación. Si bien el principal objetivo de este tratamiento es la remoción de partículas coloidales también se ha observado una tendencia en la remoción de fósforo en agua. Aguilar y col. (2002) mencionan que esto puede ser causa de distintos factores como la incorporación del fosfato en los coágulos formados, la adsorción del fosfato en los iones metálicos y que las sales metálicas precipitan el fósforo en forma de fosfatos metálicos

Finalmente, en el caso del método de intercambio iónico este se basa en la adición de especies químicas, principalmente sales metálicas de hierro, aluminio, magnesio y cobre; las cuales, al interactuar con el nitrógeno y fósforo, forman un mineral insoluble en agua el cual puede ser removido por métodos físicos. El interés en esta técnica se basa en el valor agregado de estos subproductos como una fuente alternativa de obtención de fósforo, ante la problemática actual de escasez y que este principio se alinea con los criterios de economía circular (Williams y col., 2015; Huang y col., 2020).

2.4 Problemas asociados a la escasez de fósforo

El incremento poblacional genera el aumento en la demanda de productos alimenticios y, por ende, en el uso de fertilizantes que mejoran la producción agrícola. Este efecto y la cantidad limitada de fósforo repercute en el agotamiento de las fuentes naturales de fósforo (principal elemento empleado en la elaboración de fertilizantes), por lo que es necesario encontrar fuentes alternativas que logren satisfacer la creciente demanda de este recurso no renovable (Lun y col., 2018).

Anualmente se extraen aproximadamente 20 millones de toneladas de rocas fosfóricas en todo el mundo, donde el 90% de este es destinado para la producción de fertilizantes para su distribución. Rosen (2020) menciona que esta actividad ocasiona dos problemáticas, la primera es un aumento del nutriente en zonas con bajos niveles de fósforo provocando un efecto de contaminación y la segunda es un desequilibrio del fósforo relacionado a su cadena de exportación (Heckenmuller y col., 2014; Yang y col., 2019).

La investigación en relación con la sobreexplotación de este mineral es una preocupación constante, debido a que también representa un problema de nutrición para la población. Baveye (2015) menciona que se proyecta una reducción en la producción de fertilizantes después del 2033, mismo que conlleva a la disminución de alimentos agrícolas como producto de una mayor restricción del uso de estos productos. Permitiendo de esta manera el uso de fertilizantes en países que puedan costear estos productos agrícolas.

La carencia de este elemento se verá reflejado principalmente en países donde no se cuente con los recursos naturales para su obtención o recursos económicos para su importación. Este último, como consecuencia del aumento anual entre 3 – 4%, de su precio; debido al aumento de impurezas y la dificultad de extracción del mineral (Cordell y White, 2011).

Sumado a todo esto, no se ha encontrado un sustituto adecuado para el fósforo, por ello es necesario una fuente alterna del fósforo, esto puede ser a partir del reciclaje. Siendo la recuperación de fósforo de aguas residuales, una buena alternativa para satisfacer la presente demanda (Sarvajayakesavaluy y col., 2018; Nedelciu, 2020).

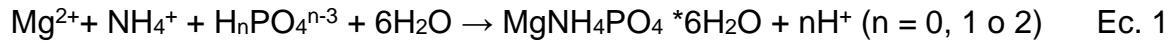
2.5 Estruvita como subproducto en la remoción de nitrógeno y fósforo en agua

La estruvita es un mineral cristalino de composición equimolar de magnesio, amoníaco y fosfato ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$). Comúnmente se encuentra en los ductos de alcantarillado de aguas residuales municipales, en los lodos de digestión anaerobios y en depósitos en descomposición de materia orgánica. Su formación espontánea representa un problema para los equipos empleados en el transporte y manejo de aguas residuales; debido a que forma una capa que obstruye su flujo y, en algunos casos, es capaz de obstruir tuberías (Fattah, 2012).

Los primeros estudios sobre las diferentes aplicaciones de la estruvita surgieron a partir del año de 1937, luego de observar por primera vez su formación en un sistema por digestión de lodos. Estas investigaciones encontraron una aplicación del mineral en el sector agrícola, gracias a sus múltiples ventajas como fertilizante. Zhang y col. (2017) mencionan que su moderada solubilidad en agua, la liberación lenta del fosfato a los cultivos y su bajo índice de salinidad en el suelo posicionan a la estruvita como un fertilizante con mejores cualidades en comparación de los fertilizantes convencionales (Le Corre y col., 2009).

La remoción de contaminantes nitrógeno y fósforo por cristalización de estruvita, constituye una vía económica y eficiente que ocurre de manera natural en dos pasos. En un inicio la interacción del Mg^{2+} , NH_4^+ y PO_4^{3-} a pH alcalinos genera una nucleación (partículas cristalinas intermediarias), posteriormente la presencia de

partículas cristalinas de estruvita satura la solución, para después comenzar el periodo de crecimiento de los cristales del mineral de acuerdo con la Ec. 1 (Zhang y col., 2017).



Tradicionalmente, la remoción de nitrógeno y fósforo en forma de estruvita se realizaba de dos formas:

- Química: Emplea sales de magnesio que se enlaza con los nutrientes, seguido de una precipitación para posteriormente ser removidos por filtración.
- Biológica: Utiliza la capacidad microbiana para degradar contaminantes de nitrógeno y fósforo a compuestos simples (PO_4^{3-} y NH_4^+) los cuales interactúan con el Mg del medio precipitando estruvita.

Lamentablemente, ambos métodos tienen grandes desventajas como el incremento de sales de Mg en el agua tratada, en el caso del proceso químico y un aumento en la generación de lodos y grandes tiempos requeridos para la formación de estruvita para el proceso biológico. Es por ello, que se han investigado distintas formas de precipitar el mineral, siendo el uso de los procesos electroquímicos una alternativa para su producción (Le Corre y col., 2009; Parvez y Chowdhury, 2015).

La precipitación electroquímica de estruvita constituye un método más atractivo gracias a que no se requiere mecanismos de agitación vigorosa, ni la adición de productos químicos tanto para regular el pH, como para el aumento de la disponibilidad de magnesio soluble; existen dos métodos para la precipitación de estruvita (Perera y col., 2019).

- El uso de ánodos de sacrificio donde el suministro de magnesio es proporcionado por el ánodo de magnesio, resolviendo de esta manera la falta del mineral en el agua a tratar.

- La utilización de ánodos dimensionalmente estables donde se emplean electrodos inertes y se requiere la adición de un óxido de magnesio (MgO) dada la carencia de este.

2.6 Factores que influyen en la precipitación electroquímica de estruvita

La formación y precipitación electroquímica de los cristales de estruvita está directamente relacionada con factores como la densidad de corriente, pH, tiempo de retención, temperatura, pureza del electrodo y la concentración de nitrógeno y fósforo. Donde las variaciones de los parámetros de operación puedan afectar directamente en el porcentaje de remoción de nutrientes y recuperación de estruvita (Zhang y col., 2019).

Zhang y col. (2017) mencionan que el aumento del voltaje mejora la eficiencia en la recuperación de estruvita teniendo como valor mínimo -0.8 V (vs Ag|AgCl) para evitar la corrosión del electrodo y poder llevar a cabo la formación de estruvita. La densidad de corriente es un parámetro el cual no debe sobre pasar un valor límite debido a que si esto llegara a ocurrir se producirá la inhibición en la cristalización de estruvita. Cai y col. (2020) mencionan que una solución ante este problema es el aumento del área activa de los electrodos teniendo como valores óptimos entre 20 y 25 mA cm^{-2} .

El pH es un parámetro clave en la precipitación de estruvita, el intervalo óptimo para su formación oscila entre 7 – 11 siendo los valores entre 8 – 10 aquellos que favorecen el crecimiento del cristal y su formación ocurre en dos fases. En un inicio se forma sulfato de magnesio, como compuesto intermediario, que posteriormente el MgHPO_4 es transformado a estruvita a medida que los valores de pH aumentan a condiciones alcalinas (Cai y col., 2020; Huu y col., 2021).

El compuesto intermediario (MgHPO_4) se forma durante las primeras tres horas del tratamiento electroquímico, en este lapso aproximadamente un 93% del fósforo disuelto en la muestra es removido mientras que solo el 13% de nitrógeno, en forma de amonio, se logra remover. Entre las 3 y 6 horas, tiempo en el cual los parámetros de pH están en un intervalo alcalino, el compuesto intermediario MgHPO_4 se

transforma a estruvita, generando un aumento en la remoción de nitrógeno alcanzando valores de remoción por encima del 85% (Kekedy y col., 2020^a).

Los sistemas electroquímicos forman estruvita bajo condiciones de temperatura ambiente, evitando el uso de sistemas de calentamiento. Pero, si en el proceso hay una entrada de calor, la temperatura del sistema será un parámetro para tener en cuenta dentro del sistema electroquímico, Wu y col. (2019) reportaron que la cristalización de estruvita a temperaturas superiores a 60 °C no es favorecida, gran parte del nitrógeno amoniacal es liberado a la atmósfera. Por otra parte, a temperaturas por encima de los 50 °C se descompone la estruvita y favorece la formación de newberyita (hidrogeno fosfato de magnesio $MgHPO_4 \cdot 3H_2O$).

Otro criterio que debe tomarse en cuenta es la composición de los electrodos a utilizar. Kékedy y col. (2020^b) argumentan que el uso de un ánodo de magnesio puro da un mejor rendimiento en la remoción de nitrógeno y fósforo, en comparación con las aleaciones de magnesio; además, la presencia de iones metálicos (hierro, calcio, zinc y aluminio), propios de la aleación de magnesio, tiene efectos adversos en el tamaño del cristal y la pureza de la estruvita.

La concentración de nitrógeno y fósforo en la muestra influyen directamente en la precipitación de estruvita, Kékedy y col. (2019) encontraron que es necesario incrementar los niveles de fósforo disuelto con ayuda de sales químicas, siempre y cuando el fósforo se encuentre en concentraciones por debajo de 199 mg L⁻¹ en el agua. Esta adición de sales de fósforo se realiza con la finalidad de favorecer la precipitación electroquímica de estruvita.

2.7 Problemas de los procesos electroquímicos

Dentro de los principales problemas asociados a los procesos de precipitación electroquímica de estruvita es la formación de una capa pasivante (aislante) en la superficie de los electrodos de magnesio. La presencia de esta capa en el ánodo tiene impacto negativo relacionados con la disolución del magnesio, el aumento en los costos de operación, la eficacia en la remoción de nutrientes en agua y, por ende, en el rendimiento en la formación de estruvita (Kekedy y col., 2021).

La formación de la capa pasivante en el ánodo es originada a partir de un proceso de corrosión, propio del sistema electroquímico, atribuido a un incremento de superficies rugosas en la superficie del electrodo. Estas capas de óxidos se producen por reacciones de oxidación en la interfaz electrodo – solución y propician la formación de especies químicas estables en el electrodo teniendo como principal modificación física la reducción del reflejo brillante característico del metal (Atrens y col., 2014; Chen y col., 2021).

La temperatura, además de afectar en la remoción de nitrógeno y fósforo, también influye en la pasivación anódica de acuerdo con los estudios reportados por Wu y col. (2019), quienes analizaron el efecto de la temperatura en la formación electroquímica de estruvita. Entre sus resultados encontraron que temperaturas superiores a los 50 °C favorecen la formación de una capa en el electrodo misma que disminuye la eficacia del proceso.

La presencia de agentes metálicos tanto en la solución como en el electrodo favorece el depósito de contaminantes en el ánodo. Especies como el cobre, plata y platino en suspensión se adhieren a la superficie del electrodo de magnesio promoviendo de este modo la velocidad de corrosión. Además, la pureza del ánodo influye en el fenómeno de corrosión, debido a que la presencia de concentraciones por encima de 5, 170 y 1000 ppm de níquel, cobre y hierro respectivamente incrementan los niveles de corrosión (Krieg y col., 2014).

Otro parámetro que encamina la pasivación anódica es la presencia de un medio alcalino en la solución, si bien los valores óptimos para la producción de estruvita son entre pH 8 a 10, este intervalo también representa un criterio para la pasivación del electrodo de magnesio. Este mecanismo de pasivación ocurre por la reacción del magnesio en solución, como producto de la desintegración del metal, con los iones hidroxilo formando hidróxido de magnesio, el cual se precipita en la superficie mojada del ánodo formando una capa blanquizca en el electrodo (Krieg y col., 2014).

La pasivación de los ánodos de sacrificio es un problema inherente a los tratamientos electroquímicos para la formación de estruvita. Estas limitaciones

encaminan futuras investigaciones para el desarrollo de mecanismos para la protección de los electrodos ante el problema de corrosión y formación de la capa aislante. Entre ellas, las técnicas electroquímicas de corriente pulsante y cambio de polaridad son herramientas viables en los procesos de electrocoagulación para reducir el grado de corrosión y evitar los problemas de pasivación (Esmaily y col., 2017).

2.8 Estrategias para la protección anódica

Comúnmente, el flujo de corriente eléctrica usada en la mayoría de los sistemas electroquímicos es de corriente continua (en un solo sentido). Sin embargo, hay estudios donde se ha probado la corriente alternante (flujo eléctrico que se da en dos sentidos). La aplicación de corriente alternante posee dos grandes beneficios en comparación con la corriente directa, los cuales son consumo energético ligeramente menor y misma eficiencia de remoción de contaminantes (Vepsäläinen y Sillanpää, 2020).

Este efecto de invertir la dirección de corriente (polaridad) en una celda electroquímica a intervalos de tiempos regulares alarga la vida de los electrodos debido a que disminuye su consumo en los procesos electroquímicos. De igual forma, los cambios periódicos de cátodo a ánodo y viceversa generan, en caso de utilizar ánodos de sacrificio, una disolución baja de un solo electrodo debido a que la disolución de la especie química reactante de interés se dividirá entre los dos electrodos en intervalos de tiempo similares (Cerqueira y col., 2014).

De igual forma, el uso de estos pulsos alternos, técnica también referida como polaridad alternante (PA), suministra al sistema electroquímico pequeños estímulos eléctricos en forma de pulsos que reducen la formación de la capa pasivante. El uso de esta técnica, además de prevenir la pasivación de los electrodos, también favorece en una disminución en el consumo de energía eléctrica y la formación de los óxidos en el ánodo (Mao y col., 2008).

Las principales áreas de aplicación de las técnicas de PA se encuentran en los procesos de electrocoagulación (EC) como un método preventivo ante los

problemas de pasivación en los electrodos de Fe y Al. Yang y col. (2015) mencionaron que la implementación de PA en los procesos de electrocoagulación redujeron el desgaste de los electrodos de sacrificio (ánodo) y se logró su consumo uniforme (Eyvaz y col., 2014).

La eficacia de la técnica de PA se debe a la utilización uniforme de ambos electrodos durante el tratamiento electroquímico que por medio de los pulsos eléctricos y el uso de corriente alterna reduce la formación de contaminantes depositados en los electrodos. Schotten y col. (2021) describieron que esta técnica mejora la resistencia de los electrodos al sustrato ante su posible corrosión provocando de este modo un aumento en la utilización de los electrodos y el rendimiento de la reacción a largo plazo.

Un estudio realizado por Eyvaz (2016) mostró que el uso de PA dio una mejor eficiencia de remoción de contaminantes provenientes de un agua residual de una cervecera. Los resultados en el estudio indicaron que la técnica de polaridad alternante en un tratamiento de EC era un 20% más eficiente y un 50% más rápido en la eliminación de la DQO, con respecto a la técnica convencional de corriente continua. Además, que otro punto favorable es que en el tratamiento con PA no es necesario remover los electrodos para su mantenimiento debido a que estos no se pasivaron durante el proceso electroquímico.

Hasani y col. (2019) y Sattler y col. (2020) mencionan en sus resultados que la aplicación de PA en procesos de EC disminuía el gradiente de pasivación en los electrodos conforme se incrementa la frecuencia de los pulsos. De este modo se evita el depósito de productos secundarios en los electrodos, por otra parte, la eficacia en la remoción de contaminantes es similar a los procesos con corriente continua, pero con la ventaja de que el gasto energético consumido en PA representa una tercera parte que en la corriente continua.

3. HIPÓTESIS

El uso de un sistema electroquímico de polaridad alternante mejorará los porcentajes de remoción de nitrógeno amoniacal (N_{Total}) y fosfatos (P_{Total}) en una muestra sintética de $NaNH_4HPO_4$ en comparación con los métodos electroquímicos convencionales (no alternante); además de la protección de los electrodos contra la pasivación.

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo general

Evaluar el efecto de la polaridad alternante en un sistema electroquímico para la producción de estruvita y remoción de nitrógeno amoniacal y fosfatos en agua contaminada.

4.2 Objetivos específicos

- Estudiar el efecto de la intensidad de corriente y la distancia de los electrodos en la remoción de nitrógeno amoniacal y fosfatos.
- Determinar el efecto de la frecuencia de polaridad alternante en la remoción de nutrientes, la formación de estruvita y la pasivación de los electrodos en un sistema electroquímico de polaridad alternante.
- Calcular la cinética de formación de estruvita y eliminación de nitrógeno amoniacal y fosfatos en un sistema electroquímico de polaridad alternante.

5. METODOLOGÍA

5.1 Sitio de estudio

El presente trabajo se realizó dentro de las instalaciones del Centro de Investigación en Química para la Economía Circular (CIQEC) en la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Querétaro, con las siguientes coordenadas geográficas 20°35.24'14.4" N y 100°24'25.2" E.

5.2 Muestra problema

La muestra problema utilizada en todos los experimentos fue de una matriz sintética que consistió en una solución 0.05 mol L⁻¹ de NaNH₄HPO₄, grado reactivo (J.T. Baker) la cual contuvo una concentración de 1 g L⁻¹ de NaCl como electrolito soporte (Kékedy y col., 2020^a).

5.3 Mantenimiento de los electrodos

Los electrodos antes de ser utilizados en cada prueba se lijaron con una lija de grano fino 360 para eliminar las impurezas de la superficie, después se realizó un enjuague con agua desionizada y se colocaron por 10 minutos en una solución 1:3 de H₂O₂ (9.8 mol L⁻¹) y H₂SO₄ (11.8 mol L⁻¹) grado reactivo ambos (MEYER) (Pinto y col., 2020).

5.4 Esquema de la celda electroquímica

La celda electroquímica que se utilizó en todos los experimentos presentes fue de material de polietileno con capacidad máxima de 200 mL, con un volumen de trabajo de 150 mL. Se integró un sistema de agitación constante a una velocidad de 220 rpm (Hug y Udert, 2013; Kékedy y col., 2019). Se utilizaron electrodos de magnesio de aleación AZ31B y acero inoxidable 316 como ánodo y cátodo respectivamente con un área superficial de trabajo de 9 cm², tal y como se muestra en la Figura 3 (Kékedy y col., 2020^a).

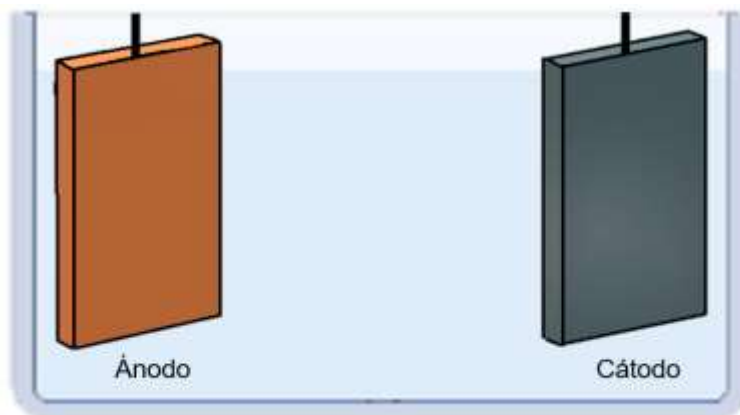


Figura 3. Esquema de la celda electroquímica tomado de Chen y col. (2021).

5.5 Técnicas analíticas generales

5.5.1 Toma de muestra y pretratamiento

Se recolectaron 5 mL de la muestra los cuales se depositaron en tubos de ensaye para posteriormente centrifugar a 1500 rpm por 5 min de acuerdo con lo mencionado por la NOM-003-ECOL-1997 (Eppendorf 5415-D).

5.5.2 Determinación espectrofotométrica de fosfatos (NMX-AA-029-SCFI-2001)

Se prepararon 5 mL de KH_2PO_4 0.005 mol L^{-1} grado reactivo (Karal), 25 mL de la solución acida (7.5 mL H_2SO_4 concentrado y 0.1 mL de HNO_3 concentrado ambos grados reactivos (MEYER), 50 mL de molibdato de amonio a 0.02 mol L^{-1} grado reactivo Karla y 10 mL de la solución estaño-glicerol (10 mL glicerol y 0.25 ± 0.003 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ambos grado reactivo (J.T. Baker).

Se adicionaron 0.2 mL de la solución de molibdatos y 0.025 mL de la solución glicerol-estaño, se agitaron vigorosamente con ayuda de un vortex después de cada adición. Se dejaron reposar por 10 min y luego se midieron en un espectrofotómetro uv-vis VE 5100UV Científica Vela Quin S. de R.L. de C.V. a 690 nm.

Se tomó un volumen de 5 mL de cada una de las muestras, a las cuales se les

adicionó una gota de ácido sulfúrico concentrado, 0.1 mL de la solución ácida y 0.04 ± 0.005 g de persulfato de amonio grado reactivo J.T. Baker, se agitó con ayuda de un vortex Mixer S8223-1 y se dejaron digerir por 90 min. Las muestras se pusieron a enfriar y luego se aforaron a 10 mL donde hasta la marca indicada en el matraz. Se tomaron 2 mL de esta muestra y se colocó el volumen en tubos de ensayo, a cada tubo se le adicionaron 0.2 mL de la solución de molibdato de amonio y 0.025 mL de la solución glicerol-estaño, las muestras fueron agitadas con ayuda del vortex después de cada adición. Se dejó reposar la muestra por 10 min y luego se midió la absorbancia a 690 nm.

5.5.3 Determinación espectrofotométrica de nitrógeno en forma de amoniaco

Se prepararon 5 mL del reactivo de Nessler, colocando 0.7 g de HgI_2 grado reactivo J.T. Baker en un vaso de precipitado y calentarlo hasta ebullición, esta solución se filtró y se colocó en un matraz volumétrico de 5 mL. Posteriormente se le adicionó 0.7 g de KI grado reactivo J.T. Baker y aforado hasta la marca indicada por el matraz; el matraz fue rotulado como solución 1.

Posteriormente se pesaron 1.6 g de NaOH grado reactivo Golden Bell y se colocó en un matraz volumétrico de 5 mL y se aforó con agua destilada hasta la marca de aforo; esta solución fue rotulada como solución 2. Finalmente, las soluciones 1 y 2 se mezclaron en un vaso de precipitado con agitación constante por 15 min y se depositaron en un frasco ámbar (reactivo de Nessler).

Se colocaron 5 g de tartrato de sodio y potasio grado reactivo J.T. Baker (sal de Rochela) en un vaso de precipitado de 10 mL el cual se puso a calentar hasta ebullición. Posteriormente se dejó enfriar a temperatura ambiente y se colocó en un matraz volumétrico de 10 mL donde se aforaron con agua destilada hasta la marca indicada.

Se adicionó 2 μ L de la sal de rochela y se agitó con ayuda de un vortex por 15 s. Después se adicionaron 30 μ L del reactivo de Nessler agitando nuevamente en el vortex por 15 s. Se dejó reposar por 10 min y luego se tomó lectura en un espectrofotómetro uv-vis a 410 nm.

Se tomó un volumen de 1 mL de cada una de las muestras, a las cuales se les

adicionaron 2 μL de la sal de rochela y 30 μL del reactivo de Nessler, las muestras fueron agitadas con ayuda del vortex después de cada adición. Se dejó reposar por 10 min y luego se midieron en un espectrofotómetro uv-vis a 410 nm (Pacheco, 2018).

5.5.4 Determinación de magnesio en forma de estruvita

Se colocaron cápsulas de porcelana en una estufa Rios Rocha S.A. 303554 RIOSSA a 105 ± 5 °C durante 20 min. Posteriormente las cápsulas de porcelana se colocaron dentro de un desecador por 20 min para dejar enfriar a temperatura ambiente. El manejo de las cápsulas de porcelana se realizó por medio de pinzas. Las cápsulas se pesaron utilizando una balanza analítica AND HR-200 el peso se anotó y nuevamente se repitió el proceso mencionado en el párrafo anterior hasta obtener una diferencia $\leq 0,0005$ g en dos pesadas consecutivas y se registró como m_1 .

Se colocó un papel filtro cualitativo Whatman grado 40 dentro del horno y sobre un pedazo de papel aluminio comercial Alukings limpio a 30 ± 2 °C durante 20 min. Transcurrido el tiempo se transfirió dentro de un desecador por 20 minutos para dejar enfriar a temperatura ambiente. Posteriormente se pesó el papel filtro sobre el aluminio en la balanza analítica hasta obtener una diferencia de pesos $\leq 0,0005$ g en dos pesadas y se anotó como m_2 .

La muestra se filtró al vacío con ayuda de un embudo buchner, un matraz Kitasato y una bomba de aire ARSA AR-1500. El filtrado se colocó sobre la cápsula de porcelana y dentro de una estufa caliente a 30 ± 2 °C evitando la descomposición de la estruvita (Wu y col, 2019) por 1 h hasta eliminar todo rastro de humedad.

Finalmente, el crisol se colocó dentro del desecador por 20 min para dejarlo enfriar a temperatura ambiente y se pesó con ayuda de la balanza analítica registrando su peso como m_3 . El contenido de sólidos en forma de estruvita se determina a partir de la siguiente fórmula NMX-AA-034-SCFI-2015:

$$m_{\text{estruvita}} = m_3 - m_2 - m_1$$

Ec. 2

5.5.5 Determinación de magnesio en forma de Mg²⁺

Se tomó la muestra del residuo filtrante obtenido en el tratamiento de la sección 5.6.1 tomando una alícuota de 50 mL, a la cual se le añadió 1 mL de la solución amortiguadora cuidando que los valores de pH estuvieran en 10 ± 0.1 utilizando un multiparamétrico Apera PC 60.

Posteriormente se le adicionaron 0.2 ± 0.001 g del indicador negro de eriocromo grado reactivo SIGMA y se pasó a titular con una disolución de EDTA grado reactivo SIGMA a 0.01 mol L^{-1} con agitación constante hasta el cambio de viraje de color rojizo a azul. La concentración de Mg diluido se determinó usando la siguiente fórmula NMX-AA-072-SCFI-2001:

$$\text{mg disueltos (mg L}^{-1}\text{)} = \frac{(A-B)*C*1000}{D} \quad \text{Ec. 3}$$

A: mL de EDTA gastados en la muestra

B: mL de EDTA gastados en el blanco

C: mg equivalentes de mg a 1 mL de EDTA

D: mL de la muestra utilizados.

5.5.6 Determinación de pérdida de masa del electrodo de magnesio

Previo al estudio electroquímico se pesó el electrodo de magnesio en la balanza analítica y se registró su masa como mMg_{1a} y mMg_{1b} . Posteriormente, cuando el proceso electroquímico concluyó se pesaron los electrodos y se registró como mMg_{2a} y mMg_{2b} respectivamente. La cantidad de magnesio disuelto se calculó a partir de la siguientes formulas (Hug y Udert, 2013).

$$mMga = mMg_{1a} - mMg_{2a} \quad \text{Ec. 4}$$

$$mMgb = mMg_{1b} - mMg_{2b} \quad \text{Ec. 5}$$

5.5.7 Determinación teórica de la cantidad de magnesio disuelto en el tratamiento electroquímico

Para evaluar la cantidad de magnesio que se disolvió en los electrodos se aplicó la fórmula de la tercera ley de Faraday de la electrolisis.

$$m = \frac{Eq}{F} \cdot I \cdot t \quad \text{Ec. 6}$$

$\frac{Eq}{F}$: Equivalente electroquímico del magnesio (1.044 g A⁻¹ h⁻¹)

I: Intensidad de corriente aplicada (A)

t: Tiempo (h)

5.6 Estudio del efecto de pasivación anódica en un sistema electroquímico convencional para la formación de estruvita

5.6.1 Estudio y selección de la intensidad de corriente

Se realizó un estudio de voltamperometría lineal, usando como medio la muestra problema y el electrodo de magnesio como el electrodo de trabajo, mencionados en el punto 5.3, en un potenciostato galvanostato (BAS Epsilon) con una ventana de -1.6 a 1 V. A partir de este estudio, se determinó las intensidades de corriente que servirán para evaluar el efecto de pasivación anódica, remoción de nitrógeno y fósforo y producción de estruvita; mostrando en la Figura 4 el esquema a utilizar (Hug y Udert, 2013).

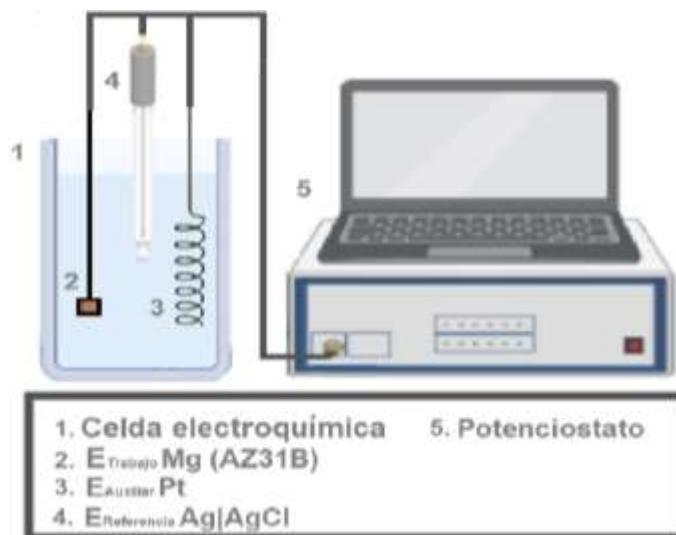


Figura 4. Esquema del sistema electroquímico en la prueba de voltamperometría lineal, modificado de Hug y Udert, 2013.

Cuadro 1. Condiciones electroquímicas para la técnica de voltamperometría lineal.

Parámetro	Rango
E_{inicial}	-1650 mV
E_{final}	1200 mV
Velocidad	1 mV s^{-1}
$E_{\text{intervalo de muestra}}$	1 mV
Muestra	$\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \text{ } 0.05 \text{ mol L}^{-1}$
Electrolito soporte	$\text{NaCl } 1 \text{ g L}^{-1}$

Una vez localizados los potenciales de estudio, se siguió la metodología propuesta por Echeverría y col., 2003 para determinar el valor de los potenciales utilizando un electrodo de referencia Ag|AgCl y un multímetro, tal como se representa en el esquema en la Figura 5.

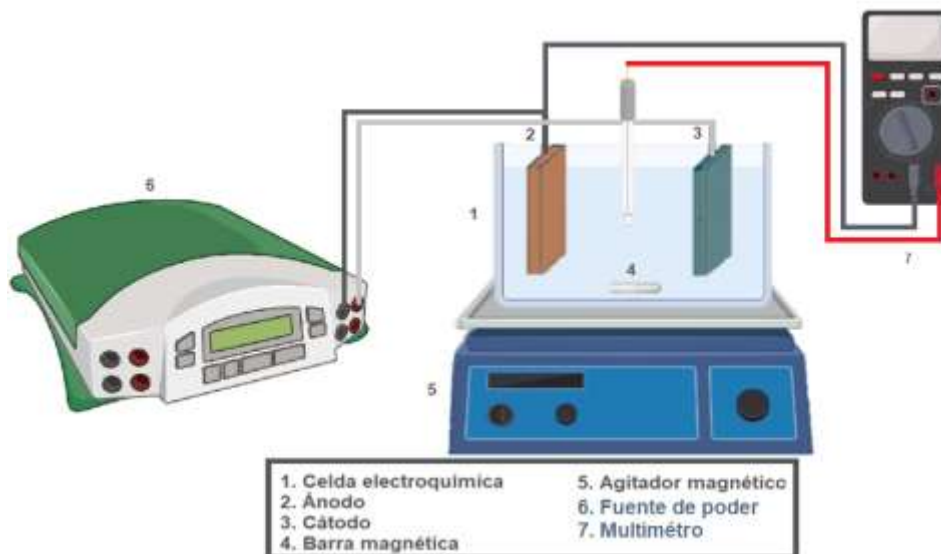


Figura 5. Esquema electroquímico utilizado para la determinación de las distintas intensidades de corriente de estudio a partir de los potenciales eléctricos.

5.6.2 Diseño de experimentos para el sistema electroquímico convencional

Se realizó un análisis de varianza de una vía, de acuerdo con lo mencionado por Leardi (2009), donde se estudió la interacción de tres variables (corriente eléctrica, concentración de contaminantes y distancia entre los electrodos) en la remoción de nitrógeno y fósforo y producción de estruvita como se presenta en el Cuadro 2.

Cuadro 2. Variables de estudio en el sistema electroquímico convencional.

E° vs Ag AgCl KCl _{Saturado} (V)	[NaNH ₄ HPO ₄] (mol L ⁻¹)	Distancia (cm)
-1.145		
-0.522	0.250	3
-0.406	0.050	5
-0.316	0.005	

5.7 Estudio de la corrosión en el ánodo

El estudio de pasivación se realizó por la técnica de corrosimetría de polarización lineal a partir del potenciostato VSP-300 utilizando un electrodo de grafito como cátodo y los electrodos de magnesio AZ31B como ánodo con un área electroactiva de 0.001 cm^2 , una ventana de potencial de -10 a 10 V , con una velocidad de barrido de 0.166 mV s^{-1} y una solución de 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$.

5.8 Estudio del efecto de pasivación anódica y remoción de nitrógeno y fósforo en un sistema electroquímico de polaridad alternante para la formación de estruvita

En este estudio se evalúa la pasivación de los electrodos a partir del efecto de la frecuencia de pulsos (polaridad alternante). Para este estudio se utilizaron dos electrodos de magnesio AZ31B como ánodo y cátodo, con un área superficial de trabajo de 9 cm^2 en una celda electroquímica bajo las mejores condiciones de producción de estruvita y remoción de nitrógeno y fósforo encontradas en la sección 6.6.2. Se estudiaron valores de frecuencia de $10, 1, 0.1, 0.01$ y 0.001 Hz siguiendo la metodología propuesta por Eyvaz y col. (2009); mostrando el esquema del proceso de aplicación de pulsos electroquímicos de la Figura 6.

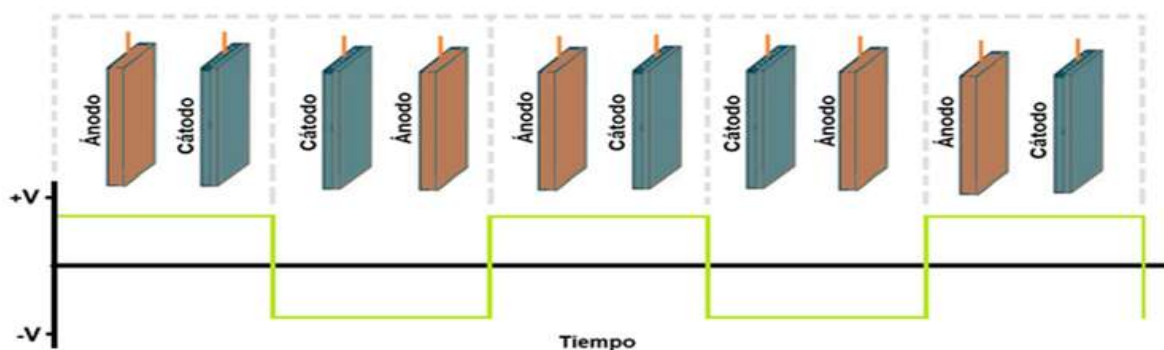


Figura 6. Esquema de polaridad alternante tomado de Eyvaz (2016).

5.9 Estudio de la cinética de eliminación de nitrógeno y fósforo en un sistema electroquímica de polaridad alternante

Se realizó un monitoreo de la remoción de nitrógeno y fósforo en un sistema electroquímico de polaridad alternante y uno convencional durante un lapso de 6 h. Para cada estudio se monitoreó el pH de la muestra sintética en 3 zonas distintas (regiones cercanas al ánodo y cátodo y zona intermedia) y las mediciones de nitrógeno y fósforo se realizarán de acuerdo con lo mencionado en los puntos 6.5.2 y 6.5.3 respectivamente. Para el estudio de la cinética de eliminación de ambos nutrientes se siguió la metodología mencionada por Danaee y col. (2021).

5.10 Análisis estadístico

Con los datos obtenidos en la sección 5.6.2, se realizó un análisis estadístico de varianza de una vía (ANDEVA) utilizando la prueba de Tukey para determinar diferencia significativa en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos para cada intensidad de corriente. Posteriormente, se realizó un estadístico t de Student para comparar el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos presentes en el sistema electroquímico convencional comparado con el sistema electroquímico de polaridad alternante. Para ambas pruebas estadísticas se utilizó el software Minitab 19 a un nivel de confianza de 95 %.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1 Estudio voltamperométrico del electrodo de magnesio

Para la determinación de las distintas intensidades de corriente utilizadas en el presente trabajo se realizó un estudio de voltamperometría, esta técnica proporcionará información sobre el comportamiento del ánodo en la muestra problema de acuerdo con la variación de la corriente eléctrica aplicada misma que produce diferentes procesos en el electrodo de magnesio. Durante este estudio se logró observar cuatro cambios físicos en el ánodo en diferentes potenciales, así mismo, en la celda electroquímica los cuales fueron, la formación de burbujas en la superficie del electrodo de trabajo, la presencia de un mineral cristalino en un rango de potencial entre los -1.34 y -0.30 V vs Ag|AgCl, esto último concuerda con los valores reportados por Skowron y col., 2020.

La Figura 7 se muestra el voltamperograma del electrodo de magnesio donde se pueden observar diferentes procesos físicos asociados a los cambios de potencial en el sistema y su incremento en la corriente. Suitana y Greenlee (2022) mencionan que estos aumentos pronunciados en la corriente del voltamperograma se deben principalmente a cambios en la superficie del electrodo, principalmente a la acumulación de los sólidos en la superficie del electrodo, mismo que altera la cinética electroquímica. De misma manera, la formación de la capa pasivante y picaduras en el electrodo genera un aumento en la densidad de corriente.

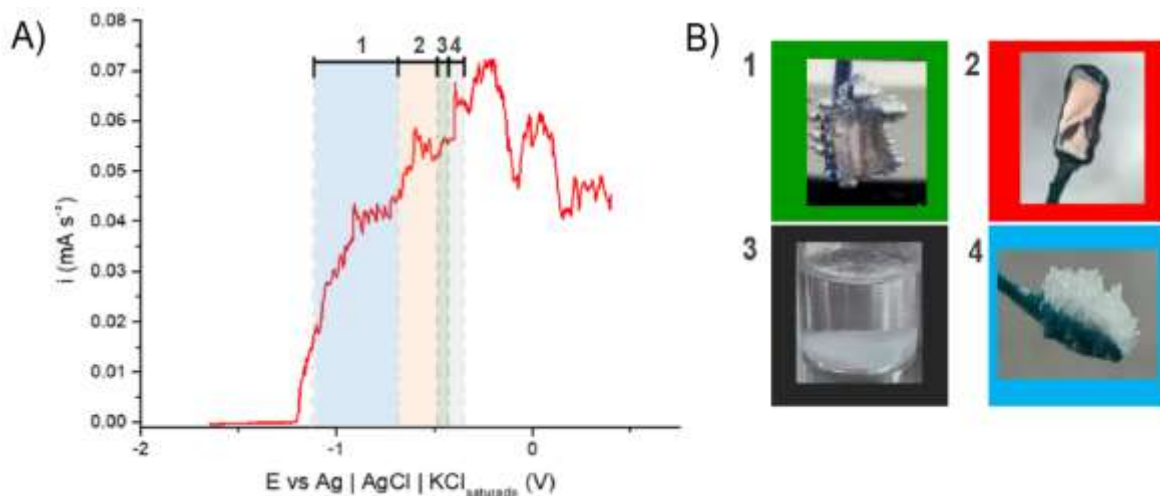


Figura 7. Voltamperometría lineal de una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.05 mol L^{-1} , $E_{\text{Trabajo}} = \text{Magnesio}$, $E_{\text{Auxiliar}} = \text{Platino}$, $E_{\text{Referencia}} = \text{Ag|AgCl}$, $\text{pH} = 7.5$, velocidad de barrido 0.1 V s^{-1} b) Fotografías de los efectos presentados en el electrodo de trabajo en las diferentes zonas de potencial.

Gracias a la observación y a las variaciones del voltamperograma de la Figura 7 A) se lograron identificar cuatro zonas dentro de los valores de potencial previamente establecidos, mismos que se pueden observar en la Figura 7 B) los cuales fueron nombrados como:

- 1) Zona de burbujeo: En esta región se logró observar la formación de pequeñas burbujas en la superficie del electrodo de trabajo dentro de los -1.21 a $-0.91 \text{ V vs Ag|AgCl}$.
- 2) Zona de picado: Aquí la superficie del electrodo comenzó a pasar de un estado liso a uno rugoso y tenía pequeños orificios “picaduras” en toda su cavidad expuesta a la solución y se observó dentro de los rangos de -0.84 a $-0.53 \text{ V vs Ag|AgCl}$.
- 3) Zona de estruvita: Esta zona fue nombrada así debido a que, a partir de un potencial eléctrico superior a los $-0.52 \text{ V vs Ag|AgCl}$, comenzaba a formarse un sólido cristalino de aspecto blanco en el fondo de la celda galvánica, mismo que Hug y Udert (2013) reportaron a potenciales similares y con las mismas características morfológicas.

- 4) Zona de pasivado: Finalmente, en esta región se logró observar la formación de una capa blanca en la superficie del electrodo de trabajo (-0.43 V vs Ag|AgCl) misma que, con el aumento en la corriente eléctrica, tiende a aumentar su grosor (-0.31 V vs Ag|AgCl).

De igual forma, en el voltamperograma, podemos apreciar una disminución en la corriente eléctrica a partir de la zona de pasivado (> -0.31 V vs Ag|AgCl). Este fenómeno también ha sido reportado por Kékedy y col. (2021) los cuales mencionan que la disminución al potencial eléctrico es respuesta a la formación de cristales en la superficie del electrodo (efecto de pasivación), misma que tendrá un efecto negativo en la eficiencia de remoción de fosfatos y amonio, y un aumento en el costo de operación al incrementar el consumo energético.

Una vez analizados los resultados de la voltamperometría lineal, se seleccionó un punto representativo en cada una de las zonas anteriormente descritas, como valor de interés para los siguientes estudios, mismos que se presentan en el Cuadro 3 y son similares a los reportados por Hung y Udert (2013) en un estudio realizado donde se utilizó como muestra problema orina humana.

Cuadro 3. Comparación de los potenciales de estudio seleccionados en las diferentes zonas del voltamperograma de voltamperometría lineal y los reportados en otro estudio.

Zona	Potencial (V) vs Ag AgCl	
	Hung y Udert, 2013	
1	-1.145	-1.200
2	-0.522	-0.600
3	-0.406	---
4	-0.316	-0.200

Nota: --- valor no reportado en el estudio

De acuerdo con los potenciales presentados en el Cuadro 3, estos fueron utilizados para aplicarse siguiendo la metodología descrita en el punto 5.7.1, el cual fue planteado para seleccionar de las intensidades de corriente correspondientes a cada potencial eléctrico de las cuatro zonas de estudio descrito en el Cuadro 3 y con base al esquema de la celda electroquímica de la Figura 5, se prosiguió a encontrar los valores de corriente eléctrica necesarios que se deben aplicar en el sistema electroquímico para cada potencial eléctrico, mostrando los valores de intensidad de corriente en el Cuadro 4.

Cuadro 4. Valores de corriente eléctrica (galvanostática) aplicados en la celda electroquímica equivalentes al potencial eléctrico (potenciostato) en una solución de $\text{NaNH}_4\text{PO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.05 mol L^{-1} .

Zona	Potencial (V vs)	<i>i</i> (mA)
1	-1.145	5
2	-0.522	45
3	-0.406	53
4	-0.316	61

En el Cuadro 4 podemos observar una relación entre el potencial eléctrico y la intensidad de corriente, esto debido a que es necesario un valor de corriente eléctrica mayor para poder alcanzar los valores de potenciales eléctricos de cada zona. Echeverría y col. (2003) mencionan que la utilización de un electrodo de referencia y un multímetro, en combinación de la variación de intensidad de corriente y/o corriente eléctrica de una fuente de poder puede ser utilizado como un método de monitoreo y, de igual forma, para verificar que se está suministrando un valor equivalente a un potencial potenciostático; encontrando de esta forma las cuatro intensidades de corriente necesarias para el estudio.

6.2 Evaluación de la intensidad de corriente aplicada en la remoción de amoníaco y fosfatos y la formación de estruvita

A partir de los datos presentados en el Cuadro 4, se analizó el efecto de remoción de fosfatos y amonio, obtenidos a cada intensidad de corriente estudiada, estos valores correspondientes a cada intensidad de corriente se muestran en la Figura 8. Estos porcentajes de remoción varían de 21.12 a 90.85 % para el caso del fósforo y van de 30.57 a 80.85 % para el nitrógeno. Entre las 4 intensidades de corriente eléctrica estudiadas, al aplicar 65 mA se obtuvieron los valores de remoción más altos para amonio y fosfatos (90.85 % y 80.85 % respectivamente). Este fenómeno también fue registrado por Tan y col. (2020) quienes reportaron un mayor porcentaje de remoción de fosfatos y amonio cuando la intensidad de corriente era mayor después de 30 minutos; en su estudio mencionan que el incremento en el porcentaje de remoción se debe a que el aumento de la intensidad de corriente favorece la disolución del ánodo, mismo que promueve la presencia de Mg^{2+} en la solución.

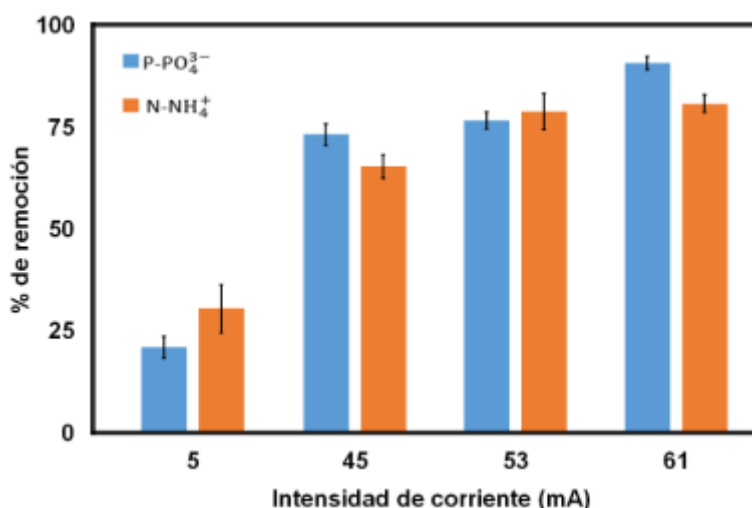


Figura 8. Resultados del estudio de la influencia de la intensidad de corriente aplicada en la remoción de $P-PO_4^{3-}$ y $N-NH_4^+$ una solución $NaNH_4PO_4 \cdot 4H_2O$ 0.05 mol L^{-1} .

Por su parte, Tan y col. (2019) explican este hecho al asociar el aumento de la corriente eléctrica con el incremento en la liberación de magnesio en el ánodo, en forma de Mg^{2+} , especie química que es indispensable para la formación de la

estruvita y, por ende, esencial para lograr la remoción de amonio y fosfatos a partir de la técnica presente en este trabajo.

En la Figura 8 también podemos notar que la intensidad de corriente correspondiente a los 5 mA (correspondiente a la zona de burbujeo) tiene los porcentajes de remoción más bajos en comparación con las otras tres corrientes aplicadas en el estudio, alcanzando valores de 21.12 y 30.57 % para fosfatos y amonio respectivamente. Hung y Udert (2013) reportan un efecto similar y explican que este efecto es debido a que el potencial eléctrico presente en esta zona no es lo suficientemente alto para poder suministrar una cantidad necesaria de magnesio soluble (Mg^{2+}) a la celda electroquímica; los mayores porcentajes de remoción de amonio y fosfatos se alcanzan en valores de potencial superiores a la zona de picado.

De igual forma, los valores de porcentaje de remoción de amonio y fosfatos se traducen en un aumento en la formación de estruvita (sólido cristalino electroquímicamente formado a partir de esta técnica). Zhang y col. (2019) reportan resultados similares en su estudio, donde dicen que un aumento en la corriente del electrodo de Mg traerá consigo un aumento en la pérdida del peso del electrodo y un incremento en la producción de estruvita, así como mejoras en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos, estos resultados se pueden observar en los Cuadros 5 y 6.

Cuadro 5. Variación de la pérdida de masa teórico y experimental del ánodo de Mg en cada intensidad de corriente de una solución $NaNH_4HPO_4$ [0.05 mol L⁻¹].

I (mA)	Peso perdido del ánodo (g)	
	Teórico	Experimental
5	0.0313	0.0208 ± 0.0025
45	0.2818	0.1281 ± 0.0015
53	0.3301	0.1612 ± 0.0052
61	0.3821	0.2065 ± 0.0065

Cuadro 6. Variación de la formación del sólido (estruvita) teórico y experimental presente en cada intensidad de corriente de una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ [0.05 mol L^{-1}].

I (mA)	Estruvita (g)		Rendimiento (%)
	Teórico	Experimental	
5	0.3161	0.1615 ± 0.0074	51.10
45	1.8405	1.3978 ± 0.0037	75.95
53	1.8405	1.6297 ± 0.0211	88.55
61	1.8405	1.7156 ± 0.0076	93.21

En el Cuadro 6 podemos observar una relación directa entre la producción de estruvita con el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos, esto debido a que el valor de intensidad de corriente de 65 mA tiene los mayores porcentajes de remoción de los contaminantes modelo de este trabajo ($90.85 \% \text{ P} - \text{PO}_4^{3-}$ y $80.85 \% \text{ N} - \text{NH}_4^+$) y formación de estruvita (93.21%) como consecuencia a una mayor liberación de magnesio a partir de la disolución del ánodo.

Además, en el Cuadro 6, podemos observar que la cantidad del sólido formado electroquímicamente en las intensidades de corriente superiores a 45 mA tiene los mismos valores teóricos. Esto se debe principalmente a que la concentración de magnesio obtenida a partir de la disolución del ánodo en estos ensayos es superior a la concentración del contaminante ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.05 mol L^{-1}), y por lo tanto en estas condiciones el fosfato y el amonio sean los reactivos limitantes.

De la misma manera, una consecuencia negativa al aumento de la corriente eléctrica es la formación de una capa blanca en la superficie del ánodo. Hung y Udert (2013) mencionan que la capa pasivante tiende a formarse a potenciales eléctricos por encima de -0.8 ; se puede observar el cambio en la superficie del electrodo en la Figura 9.

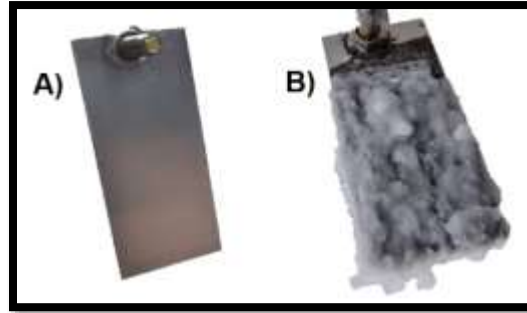


Figura 9. Cambios en la superficie del ánodo de Mg AZ31B en una solución $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.05 mol L^{-1} y 53 mA en A) $t=0$ y B) $t=6$ horas.

La formación de esta capa perjudica, además de la eficiencia de la remoción de amonio y fosfatos, el consumo de energía debido a que la corriente eléctrica tiende a aumentar para poder satisfacer la demanda de carga eléctrica en la celda como consecuencia del incremento de la resistencia como resultado a la formación de la capa pasivante en la superficie del ánodo. Chen y col. (2021) reportaron que esta capa es una consecuencia no deseada durante el proceso de formación de la estruvita electroquímicamente, misma que tiende a reducir el área electroactiva en los electrodos. En la Figura 10 podemos apreciar el efecto del aumento en el consumo de corriente eléctrica suministrado a la celda, mismo que a valores de 5 mA no se percibe debido a que no existe crecimiento cristalino en la superficie del ánodo.

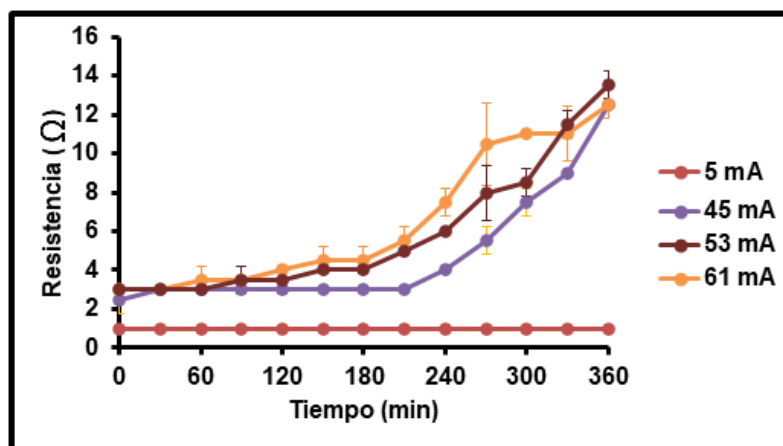


Figura 10. Evolución de la corriente eléctrica en función del tiempo en una solución 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a diferentes intensidades de corriente.

En la Figura 10 podemos observar que la intensidad de corriente de 5 mA no hay un aumento en el voltaje de la celda, esto lo podemos atribuir a la ausencia de la capa pasivante en la superficie del ánodo. Por otro lado, se puede apreciar un aumento en el voltaje eléctrico a intensidades de corriente de 45, 53 y 61 mA siendo esta variación registrada después de formarse la capa pasivante en el ánodo misma que se puede observar en la Figura 11.

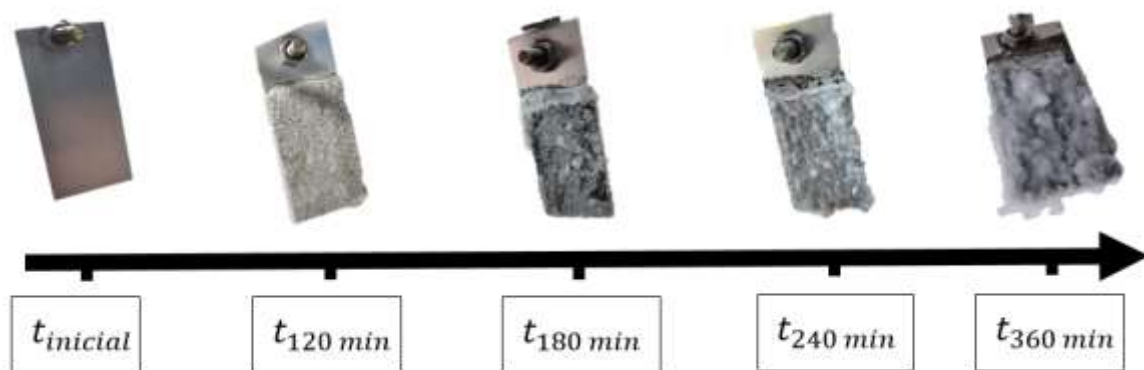


Figura 11. Formación de la capa pasivante en el ánodo de magnesio (AZ31B) a través del tiempo en una solución de 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ y 61 mA.

Para calcular el efecto en el consumo eléctrico (ECE) en cada intensidad de corriente se utilizó la siguiente ecuación:

$$\text{ECE (kW/m}^3\text{)} = \frac{P \cdot t}{V \cdot 1000} \quad \text{Ec.7}$$

Donde:

- $P = \text{Potencia (W)} = V \int_{t_1}^{t_2} I \, dt$
- $t = \text{tiempo (horas)}$
- $V = \text{Volumen (m}^3\text{)}$

Posteriormente, se calculó el costo total energético (CTE) utilizando el precio del consumo energético de una microempresa en México en enero del 2023 a partir de la siguiente ecuación:

$$\text{CTE } (\$/\text{m}^3) = \text{ECE} * 0.911 \text{ } \$/\text{kW} \quad \text{Ec.8}$$

Los resultados obtenidos del costo de tratamiento para cada intensidad de corriente se presentan en el Cuadro 7. Donde podemos observar un aumento en el precio por metro cúbico al incrementar la intensidad de corriente.

Cuadro 7. Costo total del tratamiento electroquímico para cada intensidad de corriente utilizando electrodos de magnesio (AZ31B) y acero inoxidable (316) en una solución $0.05 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNH}_4\text{HPO}_4$.

i (mA)	\$/m³
5	0.19
45	8.61
53	12.60
61	15.87

6.3 Optimización de intensidad de corriente en el reactor electroquímico para la producción de estruvita

Para determinar la intensidad de corriente que favorezca al sistema electroquímico propuesto, se evaluaron diferentes parámetros, los cuales fueron: el porcentaje de remoción de nitrógeno amoniacal y fosfatos, la concentración de magnesio residual y el índice de eficiencia eléctrica.

La medición de la conductividad eléctrica fue un parámetro inicial empleado para determinar en el efecto del sistema electroquímico en la remoción del amonio y fosfato. Esto debido a que la concentración del contaminante modelo ($\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$)

tendrá un efecto en los valores de conductividad eléctrica (NMX-AA-093-SCFI-2018). Valores que se pueden observar en la Figura 12.

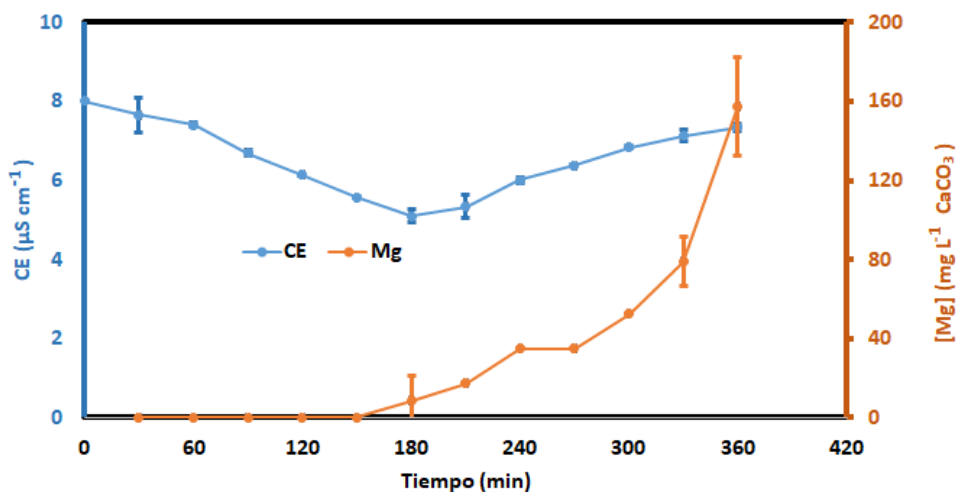


Figura 12. Evolución de la CE y la $[\text{Mg}^{2+}]$ en una muestra sintética de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.05 mol L^{-1} en un lapso de 6 horas e intensidad de corriente de 61 mA.

En la figura anterior podemos observar que la conductividad eléctrica durante los primeros 180 min disminuye, una vez transcurrido este tiempo comienza a aumentar, este efecto puede deberse a la cantidad de magnesio residual disuelto en la solución en forma de Mg^{2+} . Elemento que, junto al ion Ca^{2+} , contribuye a la dureza del agua y, al mismo tiempo, su concentración tiene un efecto directo en la conductividad eléctrica según lo mencionado por Solís-Castro y col; 2017 en un estudio entre la relación de la dureza del agua y la conductividad eléctrica en pozos y nacientes.

La concentración de magnesio en solución en cada uno de los ensayos es un criterio utilizado para la determinación de la optimización de la corriente eléctrica; los valores de Mg^{2+} se presentan en el Cuadro 7. Donde es posible observar que la concentración de magnesio tiende a aumentar con el incremento de la intensidad de corriente, efecto relacionado a lo estipulado por la tercera ley de Faraday ($m = \frac{Eq \cdot I \cdot t}{F}$), siendo no detectable únicamente en los ensayos con intensidades de corriente de 5 mA.

Por su parte podemos observar que la concentración de Mg^{2+} al aplicar 53 mA es menor a la de 45 mA, esto como consecuencia de que en este valor de corriente se ve favorecida la formación de estruvita y el magnesio disuelto del ánodo de sacrificio es empleado como un reactivo para su formación de estruvita. Por su parte, Hug y Udert, 2013 mencionan que intensidades de corriente superiores a la zona de picado liberan magnesio en exceso, mismo que ya no puede ser utilizado para forma la estruvita y solo queda como un contaminante en el agua.

Cuadro 8. Valores de la concentración de Mg^{2+} en forma de dureza del agua en una solución de $NaNH_4HPO_4$ 0.05 mol L^{-1} durante 6 horas de operación a diferentes intensidades de corriente.

I (mA)	$[Mg^{2+}]$ ($mg \text{ L}^{-1} \text{ CaCO}_3$)
5	ND
45	87.5 ± 2.17
53	70.04 ± 3.23
61	157.50 ± 4.74

Nota: ND indica valor no detectable

Los valores mostrados en el Cuadro 8 pueden ser clasificados de acuerdo con los criterios de la Organización Mundial de la Salud (OMS) mencionados en el Cuadro 9. De acuerdo con esta valoración podemos clasificar como agua moderadamente dura a los tratamientos con 45 y 53 mA y agua dura a 61 mA. La dureza del agua no representa un peligro crónico para la salud, pero concentraciones enlistadas en la categoría de agua dura tiene como efecto reseca la piel y el cabello.

Cuadro 9. Clasificación de la calidad del agua en función de la dureza expresado en CaCO_3 (OMS, 2011).

Tipo de agua	Dureza ($\text{mg L}^{-1} \text{CaCO}_3$)
Blanda	0 – 60
Moderadamente dura	61 – 120
Dura	121 – 180
Muy dura	> 180

De acuerdo con los resultados mostrados en la Figura 8 y en el Cuadro 6 la intensidad de corriente de 61 mA es el tratamiento que reúne los mejores criterios en porcentaje de remoción de amonio y fosfatos; así como la cantidad de estruvita formada. Lamentablemente, también es la intensidad de corriente con mayor costo de consumo energético y en la que se encuentra una mayor concentración de magnesio residual en comparación con las otras tres intensidades de corriente. Para determinar el mejor tratamiento se calculó la eficiencia de la corriente eléctrica los valores obtenidos se presentan en el Cuadro 10.

En el Cuadro 10 podemos apreciar una eficiencia del 100 y 90.72 % de la corriente eléctrica para remover fosfatos y amonio, respectivamente, a una intensidad de corriente de 5 mA, indicando de esta manera que el 100% de la energía eléctrica que se suministra a la celda electroquímica sirve para remover el fosfato del agua. Por su parte, el 90.72 % de la energía eléctrica se aplica en la remoción de amonio, justificando de este modo el hecho de no haber podido determinar la concentración de magnesio en este tratamiento.

Cuadro 10. Efecto de la intensidad de corriente en la eficiencia de corriente, el porcentaje de remoción y la concentración de magnesio residual.

I (mA)	Eficiencia de corriente		% Remoción		[Mg ²⁺] (mg L ⁻¹ CaCO ₃)
	PO ₄ ³⁻	NH ₄ ⁺	PO ₄ ³⁻	NH ₄ ⁺	
5	100.00	90.72	21.12 ± 2.59	30.57 ± 15.89	ND
45	47.23	32.16	73.31 ± 2.61	65.45 ± 2.87	87.5 ± 2.17
53	55.66	35.99	76.83 ± 2.09	78.96 ± 4.38	70.04 ± 3.23
61	57.45	38.81	90.85 ± 1.66	80.85 ± 2.20	157.50 ± 4.74

Lamentablemente, los ensayos con 5 mA tienen porcentajes de remoción por debajo del 50 % (21.12 ± 2.59 % PO₄³⁻ y 30.57 ± 15.89 % NH₄⁺) siendo los tratamientos que menos remueven amonio y fosfato en comparación con los 3 siguientes. Dado este criterio, se descarta el uso de 5 mA para el siguiente estudio.

Siguiendo este mismo punto de vista, la intensidad de corriente con mayor eficiencia de corriente es la de 61 mA. Tratamiento que también tiene los porcentajes de remoción mayores en comparación con los demás (90.85 ± 1.66 % PO₄³⁻ y 80.85 ± 2.20 % NH₄⁺), lamentablemente también es aquel ensayo donde se presentan la mayor concentración de magnesio residual (157.50 ± 4.74 mg L⁻¹ CaCO₃).

Descartando de esta manera el uso de esta intensidad de corriente debido a que se tiene concentraciones del doble que en otros tratamientos (45 y 53 mA) de Mg²⁺, valor que se encuentra enlistado en una categoría de agua dura. Para determinar el mejor tratamiento entre las intensidades de corriente restantes (45 y 53 mA), se realizó un análisis de varianza (ANDEVA) cuyos resultados se presentan en la Figura 13. Donde podemos observar que el mejor tratamiento para la remoción de amonio y fosfato es el de 61 mA, esto debido a que el valor de la media es el menor con valores de 19.15 para N y 9.14 para P .

Pero, recordando a los criterios vistos y descritos en el Cuadro 10 descartamos el uso de las intensidades de corriente de 5 y 61 mA (porcentaje de remoción y concentración de Mg^{+2} residual), es por ello que, siguiendo este mismo patrón, el mejor tratamiento es el de 53 mA, intensidad de corriente que será utilizada en los análisis siguientes.

N	i				P	i			
	5	45	53	61		5	45	53	61
	4	4	4	4		4	4	4	4
	69.43	34.55	21.04	19.15		78.88	26.69	23.17	9.147
	A	B	B	C		A	B	B	C

Figura 13. Estudio estadístico ANDEVA de una vía empleando el método Tukey con un $\alpha=95\%$ utilizando el software Minitab 19 de los diferentes tratamientos en una muestra sintética 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$.

Durante los ensayos realizados a 53 mA se logró observar un comportamiento similar a lo reportado por Hug y Udert, 2013 y Kékedy y col., 2020^a, donde durante los primeros 180 minutos (3 h) existió una tendencia superior en la remoción de fosfatos en comparación con la del amonio, esto como consecuencia de la formación del compuesto intermediario (fosfato de magnesio) formado electroquímicamente. Posteriormente, el porcentaje de remoción de amonio se incrementa cuando se tiene un medio alcalino en la solución ($\text{pH} > 9$), mismo que favorece la formación de estruvita y el cual podemos observar en la Figura 14.

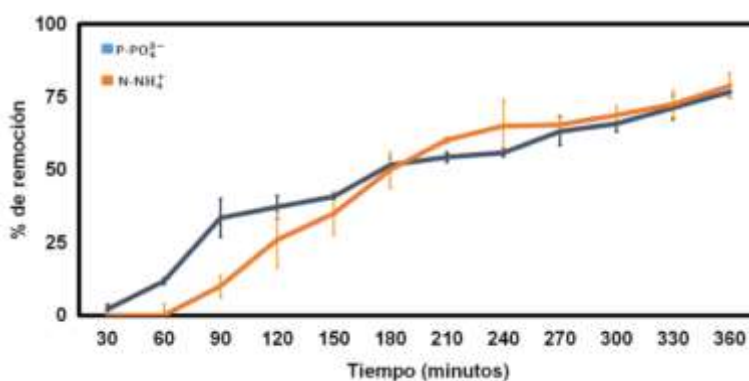


Figura 14. Evolución del porcentaje de remoción de amonio y fosfato en una muestra sintética 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a intensidades de corriente de 53 mA durante 6 h.

6.4 Evaluación del efecto de la concentración de nutrientes y distancia de los electrodos en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos

Una vez encontrada la intensidad de corriente que permite optimizar el proceso, se realizó un estudio para evaluar el efecto de la distancia de los electrodos y concentración de la muestra problema en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos, los resultados obtenidos se pueden observar en la Figura 15 con sus respectivas ecuaciones.

En la Figura 15 podemos observar que la distancia de los electrodos no es un parámetro que afecte en el porcentaje de remoción de amonio y fosfato; mientras que, la concentración de la muestra si representa un criterio fundamental en el tratamiento de ambos contaminantes. Resultado el mejor tratamiento para la remoción de amonio y fosfato una intensidad de corriente de 53 mA, una distancia de 5 cm y una concentración de la muestra problema de 0.005 mol L⁻¹ de NaNH₄HPO₄.

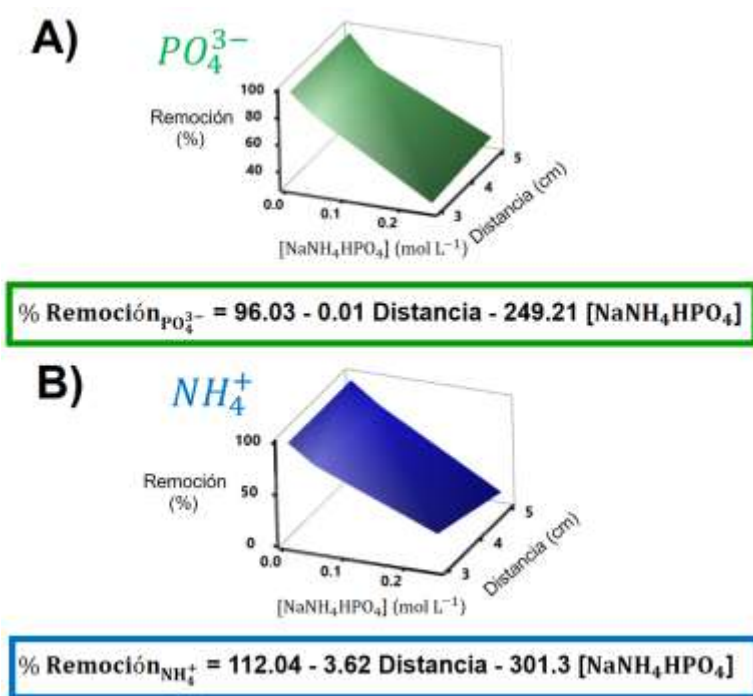


Figura 15. Efecto de la distancia de los electrodos y la concentración de la muestra problema en el porcentaje de remoción de A) fosfato y B) amonio a 53 mA.

6.5 Estudio del efecto de la frecuencia en la remoción de amonio y fosfatos; así como la pureza de la estruvita

El estudio de la frecuencia se realizó a partir de un análisis logarítmico con valores de 10, 1, 0.1, 0.01 y 0.001 Hz; para observar su efecto en la remoción de PO_4^{3-} y NH_4^+ , la concentración de magnesio residual y el sólido formado en el Cuadro 11. Durante este análisis se encontró que, al utilizar valores de frecuencia superiores a 1 Hz, no había un cambio en la concentración inicial de amonio y fosfatos en la muestra sintética. Asimismo, no había presencia de un sólido cristalino blanco en el fondo de la celda electroquímica, asociado con la presencia de estruvita. Banda-Alemán y col., 2023 mencionan que el uso de frecuencias elevadas en electrodos de sacrificio reduce la disolución del mineral en el electrodo, provocando una liberación lenta o nula del catión metálico a la solución; mismo que afectaría el objetivo de este trabajo que es la formación de estruvita al mismo tiempo que se busca la remoción de amonio y fosfato.

Cuadro 11. Efecto de la frecuencia en el porcentaje de remoción de amonio y fosfato, magnesio en solución y la masa de sólido formado, en una muestra sintética de 0.005 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a 53 mA y 5 cm de distancia.

Frecuencia (Hz)	% _{rem.} P	% _{rem.} N	[Mg ²⁺] (mg L ⁻¹)	Sólido (g)
0	98.14	98.33	70.00	0.68
0.1	16.67	5.78	ND	0.11
0.01	64.75	58.41	14.00	0.29
0.001	86.89	83.02	28.00	0.51

Nota: El tratamiento correspondiente a 0 Hz representa el sistema electroquímico convencional (SEC) de la sección 6.4

En el Cuadro 11 podemos observar un aumento en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos conforme la frecuencia disminuye, a su vez, se puede apreciar que el valor de magnesio residual presente en el SEC (0 Hz) es superior (70.00 mg L⁻¹) en comparación con los resultados de cada frecuencia (ND, 14.00 y 28.00 mg L⁻¹), este efecto se debe a que el uso de un sistema de corriente alterna promueve una disolución lenta y homogénea de los electrodos; misma que previene la formación de óxidos de magnesio a partir de una moderada liberación de magnesio en la celda electroquímica. De igual forma, la cantidad del sólido formado electroquímicamente tiende a aumentar cuando la frecuencia se reduce, esto debido a que valores de frecuencia más pequeños permite a los electrodos interactuar como ánodo y cátodo en tiempos más largos, logrando la liberación de magnesio en los electrodos al ser polarizados como ánodo. A partir de los datos mostrados en el Cuadro 11, podemos observar que, entre las frecuencias de estudio, los valores de 0.01 y 0.001 Hz tienen porcentajes de remoción superiores al 50% para PO₄³⁻ y NH₄⁺, es por ello que se analizará la pureza de estruvita en el sólido electroquímicamente formado en los tratamientos de 0, 0.01 y 0.001 Hz a partir de la siguiente ecuación:

$$\text{Pureza estruvita} = \frac{\# \text{ mol}_{\text{NH}_4^+} * \text{PM}_{\text{Estruvita}}}{\text{m}_{\text{Precipitado}}} * 100 \% \quad \text{Ec. 9}$$

Donde:

- PM_{estruvita}: Peso molecular de la estruvita (254.41 g mol⁻¹)
- # mol_{NH₄⁺}: Número de moles de amonio (mol)
- m_{Precipitado}: Masa del precipitado (g)

Los resultados obtenidos a partir de la Ec. 9 se presentan en el Cuadro 12, donde se puede observar que la muestra SEC presenta una pureza de la estruvita es de 23.02 %, esto se puede explicar, debido a que en este ensayo se tiene un exceso de magnesio en la celda (70.80 %) en forma de Mg(OH)₂ y MgO.

Por su parte, el uso de las frecuencias 0.01 y 0.001 favorecen los porcentajes de pureza de estruvita en el sólido obtenidos en esta parte del estudio los cuales son 51.18 y 75.51 % respectivamente. Esto a razón de una moderada liberación de magnesio a la solución misma que reduce la concentración de magnesio residual presente en estos dos ensayos (14.00 y 28.00 mg L⁻¹ respectivamente); Valores inferiores al encontrado en el SEC (70.00 mg L⁻¹).

Cuadro 12. Pureza de la estruvita formada electroquímicamente en una solución NaNH₄HPO₄ 0.005 mol L⁻¹, 53 mA y 5 cm a diferentes frecuencias.

Frecuencia (Hz)	Estruvita	MgHPO ₄	Mg(OH) ₂ , MgO
0.01	51.18	47.88	0.94
0.001	75.51	22.16	2.33
SEC	23.02	6.18	70.80

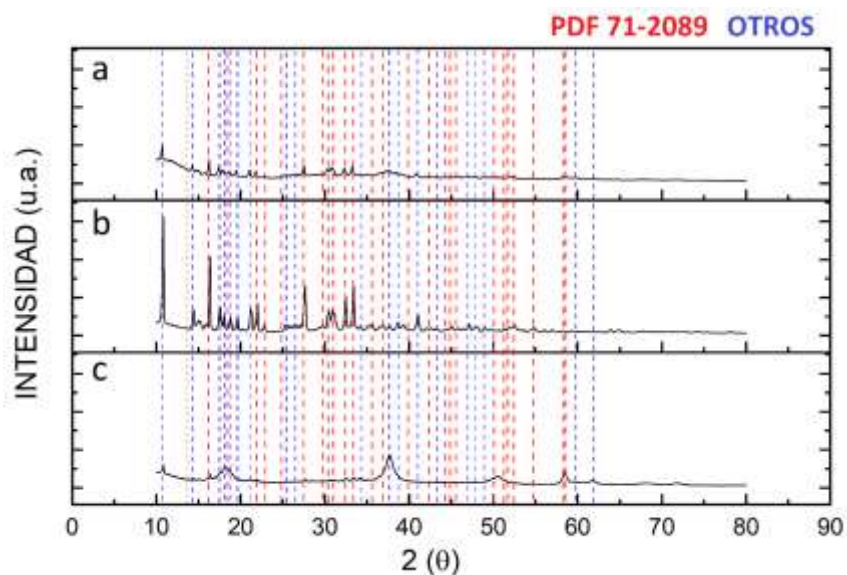


Figura 16. Espectros XRD de las muestras sólidas formadas en los ensayos de a) 0.01 Hz, b) 0.001 Hz y c) corriente constante (control 0 Hz) a 53 mA, en una solución NaNH₄HPO₄ 0.005 mol L⁻¹, 53 mA y 5 cm.

De la misma manera, se analizó por medio de un estudio de difracción de rayos x el mineral cristalizado obtenido en cada una de las muestras sólidas correspondientes a las frecuencias del Cuadro 12, mostrando su difractograma en la Figura 16. En la figura podemos observar que el patrón de las bandas en cada una de las muestras tiene una coincidencia del a) 70.37 %, b) 74.04 % y c) 66.66 % de similitud con archivo de referencia PDF 71-2089. De igual forma, podemos observar que, en la Figura 16 b), se tienen los valores de intensidad de bandas más altas y definidas en comparación con la a) y c), indicando de este modo un mejor arreglo cristalino del mineral formado electroquímicamente y, esto indica una baja presencia de especies secundarias en el sólido.

Una vez obtenidos estos resultados se exploraron dos frecuencias más (0.002 y 0.0005 Hz), tomando como frecuencia base 0.001 Hz valor al cual se obtuvo la mejor pureza de la estruvita, la menor concentración de magnesio residual y los mayores porcentajes de remoción de amonio y fosfato; mostrando los valores correspondientes en la Figura 17.

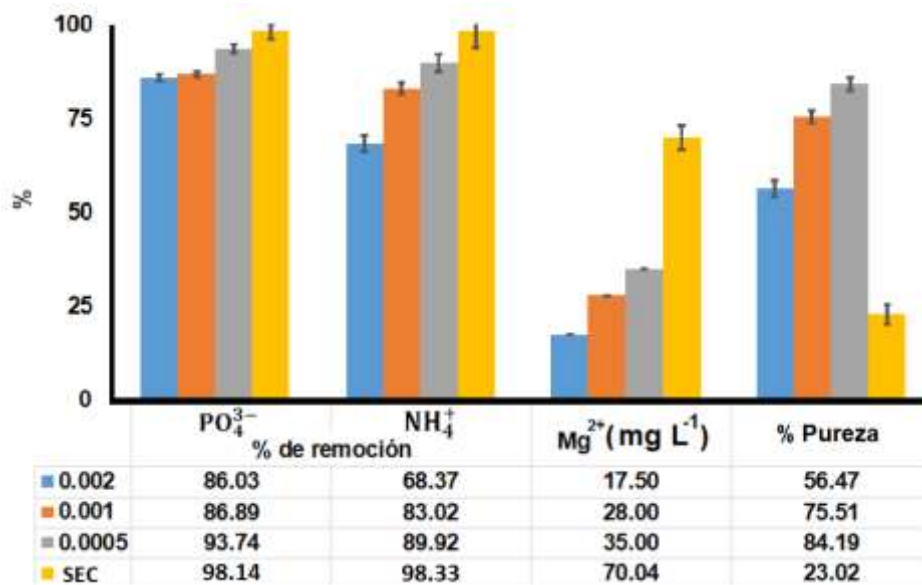


Figura 17. Efecto en la remoción de amonio, fosfatos, pureza de estruvita y concentración de Mg^{+2} en una muestra sintética de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 0.05 mol L^{-1} y 1 mg L^{-1} de NaCl a 53 mA y $0, 0.002, 0.001$ y 0.00005 Hz .

En la Figura 17 se observa un aumento en el porcentaje de remoción de amonio y fosfatos al disminuir la frecuencia; este efecto se le atribuye a que los electrodos tienen más tiempo para actuar como ánodo lo que provoca una mayor liberación de magnesio en la solución. De la misma manera se puede apreciar que el uso de corriente alternante en el sistema electroquímico reduce la cantidad de magnesio en disolución, que es desprendido del ánodo de sacrificio y no utilizado para la producción de estruvita; efecto que reduce la formación de especies secundarias como lo son el MgO y $Mg(OH)_2$ e incrementa la pureza de la estruvita.

Encontrando que el tratamiento a una frecuencia de 5×10^{-4} Hz posee mejores resultados en cuanto a pureza de estruvita y concentración de magnesio soluble (23.01% y 70.04 mg L^{-1} respectivamente) en comparación con el SEC (84.19% de pureza y $35.00 \text{ mg L}^{-1} \text{ Mg}^{2+}$). Por su parte, las superficies de los electrodos de magnesio utilizados en los ensayos del sistema electroquímico de polaridad alternante (SEPA) y el SEC tienen un cambio significativo. Este efecto se puede observar en la Figura 18, la aplicación de un sistema de polaridad alternante no solo favorece la pureza de la estruvita y la concentración de magnesio residual, sino que también tiene una consecuencia directa en la formación de la capa pasivante del electrodo, misma que, como primera ventaja se muestra en una reducción de casi una tercera parte en el costo de operación, tal y como se muestra en el Cuadro 13.



Figura 18. Diferencia entre los electrodos utilizados en una solución $0.005 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNH}_4\text{HPO}_4$ y 1 mg L^{-1} de NaCl a 53 mA en a) tiempo cero, después de 6 horas de tratamiento en un sistema b) SEC y c) SEPA.

Cuadro 13. Costo energético del tratamiento electroquímico de un SEC y SEPA en una solución $0.05 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNH}_4\text{HPO}_4$ a 53 mA.

TRATAMIENTO	$\$/\text{m}^3$
B) SEC	12.60
C) SEPA (0.0005 Hz)	4.61

Por otra parte, los electrodos utilizados en el SEPA no presentan rastro de pasivación, permitiendo de este modo una reutilización de estos. En la Figura 19 se muestra un estudio de corrosión para electrodos utilizados en los ensayos convencionales y de polaridad alternante. En un primer instante se aprecia una línea recta durante los primeros 6000 s para el electrodo de la prueba SEC, esto nos indica que la placa pasivante formada en la superficie del electrodo provoca una resistencia a la corriente eléctrica caso contrario al electrodo del ensayo con polaridad alternante, donde el efecto de resistencia se logra vencer después de los 1500 s.

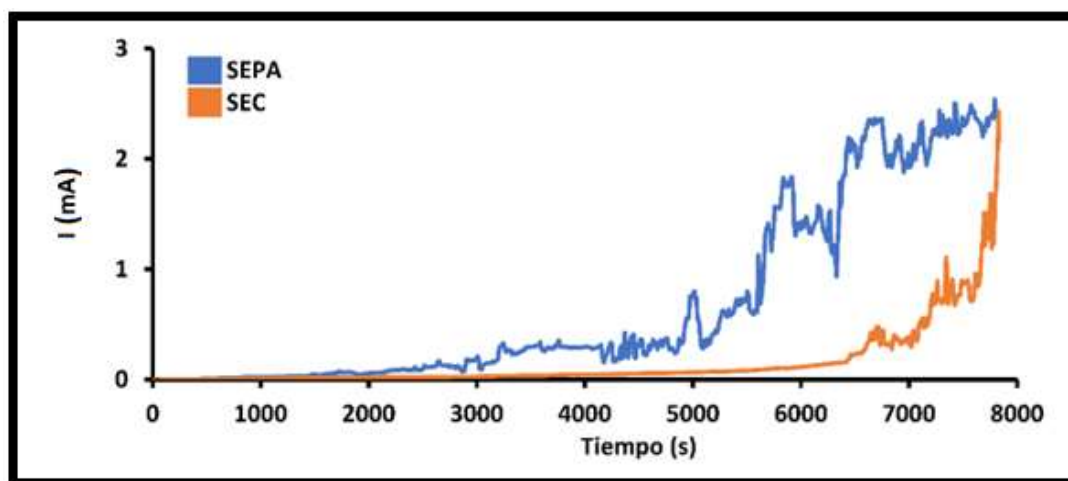


Figura 19. Estudio de corrosión de polarización lineal sobre los electrodos de Mg utilizados en los análisis de SEC y SEPA como ánodo, placa de grafito como cátodo, con una ventana de -10 a 10 V , una velocidad de 0.166 V s^{-1} y en una solución de 0.05 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$.

6.6 Estudio cinético del sistema electroquímico convencional y sistema electroquímico de polaridad alternante

El uso del sistema electroquímico de polaridad alternante impide la formación de la capa pasivante en los electrodos, misma que favorece directamente en la remoción de amonio y fosfatos, además de las otras ventajas en el costo de operación y la pureza de la estruvita vistas en el punto 6.5; tal efecto lo podemos observar en la Figura 20.

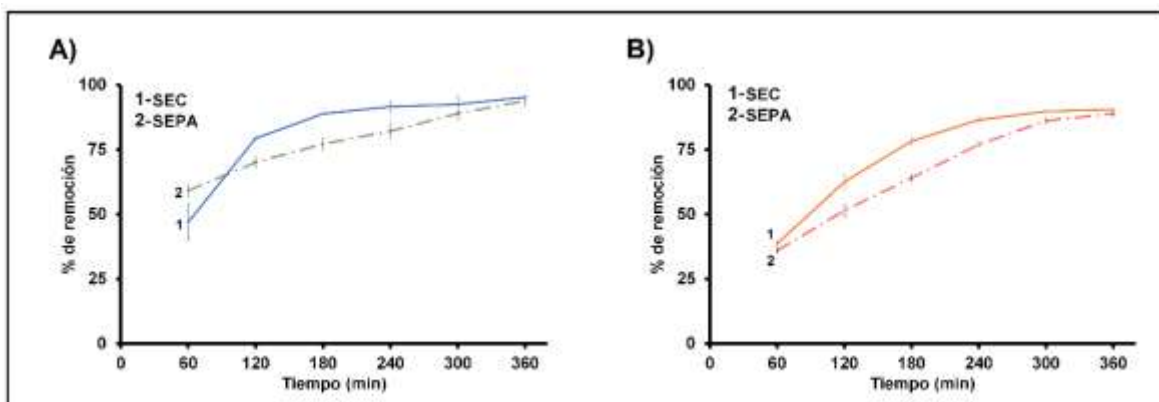


Figura 20. Efecto en el porcentaje de remoción de A) fosfatos y B) amonio en un SEC y SEPA en una muestra 0.005 mol L^{-1} de $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ a 53 mA.

En la Figura 19 podemos observar que el uso de un SEPA tiene porcentajes de remoción estadísticamente similares al SEC, teniendo como principal ventaja que el SEPA no se tiene un exceso de magnesio liberado del electrodo en la solución, no se forma la capa pasivante en el electrodo permitiendo la reutilización de este y que el costo de operación es inferior en comparación con el SEC.

6.7 Determinación de los parámetros cinéticos en la remoción de amonio y fosfatos

La determinación de los parámetros cinéticos se llevó a cabo a partir de una modificación a un modelo cinético de primer orden, en el cual se vincula la eliminación de un reactivo, siendo para este caso la constante de velocidad, así como la concentración del reactivo en un determinado tiempo con respecto a la

concentración del reactivo en el equilibrio tal y como se puede apreciar en la siguiente ecuación:

$$-Ln \left[\frac{(C-C_e)}{(C_0-C_e)} \right] = kt \quad \text{Ec. 10}$$

Donde:

- C: Concentración en un tiempo específico (mol L⁻¹)
- C_e: Concentración al equilibrio (0.0054 mol L⁻¹)
- C₀: Concentración inicial (0.005 mol L⁻¹)
- k: Constante de velocidad (s⁻¹)
- t: Tiempo (min)

Para calcular el valor de C_e primero se graficó dC/dt y, a partir de la regresión lineal, se determinó el valor de C_e interceptando la abscisa para cada ecuación, dando un valor de 0.0054 para PO₄³⁻ y NH₄⁺. Una vez encontrado el valor de C_e, se realizó una regresión lineal a partir de la Ecuación 10, mostrando en la Figura 21 la linealización de la ecuación cinética para amonio y fosfatos misma que servirá para determinar las constantes cinéticas de ambas especies químicas a partir de los parámetros cinéticos que, de acuerdo con los criterios de una ecuación de primer orden, son:

- k = - pendiente
- $v_{\text{NH}_4^+} = k [\text{NH}_4^+]$
- $v_{\text{PO}_4^{3-}} = k [\text{PO}_4^{3-}]$

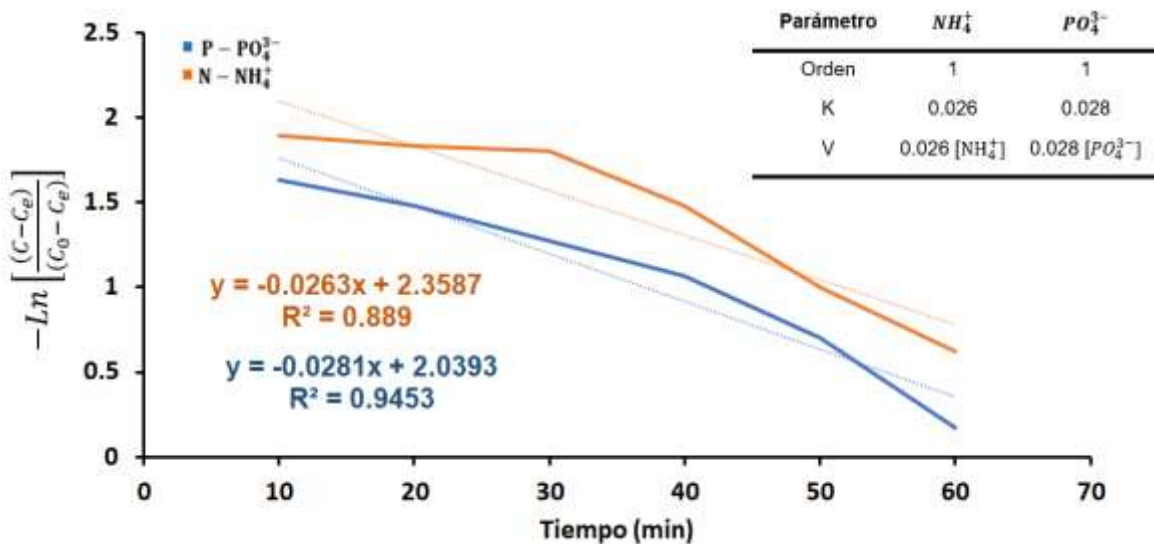


Figura 21. Ecuación cinética de primer orden y sus parámetros cinéticos en una muestra de $0.05 \text{ mol L}^{-1} \text{ NaNH}_4\text{HPO}_4$, 1 mg L^{-1} de NaCl a 53 mA y $5 \times 10^{-4} \text{ Hz}$.

En la Figura 21, se muestran los valores de la constante cinética para fosfatos y amonio (0.029 min^{-1} y 0.026 min^{-1} respectivamente). Autores como Quintana y col., 2005 reportaron un valor de k para fosfatos entre $0.017 - 0.024 \text{ min}^{-1}$ para una muestra real de agua residual, valores similares a los encontrados en este trabajo.

7. CONCLUSIONES

- Al utilizar valores de potencial eléctrico inferiores a la zona de burbujeo, que corresponde a -0.91 V vs Ag|AgCl, se obtienen porcentajes de remoción de amonio y fosfatos por debajo del 50 %.
- Se logró identificar el potencial eléctrico correspondiente a la zona de formación de estruvita, entre los -0.52 y 0.42 V vs Ag|AgCl, en estos rangos se tienen los mejores valores de remoción de amonio y fosfatos ($\text{PO}_4^{3-} = 76.83 \pm 2.09$ % y $\text{NH}_4^+ = 78.96 \pm 4.38$ %); además, la concentración de Mg^{2+} es de 70.04 ± 3.23 mg L⁻¹ valor que se posiciona en el criterio de agua moderadamente dura.
- En el diseño de experimentos para el SEC se encontró que la distancia entre los electrodos no es un factor que influye en el porcentaje de remoción; en contraste, la concentración de la muestra si es un parámetro que favorece la remoción de PO_4^{3-} y NH_4^+ , siendo 0.005 mol L⁻¹ la óptima.
- En el estudio de frecuencias, para el desarrollo del sistema electroquímico de polaridad alternante se encontró que la aplicación de frecuencias superiores a 1 Hz no favorece la disolución del electrodo y, por ende, la remoción de PO_4^{3-} y NH_4^+ .
- Al aplicar la frecuencia de 0.0005 Hz se obtienen los mejores valores de porcentaje de remoción de PO_4^{3-} 93.74 ± 1.87 % y NH_4^+ 89.92 ± 3.07 %, concentración de magnesio residual de 35.00 ± 0.97 y una pureza del 84.19 % de estruvita; en comparación con el SEC, en el que se obtuvo un porcentaje de remoción de 98.14 ± 4.07 % PO_4^{3-} y 98.33 ± 5.12 % NH_4^+ ; con una pureza de 23.02 % de estruvita.
- Por medio del estudio de corrosión y las características visuales de los electrodos se encontró que el uso de un sistema con polaridad alternante impide la formación de la capa pasivante en la superficie del electrodo. Esto se ve reflejado en un mayor tiempo de vida de los electrodos y en el costo energético del SEPA 4.61 \$ m⁻³, aproximadamente una tercera parte que el costo en el SEC 12.60 \$ m⁻³.

- El ajuste de la cinética de remoción del sistema SEPA, corresponde a una reacción de primer orden y las constantes de remoción encontradas fueron $k = 0.026 \text{ min}^{-1}$ y $v = 0.026 [\text{NH}_4^+]$ para amonio y $k = 0.028 \text{ min}^{-1}$ y $v = 0.028 [\text{PO}_4^{3-}]$ para fosfatos.

9. BIBLIOGRAFÍA

Aguilar M, Saez J, Lloréns M, Soler A, Ortuño J. Nutrient removal and sludge production in the coagulation–flocculation process. *Water Research*, 2002;(36):2910-2919.

Akpor O, Otohinoyi D, Olaolu T, Aderiyi B. Pollutants in wastewater effluents: impacts and remediation processes. *International Journal of Environmental Research and Earth Science*, 2014;3(3):050-059.

Ang W, Wahab A, Johnson D, Hilal H. Forward osmosis research trends in desalination and wastewater treatment: A review of research trends over the past decade. *Water Process Engineering*, 2019;31:1-82.

Arteaga V, Quevedo A, del Valle D, Castro M, Bravo A, Ramírez J. State of art: A current review of the mechanisms that make the artificial wetlands for the removal of nitrogen and phosphorus. *Instituto Mexicano de Tecnología del Agua*, 2019;5(10):319-342.

Atrens A, Song G, Liu M, Shi Z, Cao F, Dargusch M. Review of recent developments in the field of magnesium corrosion. *Advanced engineering materials*, 2015;4(17):01-54.

Banda-Alemán J, Camacho-Callejas M, Salazar-López M, Robles I, Acosta-Santoyo G, García-Espinoza J, Rodríguez-Valadez F, Manriquez J, Godínez L. Alternating polarization of Fe modified carbon fiber materials. towards the development of single-electrode electro-Fenton batch reactors. *Electrochimica Acta*, 2023;(450): 1-24.

Baveye P. Looming scarcity of phosphate rock and intensification of soil phosphorus research. *Revista Brasileira de Ciência do Solo*, 2015;39:637-642.

Belzona. Tratamiento de aguas residuales. Editorial Belzona International Limited. Primera edición. Miami, EUA. 2010:40 p.

Bunce J, Ndam E, Ofiteru I, Moore A, Graham D. A review of phosphorus removal technologies and their applicability to small-scale domestic wastewater treatment systems. *Frontiers in Environmental Science*, 2018;8(6):01-15.

Cai Z, Lu D, Li W, Liang Y, Zhou H. Study on anodic oxidation of magnesium in 6M KOH solution by alternative current impedance. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2009;3(34):467–472.

Cerqueira A, Souza P, Marques M. Effects of direct and alternating current on the treatment of oily water in an electroflocculation process. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 2014;3(31):693-701.

Chen R, Liu T, Rong H, Zhong H, Wei C. Effect of organic substances on nutrients recovery by struvite electrochemical precipitation from synthetic anaerobically treated swine wastewater. *Wastewater Membranes*, 2021;11:594-611.

Chen X. Nutrient recovery from wastewater treatment plant by sorption processes: Technical and economic analysis. Programa de procesos de ingeniería química. Universidad Politécnica de Catalunya Barcelona, 2018:120 p.

Cordell D, White S. Peak phosphorus: Clarifying the key issues of a vigorous debate about long-term phosphorus security. *Sustainability*, 2011;(3):2027-2049.

Danaee S, Mohammad S, Ofoghi H, Badali N. Optimization, upscaling and kinetic study of famine technique in a microalgal biofilm-based photobioreactor for nutrient removal. *Environmental Technology & Innovation*, 2021;24:01-11.

De la Vega Y. Eficiencia en plantas de tratamiento de aguas residuales: Contribución a la gestión y desarrollo social. Primera edición. SEDESOL México, 2012:118 p.

Echeverría F, Peña D, Vásquez C. Medición del potencial de electrodo en sistemas emulsionados de queroseno en agua. *Facultad de ingeniería*, 2003;(30):78-88.

Environmental Protection Agency (EPA). Wastewater technology fact sheet ammonia stripping. EPA 832-F-00-019, 2000:4 p.

Escaler M, Mujeriego R. Eliminación biológica de nutrientes (nitrógeno y fósforo) mediante un proceso discontinuo de fangos activados. *Ingeniería del agua*, 2001;1(8):67-77.

Esmaily M, Svensson J, Fajardo S, Birbilis N, Frankel G, Virtanen S, Arrabale R, Thomas S, Johansson L. Fundamentals and advances in magnesium alloy corrosion. *Progress in Materials Science*, 2017;(89):92-193.

Eyvaz M, Gürbulak E, Kara S, Yüksel E. Preventing of cathode passivation/deposition in electrochemical treatment methods. A case study on winery wastewater with electrocoagulation. *Modern electrochemical methods in nano, surface and corrosion science*, 2014:201-238.

Eyvaz M, Kirlaroglu M, Selami T, Yuksel E. The effects of alternating current electrocoagulation on dye removal from aqueous solutions. *Chemical Engineering Journal*, 2009;(153):16-22.

Eyvaz M. Treatment of brewery wastewater with electrocoagulation: improving the process performance by using alternating pulse current. *International journal of electrochemical science*, 2016;(11):4988-5008.

Ezugbe E, Rathilal S. Membrane technologies in wastewater treatment: A review. *Membranes*, 2020;(10):01-28.

Fattah K. Assessing Struvite Formation Potential at Wastewater Treatment Plants. *International Journal of Environmental Science and Development*, 2012;6(3):548-552.

Ferat M, Galaviz I, Partida S. Evaluation of Nitrogen and Total Phosphorus in Agricultural Runoff in the Lower Basin of the Usumacinta River (Tabasco, México). *Ecosistemas*, 2020;29(1):1-5.

Fernández C, Jocu A, Gandullo R. Vegetación acuática bioindicadora de eutrofización del alto valle de río negro. *Ernstia*, 2017;(28):45-93.

Fernández M. Fósforo: Amigo o enemigo. Instituto cubano de investigaciones de los derivados de la caña de azúcar (ICIDCA), 2007;(2):50-57.

García M, Sánchez D, Marín R, Guzmán H, Verdugo N, Domínguez E, Vargas O, Panisso L, Sánchez N, Gómez J, Cortés G. El medio ambiente en Colombia: Capítulo 4 El agua. Bogotá, Colombia, 2001:168 p.

González M, Saldarriaga J. Remoción biológica de materia orgánica, nitrógeno y fósforo en un sistema tipo anaerobio-anóxico-aerobio. Escuela de Ingeniería de Antioquia, Medellín (Colombia), 2008;(10):45-53.

Greeleyand H. Nutrient removal: An evolving challenge. *Reporter*, 2005;3(14):3 p.

Hasani G, Maleki A, Daraei H, Ghanbari R, Safari M, McKay G, Yetilmezsoy K, Ilhane F, Marzban N. A comparative optimization and performance analysis of four different electrocoagulation-flotation processes for humic acid removal from aqueous solutions. *Process Safety and Environmental Protection*, 2019;(121):103-117.

Heckenmüller M, Narita D, Klepper G. Global availability of phosphorus and its implications for global food supply: an economic overview. *Kiel Institute for the World Economy*, 2014;(1897):01-26.

Huang X, Guida S, Jefferson B, Soares A. Economic evaluation of ion-exchange processes for nutrient removal and recovery from municipal wastewater. *Nature partner journals: Clean water*, 2020;(7):01-10.

Hug A, Udert K. Struvite precipitation from urine with electrochemical magnesium dosage, 2013;(47):289-299.

Huu D, Tuyet L, Quang L, Minh D, Quang N, Le M. Simultaneous recovery of phosphorus and nitrogen from inorganic fertilizer wastewater. *Journal of Applied Science and Engineering*, 2021;2(25):673-684.

International Fertilizer Industry Association (IFA). *World fertilizer use manual*. Paris, Francia, 1992:632 p.

Kékedy L, Moore J, Abolhassani M, Attarzadeh F, Hestekin J, Greenlee L. The passivating layer influence on Mg-based anode corrosion and implications for electrochemical struvite precipitation. *Journal of the electrochemical society*, 2019;12(166):358-364.

Kékedy L, Abolhassani M, Greenlee L, Pollet B. An electrochemical study of ammonium dihydrogen phosphate on Mg and Mg alloy electrodes. *Electrocatalysis*, 2021;(12):251–263.

Kékedy^a L, Teymourib A, Herringb A, Greenlee L. Electrochemical removal and recovery of phosphorus as struvite in an acidic environment using pure magnesium vs. the AZ31 magnesium alloy as the anode. *Chemical Engineering Journal*, 2020;(380):01-07.

Kekedy^b L, Abolhassani M, Perez S, Moore Z, Pollet B, Greenlee L. Electroless production of fertilizer (struvite) and hydrogen from synthetic agricultural wastewaters. *Journal of the American Chemical Society*, 2020;44(142):18844-18858.

Krieg T, Sydow A, Schröder U, Schrader J, Holtmann D. Reactor concepts for bioelectrochemical syntheses and energy conversion. *Trends in Biotechnology*, 2014;12(32):645-655.

Le Corre K, Valsami E, Hobbs P, Parsons S. Phosphorus recovery from wastewater by struvite crystallization: A review. *Environmental Science and Technology*, 2009;(39):433-477.

Leardi R. Experimental design in chemistry: A tutorial. *Analytica Chimica Acta*, 2009;(652):161-172.

Li X, Chen S, Angelidaki I, Zhang Y. Bio-Electro-Fenton processes for wastewater treatment: advances and prospects. *Chemical Engineering Journal*, 2018;(354): 492-506.

Lu A, Udert K. Struvite precipitation from urine with electrochemical magnesium dosage. *Water research*, 2013;(47):289-299.

Lun F, Liu J, Ciais P, Nesme T, Chang J, Wang R, Goll D, Sardans J, Peñuelas J, Obersteiner M. Global and regional phosphorus budgets in agricultural systems and their implications for phosphorus-use efficiency. *Earth Syst. Sci. Data*, 2018;(10):1–18.

Mao X, Hong S, Zhu H, Lin H, Wei L, Gan F. Alternating pulse current in electrocoagulation for wastewater treatment to prevent the passivation of al electrode. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater*, 2008;2(23):239-241.

Martín I, Betancort J, Salas J, Peñate B, Pidre J, Nieves M. Guía sobre tratamientos de aguas residuales urbanas para pequeños núcleos de población Mejora de la calidad de los efluentes. Primera edición, 2006:126 p. ISBN: 84-689-7604-0.

Musa M, Idrus S. physical and biological treatment technologies of slaughterhouse wastewater: A review. *Sustainability*, 2021;(13):01-20.

Nedelciu C, Ragnarsdottir K, Schlyter P, Stjernquist I. Global phosphorus supply chain dynamics: Assessing regional impact to 2050. *Global Food Security*, 2020;(26):01-10.

Nir O, Sengpiela R, Wessling M. Closing the cycle: Phosphorus removal and recovery from diluted effluents using acid resistive membranes. *Chemical Engineering Journal*, 2018;(346):640-648.

NMX-AA-029-SCFI-2001. Determinación de fósforo total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Disponible en: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166773/NMX-AA-029-SCFI-2001.pdf>.

NMX-AA-034-SCFI-2015. Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Disponible en: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166146/nmx-aa-034-scfi-2015.pdf>.

NMX-AA-072-SCFI-2001. Determinación de dureza total en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Disponible en: <https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/166788/NMX-AA-072-SCFI-2001.pdf>.

NMX-AA-093-SCFI-2018. Análisis de agua- medición de la conductividad eléctrica en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. Disponible en: http://legismex.mty.itesm.mx/normas/aa/AA093-2018_06.pdf

NOM-003-ECOL-1997. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes para las aguas residuales tratadas que se reusen en servicios al público. Disponible en: <http://www.ordenjuridico.gob.mx/Documentos/Federal/wo69207.pdf>.

Organización mundial de la salud (OMS). Guías para la calidad del agua de consumo humano. 4ª Edición. Estados Unidos, 2011.

Organización de las Naciones Unidas para la Educación (ONU). Agua y Cambio Climático. Revista de Obras Públicas, 2020;167.

Pacheco J. Validación del método espectrofotométrico uv-vis para la determinación de amonio en aguas naturales. Universidad mayor de San Andrés, Facultad de Ciencias Puras y Naturales, Ecuador. 2018: 117 p.

Parvez K, Chowdhury F. Early detection of struvite formation in wastewater treatment plants. *Journal of Environmental Engineering and Science*, 2015;1(10):19-25.

Pedrozo A, Ramírez N. La Eutrofización En los cuerpos de agua: Un síntoma antropogénico que requiere atención. *Perspectivas IMTA*, 2020;8:1-3.

Perdomo C, Barbazán M. Área de suelos y aguas cátedra de fertilidad nitrógeno. Facultad de Agronomía, Universidad de la Republica, Uruguay, 2001:69 p..

Perera M, Englehardt J, Dvorak A. Technologies for recovering nutrients from wastewater: A critical review. *Environmental engineering science*, 2019;(1):01-19.

Pinto S, Pinzón E, Meléndez A, Méndez S, Miranda D. Electrode cleaning and reproducibility of electrical impedance measurements of HeLa cells on aqueous solution. *Rev. Acad. Colomb. Cienc. Ex. Fis. Nat.*, 2020;44(170):257-268.

Quintana M, Sánchez E, Colmenarejo M, Barrera J, García G, Borja R. Kinetics of phosphorus removal and struvite formation by the utilization of by-product of magnesium oxide production. *Chemical Engineering Journal*, 2005;(111):45-52.

Robertson D, Saad D. SPARROW models used to understand nutrient sources in the Mississippi/Atchafalaya river Basin. *Journal of Environmental Quality*, 2014;(42):1422-1440.

Romero M, Colín A, Sánchez E, Ortiz L. Tratamiento de aguas residuales por un sistema piloto de humedales artificiales: Evaluación de la remoción de la carga orgánica. *Rev. Int. Contam. Ambient.* 2009;3(25):157-167.

Rosen J. Farmers are facing a phosphorus crisis. The solution starts with soil. *National Geographic* [serie en internet] 2020. Consultado en octubre 2021.

Disponible en: <https://www.nationalgeographic.com/science/article/farmers-are-facing-a-phosphorus-crisis-the-solution-starts-with-soil>

Sarvajayakesavalu S, Lu Y, Withers P, Pavinato P, Pan G, Chareonsudjai P. Phosphorus recovery: a need for an integrated approach. *Ecosystem Health and Sustainability*, 2018;4(2):48-57.

Sattler L, Otten C, Hilt G. Alternating current electrolysis for the electrocatalytic synthesis of mixed disulfide via sulfur–sulfur bond metathesis towards dynamic disulfide libraries. *Chemistry an European Journal*, 2020;(26):3129-3136.

Schotten C, Taylor C, Bourne R, Chamberlain T, Nguyen B, Kapur N, Willans C. Alternating polarity for enhanced electrochemical synthesis. *Reaction Chemistry & Engineering*, 2021;(6):147-151.

Sengupta S, Nawaz T, Beaudry J. Nitrogen and phosphorus recovery from wastewater. *Current Pollution Reports*, 2015;(1):155-166.

Skowron K, Dryzek E, Wróbel M, Nowak P, Marciszko-Wiackowska M, Joncour L, François M, Panicaud B, Baczanski A. Gradient microstructure induced by surface mechanical attrition treatment (SMAT) in magnesium studied using positron annihilation spectroscopy and complementary methods. *Materials*, 2020;(13):4002-4026.

Slocombe S, Zúñiga T, Chu L, Wood N, Camargo M, Baker A. Fixing the broken phosphorus cycle: wastewater remediation by microalgal polyphosphates. *Frontiers in Plant Science*, 2020;1-17.

Sultana R, Greenlee F, The implications of pulsating anode potential on the electrochemical recovery of phosphate as magnesium ammonium phosphate hexahydrate (struvite). *SSRN Electronic Journal*, 2023;(459):1-39.

Tan X, Yu R, Yang G, Wei F, Long L, Shen F, Wu J, Zhang Y. Phosphate recovery and simultaneous nitrogen removal from urine by electrochemically induced struvite precipitation, *Environmental Science and Pollution Research*, 2020;(28):5625-5636.

Tzanakakis V, Paranychianakis N, Angelakis A. *Water Supply and Water Scarcity. Water (Switzerland)*, 2020;12 (9):1-16.

Van Puijenbroek P, Beusen A, Bouwman A. Global nitrogen and phosphorus in urban waste water based on the Shared Socio-economic pathways. *Journal of Environmental Management*, 2019;(231):446-456.

Vepsäläinen M, Sillanpää M. *Advanced water treatment: Electrochemical methods. Electrocoagulation in the treatment of industrial waters and wastewaters. Primera edición*, 2020: 66 p. ISBN: 9780128192283.

Williams A, Zitomer D, Mayer B. Ion exchange-precipitation for nutrient recovery from dilute wastewater. *Environmental Science Water Research & Technology*, 2015;(1):832-838.

Wu I, Teymouri A, Park R, Greenlee L, Herring A. Simultaneous electrochemical nutrient recovery and hydrogen generation from model wastewater using a sacrificial magnesium anode. *Journal of The Electrochemical Society*, 2019;16(166):576-583.

Xiao Y, De Araujo C, Sze C, Stuckey D. Toxicity measurement in biological wastewater treatment processes: A review. *Journal of Hazardous Materials*, 2015;(286):15-29.

Xie M, Shon H, Gray S, Elimelech M. Membrane-based processes for wastewater nutrient recovery: Technology, challenges, and future direction. *Water Research*, 2016;(89):210-221.

Yang H, Liu, Y, Liu J, Meng J, Hu X, Tao S. Improving the imbalanced global supply chain of phosphorus fertilizers. *Earth's Future*, 2019;(7):638-651.

Yang Z, Xu H, Zeng G, Luo Y, Yang X, Huang J, Wang L, Song P. The behavior of dissolution/passivation and the transformation of passive films during electrocoagulation: Influences of initial pH, Cr(VI) concentration, and alternating pulsed current. *Electrochimica Acta*, 2015;(153):149-158.

Zamora F, Rodríguez N, Torres D, Yendis H. Use of wastewater and organic matter and microbiological mass content of coro plain soils, Venezuela. *Agricultura Técnica en México*, 2009;2(35):211-218.

Zhang T, Jiang R, Deng Y. Phosphorus recovery by struvite crystallization from livestock wastewater and reuse as fertilizer: A review. *Physico-Chemical Wastewater Treatment and Resource Recovery*, 2017;(1):135-152.

Zhang Z, She L, Zhang j, WangZ, Xiang P, Xia S. Electrochemical acidolysis of magnesite to induce struvite crystallization for recovering phosphorus from aqueous solution. *Chemosphere*, 2019;(226):307-315.

Zirehpour A, Rahimpour A. Membranes for wastewater treatment. *Nanostructured Polymer Membranes*, 2016;(2):159-207.

9. Anexos

1. Curvas de calibración

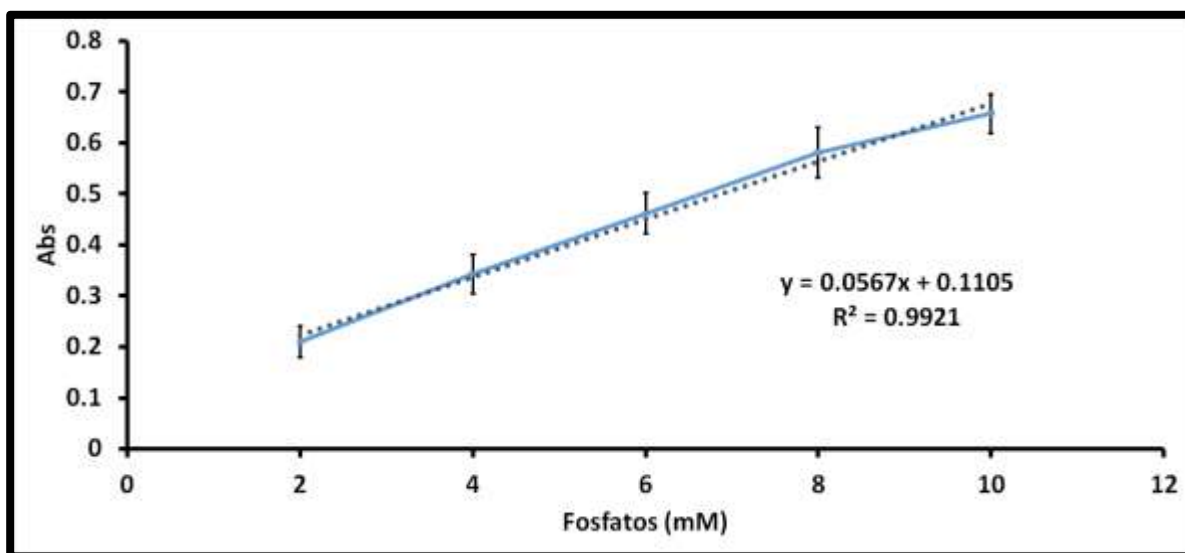


Figura 1A. Curva de calibración de fosfatos a partir de la NMX-AA-029-SCFI-2001 por medio del método espectrofotométrico cloruro de estaño

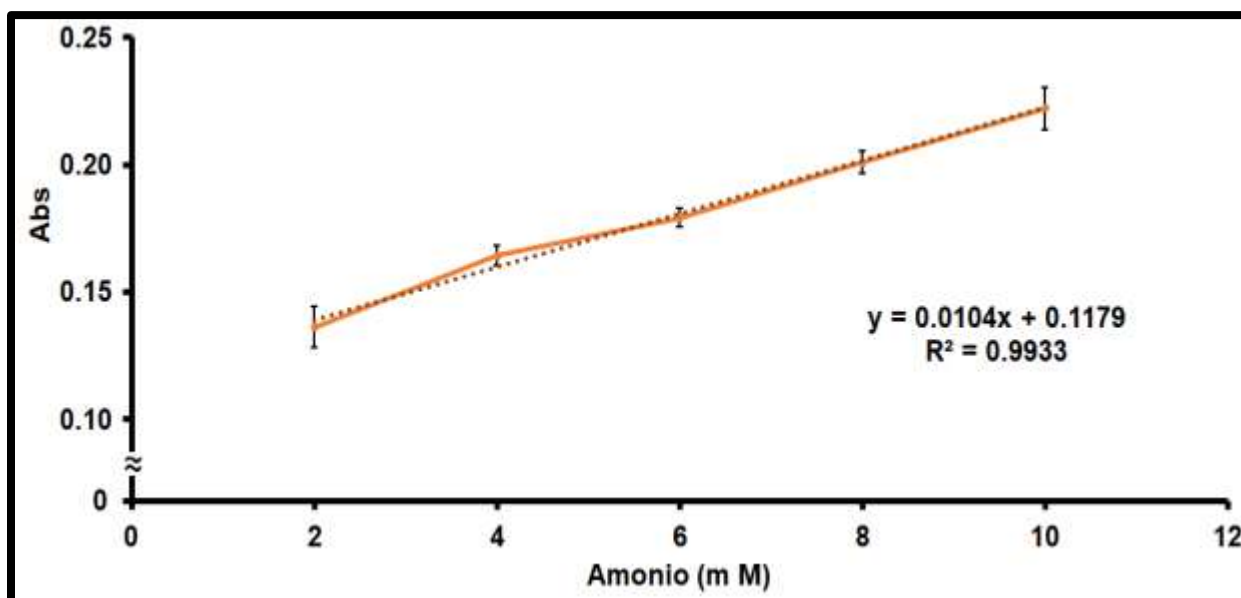


Figura 2A. Curva de calibración de amonio a partir del método espectrofotométrico por medio del reactivo de Nessler (Pacheco, 2018).

2. Abreviaturas

A	Amper	F	Constante de Faraday
Ag AgCl	Electrodo plata cloruro de plata	g	Gramos
ANDEVA	Análisis de varianza	h	Horas
CE	Conductividad eléctrica	Hz	Hertz
CIQEC	Centro de Investigación en Química para la Economía Circular	I	Intensidad de corriente
CONAHCyT	Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías	k	Constante cinética de velocidad
CTE	Costo Total Energético	kW m ⁻³	Kilo Watts por metro cubico
DBO	Demanda Bioquímica de Oxígeno	L	Litro
DQO	Demanda Química de Oxígeno	m	Metro
E _{Auxiliar}	Electrodo Auxiliar	mA	Miliamper
E _{Referencia}	Electrodo de Referencia	min	minutos

E_{Trabajo}	Electrodo de Trabajo	mL	Mililitros
ECE	Efecto en el consumo eléctrico	mol L ⁻¹	Concentración molar
EDTA	Ácido etilendiaminotetraacético	mV	Milivolts
nm	Nanómetros	SEC	Sistema Electroquímico Convencional
OMS	Organización Mundial de la Salud	SEPA	Sistema Electroquímico de Polaridad Alternante
P		t	Tiempo
PA	Pulsos alternos	V	Volts
PM	Peso molecular	V s ⁻¹	Voltio por segundo
PTAR	Planta de tratamiento de aguas residuales	XRD	Difracción de rayos X
rpm	Revoluciones por minuto	μL	Microlitros