



Universidad Autónoma Metropolitana
Unidad Iztapalapa

DIVISIÓN DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y DE LA SALUD, DEPARTAMENTO DE
BIOTECNOLOGÍA.

**Digestión anaerobia de lodos residuales
secundarios en reactores en lote y continuo**

T E S I S

**PARA OBTENER EL GRADO ACADÉMICO DE MAESTRO
EN BIOTECNOLOGÍA**

PRESENTA

I.B. Carlos Francisco Moreno Cruz.

COMITE TUTORAL:
Dra. Florina Ramírez Vives
Dr. Oscar Monroy Hermosillo

México Distrito Federal., Noviembre 2010



Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa

México D.F a 18 de Noviembre del 2010

DIVISIÓN DE CIENCIAS BIOLÓGICAS Y DE LA SALUD, DEPARTAMENTO DE BIOTECNOLOGÍA.

El jurado designado por el departamento de Biotecnología de la División de Ciencias Biológicas y de la Salud, de la Universidad Autónoma Metropolitana aprobó la tesis:

Digestión anaerobia de lodos residuales secundarios en reactores en lote y continuo

Que presentó:

I.B. Carlos Fco. Moreno Cruz

Comité tutorial:

Dra. Florina Ramírez Vives
Directora, UAM-Iztapalapa

Dr. Oscar Monroy Hermosillo
Asesor Interno, UAM-Iztapalapa

Jurado:

Dr. Mariano Gutiérrez Rojas
Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa

Dr. Oscar Monroy Hermosillo
Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa

Dr. Sergio Huerta Ochoa
Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa

Dra. Patricia Castilla Hernández
Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Xochimilco

“La Maestría en Biotecnología de la Universidad Autónoma Metropolitana está incluida en el Programa Nacional de Posgrados de Calidad (PNPC) del CONACyT, con la referencia 001465”

Esta tesis se realizó en el Laboratorio de Microbiología Ambiental y Tratamiento de Aguas Residuales W-106, del grupo de Biotecnología Ambiental de la Universidad Autónoma Metropolitana campus Iztapalapa, gracias a la beca otorgada por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT).

Dedicatorias y agradecimientos

A Dios

A Olivia Tzintzun Camacho, por tu amor y todo tu apoyo, gracias por tu sonrisa.

A mis padres, Mario Moreno Caldelas y Esthela Cruz Higuera, por darme la vida, su amor y por sus más grandes consejos, los quiero mucho y a ustedes dedico este trabajo. Gracias.

A mi hermana Alejandra Arlette Moreno Cruz, por tu cariño mono. A César Serrano García por ser mi amigo y padre de Gizeh.

Con todo cariño a la familia Tzintzun Camacho (doña Toñita, don Antonio) por su apoyo y sus cuidados, han sido una segunda familia para mí. Gracias por su confianza.

A mis primos Memphis y Melissa, por su motivación y apoyo en todo momento.

A mi maestra Nora Méndez Bojorquez, por brindarnos todos sus conocimientos en Biotecnología y de lo lindo que es estudiar. Maestra la naturaleza es sabia.

A mi amiga Paola Islas, por aguantarme 2 años viviendo juntos por compartir buenos momentos y los que resultaron difíciles.

El presente trabajo fue realizado con la supervisión académica de la Dr. Florina Ramírez Vives, a quien agradezco permitirme participar en su equipo de trabajo, ser un excelente ser humano, brindarme su tiempo y dedicación para la ejecución de este proyecto.

Dr. Oscar Monroy Hermosillo, gracias por brindarme parte de su tiempo para las correcciones de este trabajo y revisiones de los resultados.

Dr. Mariano Gutiérrez Rojas, un excelente doctor y ser humano, gracias por la oportunidad brindada, por su gran apoyo y su tiempo para revisar este trabajo.

A la Dra. Suyen Rodríguez por darse el valioso tiempo de leer, revisar una y otra vez este escrito, gracias por sus correcciones, comentarios y sugerencias.

Dra. Patricia Castilla muchas gracias por leer esta tesis, por sus valiosas correcciones, sus comentarios, sugerencias y críticas constructivas a esta tesis.

Un agradecimiento muy especial a Bety por toda su atención y apoyo, es muy agradable verla siempre sonreír.

Gracias a todos mis maestros de la UAM por sus conocimientos enseñados en el aula por su entereza y sus ganas de enseñar.

A mis amigos y compañeros del W-106 de Tratamiento de Aguas Residuales: Ulises Duran, García, Liz (gracias por todo Liz), Rodrigo, Rodrigo Aguilar, Rodrigo Vera, Tony, Javier, Joe, Luis, Gaby, Eduardo, Marielena, Alejandro.

A todos mis amigos y compañeros de posgrado: Oli, Marco, Mariel, Ruth, Pao, Roberto, Omar, Emmanuel, César, Liz, Javier, Rodrigo, Carmen, Jaz, Saysi, Belem, y muchos más que me han hecho grato el estudiar y vivir en el DF.

La enseñanza de las ciencias pierde sentido si su ámbito empieza y termina en el salón de clases. (Sergio Vigueras).....

VIVE FELIZ MUERE QUERIENDO.

INDICE GENERAL
PAG.

RESUMEN	x
ABSTRACT	xi
CAPITULO 1. Marco Teórico	1
1. INTRODUCCIÓN	2
1.1. FUNDAMENTOS TEORICOS	3
1.1.1. Características de los lodos residuales	3
1.2. Tratamiento de lodos residuales	6
1.2.1 Espesamiento	8
1.2.2. Secado	8
1.2.3. Reducción térmica	9
1.3 Estabilización de lodos residuales	9
1.3.1 Estabilización biológica	10
1.3.2 Estabilización química	
1.3.2.1 Digestión aerobia de lodos	10
1.3.2.2 Digestión anaerobia de lodos	11
1.3.3 Proceso de digestión anaerobia	12
1.4 Factores fisico-químicos que afectan a la digestión anaerobia	16
1.4.1 Temperatura	16
1.4.2 Potencial de hidrógeno (pH)	16
1.4.3 Tiempo de retención de sólidos	17
1.4.4 Tiempo de retención hidráulica	17
1.4.5 Alcalinidad	17
1.5 Tratamiento de lodos en dos fases de la digestión anaerobia	18
1.6 Antecedentes	19
1.7 Justificación	21
1.8 Hipótesis	21
1.9 Objetivos	22
1.9.1 Objetivo general	22
1.9.2 Objetivos específicos	22
CAPITULO 2. Materiales y métodos	23
2.1 Muestreo de lodos residuales	23
2.2 Caracterización del lodo residual	24
2.3 Pruebas en lote para evaluar el efecto de la temperatura y el pH sobre la hidrólisis y acidogénesis del lodo secundario	24
2.4 Reactores en continuo	25
2.5 Técnicas analíticas y determinación de parámetros	26
2.5.1 DQO total y soluble	26
2.5.2 pH	27
2.5.3 Sólidos (totales, fijos y volátiles)	27
2.5.4 Carbohidratos totales y solubles	28

2.5.5 Proteína soluble	28
2.5.6 Índice volumétrico de lodos	29
2.5.7 Determinación de la densidad del lodo	29
2.5.8 Análisis para la cuantificación de ácidos grasos volátiles	30
2.5.9 Cuantificación y composición de biogás	30
2.6 Análisis estadísticos	30
CAPITULO 3. Resultados y discusión	31
3.1 Caracterización del lodo residual secundario	32
3.2 Pruebas en lote	33
3.2.1 Caracterización de lodos secundarios	33
3.2.2 Efecto de la temperatura y pH sobre la producción de carbohidratos, proteínas y solubilización de la materia orgánica	34
3.2.3 Efecto de la producción de la temperatura y pH sobre la producción de metano	36
3.2.4 Efecto de la temperatura y pH sobre la reducción de SV y producción de metano	37
3.2.5 Análisis estadístico para evaluar el efecto de la temperatura y pH en la solubilización de lodos residuales secundarios	39
3.2.6 Efecto de la interacción temperatura-pH sobre la solubilización de lodo residual secundario	40
3.2.7 Efecto de la temperatura sobre el índice volumétrico de lodos	41
3.3 Reactores mesofílico y termofílico en continuo a 1 día de TRH	42
3.3.1 Medición del pH	42
3.3.2 Solubilización de la materia orgánica	43
3.3.3 Producción de compuestos solubles	44
3.3.4 Producción de ácidos grasos volátiles	46
3.3.5 Comparación de la solubilización en el reactor termofílico a 1 y 2 días de TRH	49
CAPITULO 4. Conclusiones y recomendaciones	51
CAPITULO 5. Bibliografía	53
ANEXO 1	57
ANEXO 2	59

INDICE DE TABLAS

1. Marco teórico

Tabla 1. Composición de los lodos secundarios.	5
Tabla 2. ventajas y desventajas de la digestión aerobia.	10
Tabla 3. Ventajas y desventajas de la digestión anaerobia.	11

3. Resultados y discusión

Tabla 4. Caracterización de lodos residuales secundarios.	32
Tabla 5. Características del lodo secundario.	34
Tabla 6. Evaluación de la solubilización de lodo residual secundario con diferentes tratamiento de temperatura y pH.	41
Tabla 7. Producción promedio de biogas en los reactores.	49

ANEXO 2

Tabla 8. Límites máximos permisibles para patógenos y parásitos en lodos y biosólidos.	59
Tabla 9. Límites máximos permisibles para metales pesados en biosólidos.	59

INDICE DE FIGURAS

1. Marco teórico

Figura 1. Disposición y reciclado de lodos residuales.	4
Figura 2. Representación esquemática de un flóculo de lodos activados.	6
Figura 3. Diagrama de procesamiento, disposición, y reuso de los lodos provenientes del tratamiento de aguas residuales.	7
Figura 4. Etapas de la digestión anaerobia.	15

2. Materiales y métodos

Figura 5. Diagrama de desarrollo de pruebas en lote del lodo residual secundario a diferentes temperaturas y pH.	25
Figura 6. Esquema del reactor anaerobio operado en mesofilia y termofilia.	26

3. Resultados

Figura 7. Efecto de la temperatura y pH sobre la solubilización de compuestos orgánicos.	36
Figura 8. Producción de metano a partir de lodos secundarios sometidos a diferentes temperatura y pH.	37
Figura 9. Efecto de la temperatura y pH en la reducción de SV y producción de metano.	38

Figura 10. Efecto de la temperatura y pH sobre el porcentaje de reducción de SV, y solubilización expresada como DQOs.	39
Figura 11. Comportamiento del IVL de lodo a distintas temperaturas.	42
Figura 12. pH en reactores en continuo bajo condiciones termofílicas y mesofílicas.	43
Figura 13. Solubilización de materia orgánica en reactores en continuo RT, RM y alimentación.	44
Figura 14. Eficiencias de solubilización de DQO, carbohidratos y proteínas en el RT.	45
Figura 15. Eficiencias de solubilización de DQO, carbohidratos y proteínas en el RM.	46
Figura 16. Producción de AGV a partir de la acidogénesis de lodo residual secundario en mesofilia y termofilia.	47
Figura 17. Composición de los AGV en el efluente del reactor mesofílico.	48
Figura 18. Producción de AGV en el efluente del reactor termofílico.	48
Figura 19. Solubilización como DQOs en RT a 1 d TRH y 2 d TRH.	50
Figura 20. Porcentaje de reducción de SV en RT a 1 d TRH y 2 d TRH.	50

ANEXO 1

Figura 21. Curva de calibración de DQO.	57
Figura 22. Curva de calibración de azúcares.	57
Figura 23. Curva de calibración de AGV.	58
Figura 24. Curva de calibración de AGV.	58

Digestión anaerobia de lodos residuales secundarios en reactores en lote y continuo, Tesis de Maestría. Universidad Autónoma Metropolitana- Iztapalapa. México, D.F.

Resumen

Los sistemas aerobios, en particular, el de lodos activados es el más utilizado para el tratamiento de las aguas residuales. Estos procesos producen grandes cantidades de biomasa, comúnmente llamados lodos, como subproducto resultante de los distintos procesos de la planta de tratamiento. El principal problema en México, es que no se tiene tecnología ni control para el tratamiento de los lodos generados causando así problemas de contaminación ambiental; al depositarlos en rellenos sanitarios, basureros a cielo abierto o alcantarillado municipal. Una de las principales ventajas de la digestión anaerobia para el tratamiento de los lodos es la producción de energía a partir de metano. En la digestión anaerobia la etapa limitante del proceso es la hidrólisis; por lo tanto, en este trabajo se determinó la reducción de sólidos y la solubilización de la materia orgánica evaluando diferentes valores de pH y temperatura empleando reactores en lote y en continuo. Se evaluaron valores de TRH de 1 y 2 días a temperaturas mesofílicas y termofílicas. En los reactores en lote, se obtuvo que las mejores temperaturas para solubilización de la materia orgánica como DQO fueron a 50 y 60 °C y para la reducción de sólidos a temperaturas de 30 y 40 °C. La reducción de sólidos fue de 49 % a 40°C (pH 5). La solubilización de la materia orgánica expresada como DQO fue mayor a 50 °C (pH 7) con un 31 %. En los reactores en continuo, se obtuvo una eficiencia de solubilización como DQO del 30 %; para carbohidratos y proteínas se obtuvieron eficiencias de 20.2% y 21.4 % respectivamente; en condiciones termofílicas y del 15 % en la solubilización como DQO en condiciones mesofílicas operados a 1 día de TRH. Para TRH de 1 y 2 días en condiciones termofílicas la solubilización fue de alrededor del 15%, y la reducción de sólidos del 50 % para ambos reactores.

Anaerobic digestion of secondary sludge in batch and continuous reactors, Master Thesis. Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa. Mexico, D.F.

Abstract

Aerobic systems in particular, activated sludge are the most widely used for treating wastewater. These processes produce large amounts of biomass, commonly called sludge, as a resulting byproduct from the different processes of the treatment plant. The main problem in Mexico, is there is no control and investigation for the treatment of generated sludge causing environmental pollution problems; due to they are deposited in landfills, open dumps or municipal sewer. The main advantage of anaerobic digestion in the treatment of sludge is the energy production from methane. Hydrolysis is the limiting step in the anaerobic digestion; therefore, this study was focused to determine the solids reduction and organic matter solubilization evaluating different values of pH and temperature in batch and continuous reactors. Additionally, the reactors operation at 1 and 2 day HTR using mesophilic and thermophilic temperatures were evaluated. In the case of batch reactors the higher organic matter solubilization as COD was observed at 50 and 60 °C; meanwhile, the solids reduction was at 30 and 40 °C. When the effect of pH and temperature was evaluated; the higher solids reduction was 49% at 40 °C (pH 5). The higher organic matter solubilization, expressed as COD, was observed at 50 °C (pH 7) reaching a value of 31%. In the case of continuous reactors, the higher solubilization efficiency as COD was 30%. In thermophilic conditions, carbohydrates and proteins were solubilized reaching efficiencies of 20.2% and 21.4%, respectively. As compared to mesophilic conditions and 1 day HRT, the solubilization expressed as COD reached a value of 15%. Solubilization for both HRT 1 and 2 day HTR in conditions thermophilic was about 15%, whereas the solids reduction was about 50% for both reactors

CAPITULO 1
MARCO TEORICO

1. Introducción

En el país se cuenta con un registro de 1,710 plantas de tratamiento de aguas residuales municipales, con un caudal tratado de 79.3 m³/s, representando un 38.3 % de agua tratada a nivel nacional. Entre los principales procesos de tratamiento de aguas residuales se encuentra el sistema de lodos activados con un caudal tratado de 35.14 m³/s, representando el 44.32 % del caudal de aguas residuales del país (CNA, 2008).

El tratamiento de las aguas residuales (AR), es un proceso donde el objetivo es disminuir los contaminantes o características que la hacen perjudicial al medio ambiente y a los seres vivos, considerando las normas para aguas residuales donde establecen los límites máximos permisibles para ser vertidas o reutilizadas. Al tratar las AR en distintos tratamientos se genera como subproducto lodos.

Los lodos generados en el tratamiento del agua residual son considerados residuos peligrosos, como se establece en la NOM-004-SEMARNAT-2002. Sin embargo, estos lodos poseen características benéficas que pueden ser aprovechadas entre estas el contenido de nutrientes y materia orgánica. La NOM-004-SEMARNAT-2002, establece la clasificación de los lodos y biosólidos con base en el contenido de patógenos y parásitos en tipo A, B, C y con base en la presencia de metales pesados como excelente y bueno ver (Anexo 2), y definir de esta manera su aprovechamiento.

Asimismo, los lodos residuales se clasifican de acuerdo al tren de tratamiento de aguas residuales en: primarios, secundarios y terciarios.

1.1. FUNDAMENTOS TEORICOS

1.1.1. Características de los lodos residuales

Los lodos pueden ser generados en procesos de potabilización de agua, tratamiento de agua residual doméstica e industrial; y dependiendo de la fuente de los lodos serán sus características.

En los sistemas de potabilización de agua se genera menor cantidad de lodos que en los de tratamiento de aguas residuales; debido a que sólo consta de eliminación de sólidos grandes. Sus mayores componentes son arena, arcilla, y algunos están acompañados de compuestos coagulantes.

En sistemas de tratamiento de aguas residuales domésticas, se encuentra una gran cantidad de materia orgánica, sólidos, contaminantes (metales pesados, y una alta concentración de patógenos). La producción aproximada de lodos en los sistemas de tratamiento de aguas residuales municipales de tipo aerobio es de 0.5 a 1.2 Kg SSV/Kg DBOremovida, cuya composición y producción depende de la carga orgánica, rendimiento de biomasa (g de SSV/DBOremovida), TRS, temperatura, concentración de agentes contaminantes orgánicos e inorgánicos y de la presencia de organismos patógenos (Terreros *et al.*, 2009; Foundation for Water Research, 2002).

Los lodos de sistemas de tratamiento de aguas se caracterizan por tener un alto porcentaje de agua (90 %), altos contenidos de materia orgánica (proteínas, carbohidratos, compuestos biodegradables), microorganismos patógenos y nutrientes (nitrógeno, fósforo, potasio) (López, 1989; Terreros *et al.*, 2009).

Los tipos de lodos, dentro de las plantas de tratamiento de aguas residuales (PTAR), se clasifican con base en los procesos, como se muestra en la Figura 1:

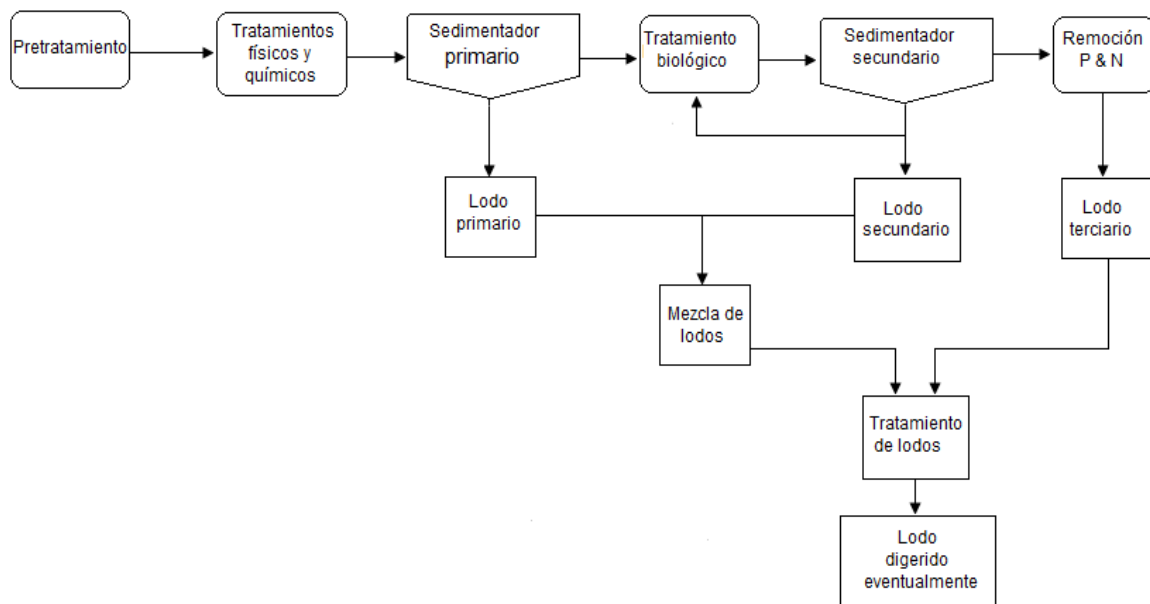


Figura. 1: Disposición y reciclado de lodos residuales (European Commission, 2001).

Lodos primarios: son suspensiones grises o café claro, con sólidos de diferentes tamaños y composición. Se caracterizan por el contenido materia inorgánica y una alta cantidad de materia orgánica, son fácilmente sedimentables provocando condiciones sépticas, olores putrefactos, cambio de color de los sólidos de café, café-oscuro a negro. Los componentes principales son carbohidratos, proteínas y lípidos (Miron Yehuda *et al.*, 1999; Metcalf y Eddy, 2003; Turovskiy y Mathai, 2006).

Lodos secundarios: están formados por biomasa producida en un proceso de tratamiento biológico como el de lodos activados, lagunas aireadas, filtros percoladores, filtros rotatorios entre otros. Los lodos se obtienen del sedimentador secundario en el caso del tratamiento por lodos activados. En la tabla 1, se muestran los promedios de los principales parámetros, la dispersión para cada parámetro es amplia debido a que son datos de distintas plantas de tratamiento y plantas pilotos de tratamiento de aguas residuales (Arundel, 2000; Viguera, 2002; Metcalf y Eddy, 2003; Arnaiz, *et al.*, 2005; Turovskiy y Mathai, 2006; Terreros *et al.*, 2009)

Tabla 1. Composición de los lodos secundarios.

Parámetro	Lodo Secundario
Grasas y aceites (%)	5-20
Proteína total (g/L)	3.91- 13.11
Proteína soluble (g/L)	0.015 ± 0.008
Alcalinidad (g/L CaCO ₃)	1-1.7
Azúcares (%)	10.6
pH	5.5-7.4
SST (g/L)	3.78-13.62
SSV (g/L)	1.89-14.53
AGV (mg/L HAc.)	1.1-1.7
SST= sólidos suspendidos totales; SSV= sólidos suspendidos volátiles AGV=ácidos grasos volátiles; HAc= ácido acético.	

Los lodos activados están compuestos por un consorcio microbiano y materia orgánica e inorgánica asociados en una matriz formada por compuestos exopoliméricos y cationes. La mayoría de los polímeros se incorporan a los flóculos de los lodos activados de la matriz (Figura 2), y una parte queda libre como biocoloides (Novak *et al.*, 2003).

Los cationes forman parte integral de la formación de los flóculos y de la unión de proteínas y carbohidratos. Una buena relación de cationes monovalentes y bivalentes influye en la propiedad activa del lodo. La alta concentración de cationes monovalentes se asocia con una débil estructura de floculación y una gran cantidad de biocoloides en la solución (Murthy *et al.*, 2000; Novak *et al.*, 2003).

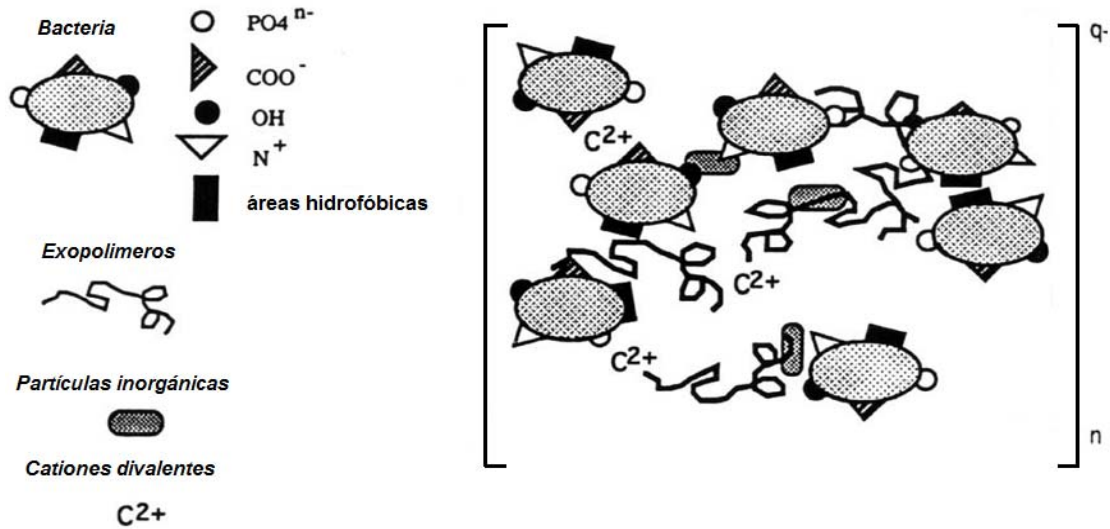


Figura 2. Representación esquemática de un flóculo de lodos activados (Urbain *et al.*, 1993; Neyens y Baeyens, 2003).

Lodos terciarios: son el resultado de la eliminación de contaminantes específicos como nutrientes, principalmente fósforo y nitrógeno en forma de nitritos y nitratos, los cuales se remueven por procesos biológicos, con la utilización de aditivos para sedimentación (European Commission, 2001).

Resumiendo los lodos son sólidos con un contenido variable de humedad, provenientes del desazolve de los sistemas de alcantarillado urbano o municipal, de las plantas potabilizadoras y de las plantas de tratamiento de aguas residuales, que no han sido sometidos a procesos de estabilización (NOM-004-SEMARNAT-2002). Las características de los lodos dependen del origen y de la carga de contaminantes del agua residual, de los tipos de tratamientos y de las especificaciones técnicas a los que se someta el agua residual (European Commission, 2001). Además dependiendo del aspecto económico y social la cantidad de lodo varía de país a país (Balcerak, 2007).

1.2. Tratamiento de lodos residuales

La mayor parte del trabajo de diseño y decisión operacional con respecto al tratamiento y eliminación de los residuos, requiere de una comprensión adecuada de

las características de éstos. Debido a que los residuos varían de planta a planta, es imprescindible un muestreo representativo y una caracterización previa. Las concentraciones de nutrientes (nitrógeno, potasio y fósforo) son importantes en el caso de aplicar los biosólidos se aplican al suelo como fertilizante o como acondicionador de suelos.

El tratamiento de los lodos depende de su composición química y del tipo de agua residual del que provienen. Además para seleccionar la metodología adecuada hay que considerar las posibilidades económicas, el destino final y las legislaciones a cumplir.

Se conocen diferentes métodos para tratar los lodos residuales. Estos métodos buscan principalmente reducir el contenido de agua, materia orgánica y organismos patógenos. (Figura 3):

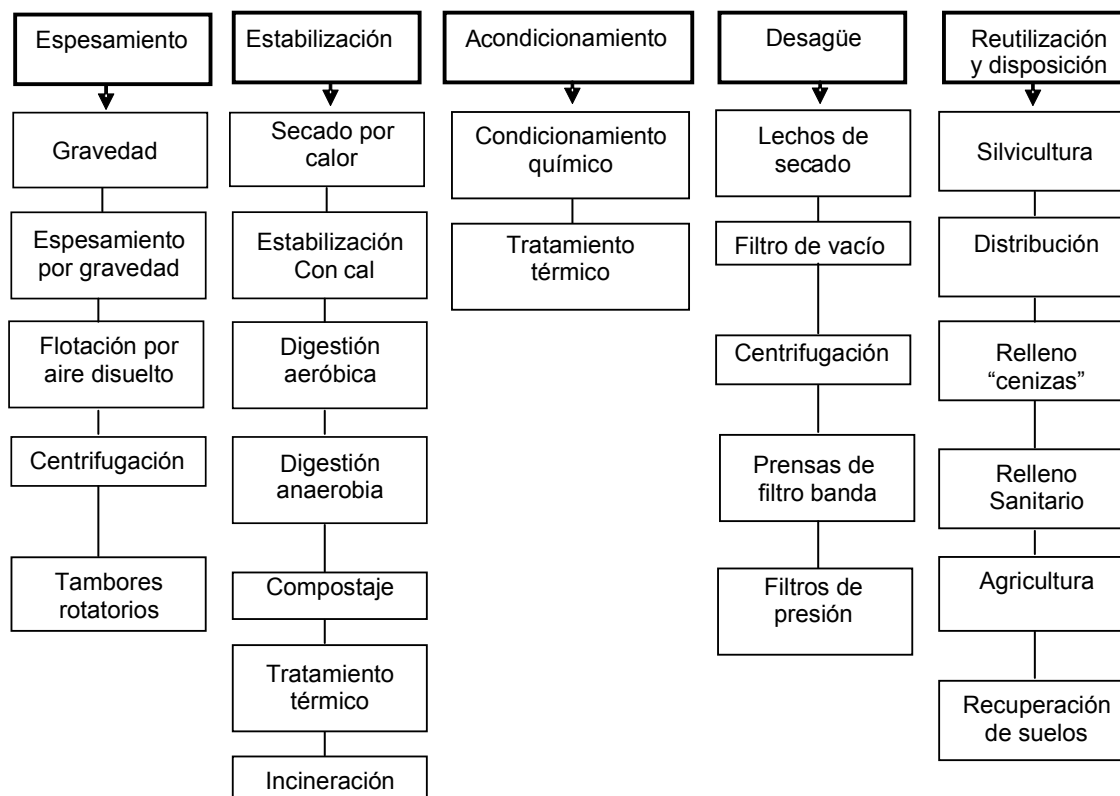


Figura 3. Diagrama de procesamiento, disposición, y reuso de los lodos provenientes del tratamiento de aguas residuales (WFE, 1996).

De todas estas metodologías mostradas en la Figura 3, las más empleadas son las que se describen a continuación:

1.2.1 Espesamiento

El espesado es un procedimiento empleado para aumentar el contenido de los sólidos y se elimina una porción de la cantidad de agua, suficiente que permita manejar el material sólido. Las operaciones más comunes para el espesamiento de lodos son la centrifugación, sedimentación, flotación, filtros de banda y al vacío.

Se considera una concentración óptima de lodos espesados aquella que fluctúa entre el 4 y 6 % de sólidos y que el espesamiento no sea superior a 70 g/L de sólidos totales, para poder llevar a cabo posteriormente la estabilización por digestión anaerobia (Noyola, 1998).

El espesado es una operación que beneficia los siguientes procesos: de digestión, combustión, secado y deshidratación, considerando los siguientes factores:

- Optimización de las capacidades y volúmenes de los equipos requeridos, para su buen funcionamiento.
- Menores cantidades de reactivos químicos para el acondicionamiento de los lodos.
- La cantidad de calor requerida por los digestores y la energía requerida para el secado e incineración.
- Facilidades en el transporte del lodo a largas distancia, de esta manera disminuyen los costos.

1.2.2. Secado

El secado de lodos permite reducir el contenido de agua mediante aparatos mecánicos por procedimientos basados en contacto, convección o radiación.

1.2.3. Reducción térmica

Los procesos de reducción térmica son la incineración u oxidación por vía húmeda, la oxidación, volatilización parcial de los sólidos orgánicos y la pirólisis o combustión completa para formar productos finales que tienen poder calórico.

Al aplicar una reducción térmica se obtienen productos de los lodos, tales como: dióxido de carbono, agua y productos con alto nivel calórico.

1.3 Estabilización de lodos residuales

Los sólidos y biosólidos se estabilizan para reducir la concentración de sólidos, la presencia de organismos patógenos, eliminar olores desagradables, para inhibir o reducir su potencial putrefacto. Los métodos más comunes de estabilización son químicos y biológicos.

La estabilización de lodos no se realiza en todas las plantas de tratamiento de aguas residuales, y es necesario considerar la cantidad de lodo que ha de ser tratado y los objetivos del proceso de estabilización. Considerando las regulaciones pertinentes, si el lodo es aplicado al suelo debe ser evaluada la reducción de patógenos y cumplir con la normatividad.

1.3.1 Estabilización química.

Entre los métodos más comunes destaca la utilización de cal, que consiste en añadir este químico hasta aumentar el pH hasta 12. Debido a que la reacción es exotérmica, se alcanzan temperaturas mayores de 50 °C, reduciendo con esto el contenido de microorganismos patógenos, vectores de enfermedades además de que el proceso es inodoro. Algunos de estos procesos son capaces de producir lodos clase A (Ver anexo 2). El lodo estabilizado por este proceso se puede disponer en rellenos sanitarios y suelos ácidos destinados al cultivo (Rubio, 2004)

1.3.2 Estabilización biológica.

Los microorganismos heterótrofos también pueden utilizarse para estabilizar los lodos residuales a través de su metabolismo de respiración aerobia o anaerobia.

1.3.2.1. Digestión aerobia de lodos.

La oxidación aerobia de los lodos, se lleva a cabo cuando los compuestos orgánicos biodisponibles se agotan y los microorganismos comienzan a consumir su propio protoplasma para obtener energía y desencadenar todas aquellas reacciones de mantenimiento de la célula (metabolismo endógeno). El metabolismo endógeno supone una liberación de nitrógeno en forma de amoníaco, fósforo y compuestos orgánicos solubles. Como productos finales se obtiene CO₂ y H₂O. En este proceso aproximadamente del 75 al 80 % del tejido celular puede ser oxidado, mientras que el resto son compuestos inertes y no biodegradables (Metcalf y Eddy, 2003). Es importante mencionar que este proceso soporta bajas cargas orgánicas de SSV y requiere de un elevado consumo energético (500 a 2000 kW-hr/1000 kg de DQO_{removida}); con TRH mayores a 30 días (Wilkie *et al.*, 2005; Terreros *et al.*, 2009). La Tabla 2, muestra las principales ventajas y desventajas de la utilización de la digestión aerobia, para la estabilización de lodos residuales secundarios, donde los costos energéticos no hacen rentable este sistema para el tratamiento de lodos.

Tabla 2. Ventajas y desventajas de la digestión aerobia (Metcalf y Eddy, 2003).

Ventajas	Desventajas
La reducción de sólidos volátiles en un digestor aerobio es aproximadamente igual a la obtenida en condiciones anaerobias.	Alto costo de energía asociado al suministro de oxígeno requerido
Producción de humus sin olor, biológicamente estable como producto final.	El proceso se ve afectado por la temperatura, ubicación geográfica, geometría del tanque, concentración de sólidos en la alimentación, el tipo de mezcla y del dispositivo de aireación.
La operación es sencilla (generalmente son sistemas automatizados).	Los costos de operación y mantenimiento son altos

1.3.2.2. Digestión anaerobia de lodos.

Los lodos residuales secundarios son considerados como fuente de energía renovable y se convierten en un sustrato de interés para la digestión anaerobia, teniendo en cuenta que en este proceso estos lodos son más difíciles de digerir que los lodos primarios. Actualmente existen tecnologías disponibles en las cuales solamente del 20 al 30% de los lodos orgánicos se mineralizan (Mottet *et al.*, 2009).

Los tratamientos anaerobios son una alternativa para la estabilización de lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales. Se caracterizan porque se llevan a cabo en ambientes con ausencia de oxígeno y en condiciones de temperatura mesofílica y termofílica; donde la degradación de los compuestos orgánicos complejos es un proceso en múltiples etapas, en los que se ha reportado que la etapa crítica es la hidrólisis de los lodos por ser principalmente biomasa. Montalvo y Guerrero (2003), reportan algunas ventajas y desventajas de la digestión anaerobia las cuales se muestran en el Tabla 3:

Tabla 3. Ventajas y desventajas de la digestión anaerobia.

Ventajas	Desventajas
Reducción del contenido de sólidos	Costos de inversión altos
El biogás producido es un gas combustible energético.	Falta de experiencia en el diseño y construcción de digestores anaerobios para lodos residuales.
Baja producción de biomasa alrededor del 10 % o menores.	Largos tiempos de estabilización del sistema.
Bajo requerimiento de nutrientes	El proceso es sensible a la temperatura, ubicación geográfica y tipo de material de fabricación del biorreactor.
Bajo consumo de energía eléctrica por no requerir aireación.	
Reducción en el número de patógenos	

1.3.3. Proceso de digestión anaerobia.

La degradación de sustratos en la digestión anaerobia es llevada a cabo por la combinación de la actividad metabólica de diferentes grupos de microorganismos anaerobios facultativos y anaerobios estrictos. Por lo que existe una asociación sintrófica de diferentes tipos de microorganismos.

En los procesos anaerobios, el 90% de la energía contenida en el material orgánico, medida como demanda química de oxígeno (DQO), es convertida en biogás y el 10% restante es asimilado para la generación de nuevas células en la Figura 4 se observan los procesos bioquímicos de la digestión anaerobia los cuales se enlistan a continuación (Diclehan, 2007):

1. Hidrólisis de biopolímeros (proteínas, carbohidratos y lípidos).
2. Fermentación de aminoácidos, azúcares entre otros.
3. β -oxidación anaerobia de ácidos grasos de cadena larga y alcoholes.
4. Oxidación anaerobia de productos intermedios, como ácidos grasos volátiles y alcoholes.
5. Producción de acetato (acetogénesis).
6. Conversión de acetato a metano (metanogénesis acetoclástica).
7. Producción de metano a partir de H_2^+ y CO_2 (metanogénesis hidrogenotrófica).

El proceso de la digestión anaerobia se puede resumir en cuatro fases hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis:

- Hidrólisis

La etapa limitante en el tratamiento de lodos residuales secundarios es la hidrólisis de los compuestos orgánicos, polímeros de cadenas largas como son: los polisacáridos, proteínas, lípidos y ácidos nucleicos (Bougrier *et al.*, 2008; Appels Lise *et al.*, 2008; Ponsa *et al.*, 2008). Los compuestos orgánicos son transformados en oligómeros y monómeros (ácidos grasos, glicerol, carbohidratos, bases púricas, aminoácidos), esto debido a la acción de enzimas extracelulares como glucosidasas,

celulasas, amilasas, proteasas y lipasas; las cuales son excretadas por microorganismos fermentativos (EVM, 2002; Ayol *et al.*, 2008).

Los valores bajos de pH en esta etapa afectan el metabolismo, debido a la pérdida de enzimas o a la disminución de la actividad enzimática.

- Acidogénesis

En esta etapa se fermentan los productos solubles de la hidrólisis hasta H_2O , H_2 , ácidos orgánicos y biomasa. Por tal motivo, los valores de pH se encuentran alrededor de 5. La mayoría de las bacterias que conforman este grupo trófico son anaerobias y facultativas; no obstante, una pequeña fracción de este nivel es capaz de utilizar O_2 como aceptor final de electrones.

Los productos metabólicos de esta población varían en función de las condiciones ambientales (sistema de alimentación, pH, TRS, sustrato, etc.). Los principales productos que se forman en esta etapa son ácidos grasos volátiles como propiónico, acético, butírico, valérico. Asimismo se generan cantidades considerables de H_2 , CO_2 , etanol y NH_4 ; necesarios para el desarrollo de los organismos presentes en las etapas subsecuentes (Montalvo y Guerrero, 2003).

Uno de los factores importantes de la fermentación de los monómeros de proteínas y polisacáridos, es la concentración de H_2 . Altas concentraciones de H_2 fomentan la reducción del piruvato obteniéndose los compuestos propionato, succinato, butirato y etanol. Cuando la concentración de H_2 es baja el piruvato se transforma en acetyl-CoA y CO_2 . Es aquí donde las bacterias productoras obligadas de hidrógeno (OHPA) toman los electrones de las bacterias fermentativas y forman el hidrógeno. Al formar el H_2 las OHPA promueven que el piruvato se convierta en ácidos orgánicos. Las bacterias metanogénicas hidrogenotróficas presentes logran que el H_2 se remueva y se evite su acumulación.

En la operación de un reactor acidogénico, trabajar en un rango de temperaturas de 50-55 °C permite acelerar las reacciones bioquímicas y tener un aumento en las velocidades de crecimiento de los microorganismos (Lu *et al.*, 2008).

- Acetogénesis

Los productos metabólicos de las bacterias acidogénicas son convertidos por las bacterias acetógenas en acetato, H₂ y CO₂ principalmente. Entre las bacterias que podemos encontrar de este grupo están los géneros *Clostridium* y *Acetobacterium*. Existe una relación sintrófica entre las bacterias productoras y las consumidoras de hidrógeno.

Los ácidos grasos volátiles, de manera simultánea que los compuestos nitrogenados, son oxidados y transformados lentamente y el pH aumenta de 5 a 6.8. Esta etapa está controlada por el sintrofismo de las bacterias OHPA y las hidrogenotróficas. Sin la presencia de las bacterias hidrogenotróficas, la transformación de propionato a acetato crea un balance con -25Kj con una energía libre normal de reacción de 76 Kj. Es decir una reacción no favorable, que da como consecuencia la acumulación de propionato que a concentraciones mayores de 900 mg/L es inhibitorio de la metanogénesis (Wang *et al.*, 2009).

- Metanogénesis

El metano (CH₄) es producido a partir del ácido acético, hidrógeno y dióxido de carbono por acción de las bacterias metanógenas anaerobias obligadas. Estos organismos son los únicos capaces de generar metano; y por lo tanto, poseen enzimas exclusivas como las hidrogenasas y sus respectivos cofactores. Estos organismos se dividen en función de los sustratos degradables en: hidrogenótrofos (H₂ + CO₂ → CH₄), acetoclásticos (Acetato → CH₄ + CO₂) y metilótrofos que a partir de otros sustratos como (metanol, metilaminas y metilsulfuros) producen CH₄ (Montalvo y Guerrero, 2003).

En esta etapa de la digestión, el pH aumenta hasta 7, produciéndose biogás con 65 a 70 % de CH₄ y alrededor de 30% de CO₂. Las bacterias metanogénicas son encargadas de producir metano. A partir de acetato se puede producir alrededor del 70 % del metano y del H₂/CO₂ el 30 % restante (Speece, 1996).

Las bacterias metanogénicas compiten generalmente por el H₂ y el acetato con tres grupos metabólicos: bacterias sulfato reductoras, acetogénicas y reductoras del ion férrico.

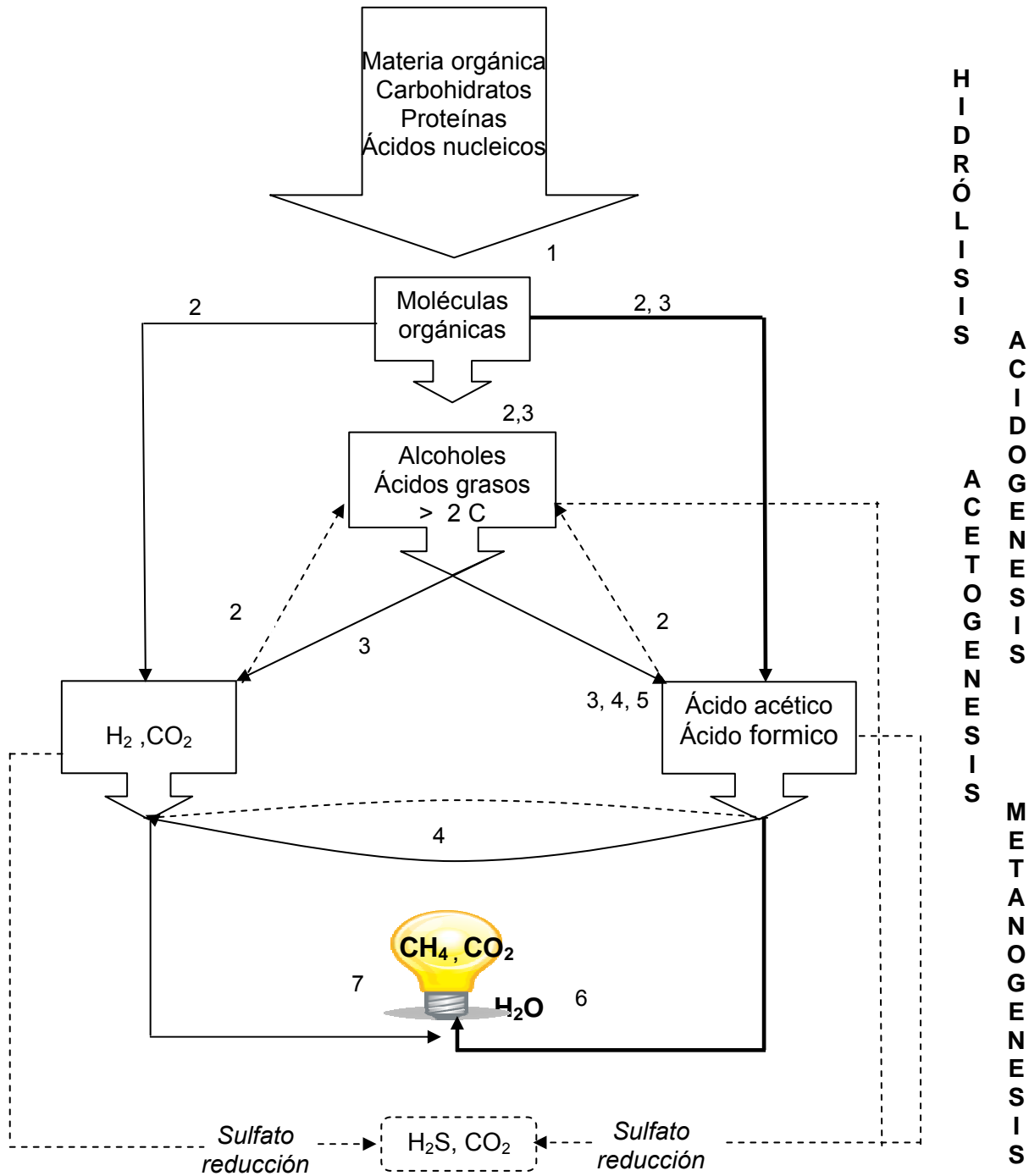


Figura 4. Etapas de la digestión anaerobia.

1.4. Factores fisico-químicos que afectan a la digestión anaerobia

1.4.1. Temperatura.

La temperatura afecta las constantes de equilibrio químico, produciendo desplazamientos en los valores de los parámetros como alcalinidad, pH, precipitación, cambios en la composición del gas por efecto de la solubilidad. La temperatura tiene efecto principalmente sobre las velocidades de reacción biológica, la tasa de difusión de sustrato y la tasa de reacciones enzimáticas. Los efectos de la temperatura sobre las reacciones bioquímicas pueden cuantificarse a través de la ecuación de Arrhenius: $r_A = K_A \cdot e^{(-E/RT)}$ (Montalvo y Guerrero, 2003).

En algunos casos los pretratamientos de lodos a temperaturas mayores a 60 °C, generan compuestos refractarios, los cuales resultan inhibitorios para la metanogénesis. En estas condiciones los azúcares y aminoácidos reaccionan formando melanoïdes y a temperaturas de 200°C hay posibilidad de formación de dioxinas (Achu y Liu, 2009).

Se conocen dos intervalos de temperatura para el crecimiento apropiado de bacterias anaerobias: Uno es el mesofílico con temperaturas óptimas para los microorganismos anaerobios de 32 a 37°C y el termofílico con temperaturas de 55 a 60 °C (Speece, 1996).

1.4.2. Potencial de hidrógeno (pH).

La digestión anaerobia puede llevarse a cabo dentro de un intervalo de pH comprendido entre 6.2 y 7.8, siendo el óptimo entre 7.0 y 7.2. Los cambios del pH afectan el proceso anaerobio de diversas formas, destacándose las siguientes (Montalvo y Guerrero, 2003):

- Cambio de los grupos hidrolizables de las enzimas (grupos carboxilos y aminos).

- Alteraciones de los componentes no enzimáticos del sistema (ionización del sustrato, desnaturalización de la estructura proteica de la enzima).
- Efecto sobre el nivel de toxicidad de diferentes compuestos.

1.4.3. Tiempo de retención de sólidos (TRS).

Las tres reacciones (hidrólisis, fermentación y producción de metano) están directamente relacionadas con el TRS. Un aumento o disminución en este parámetro resulta en un aumento o disminución en la extensión de cada reacción. Hay un TRS mínimo para cada reacción; si el TRS es menor al necesario para el crecimiento celular, las bacterias no podrán crecer con suficiente rapidez y la digestión fallará con el tiempo (Metcalf y Eddy 2003).

1.4.4. Tiempo de retención hidráulica (TRH).

Una variable operacional que puede ser fácilmente manipulable es el TRH, permitiendo modificar el metabolismo y las eficiencias del proceso. Dado que la digestión anaeróbica se puede llevar a cabo en dos fases (Hidrolítica-acidogénica y acetogénica-metanogénica), el TRH puede actuar como un parámetro de selección para la fase acidogénica sólo si se estimula el crecimiento de los microorganismos formadores de ácido, de esta manera mantener latente el crecimiento de los microorganismos productores de metano (Elefsiniotis y Oldham, 1994).

1.4.5. Alcalinidad:

Establece la capacidad amortiguadora en el sistema. Los valores normales de alcalinidad oscilan entre los 1000 y 5000 mg CaCO_3/L . Un criterio para verificar si la carga orgánica suministrada al digestor es adecuada para el proceso anaerobio, es la relación alfa de la alcalinidad debida a los bicarbonatos entre la alcalinidad total. El valor de α durante el arranque deberá mantenerse arriba de 0.5. Un valor superior a 0.6 muestra una operación estable e indica que es posible aumentar la carga del digestor (Speece, 1996).

El proceso de la digestión de lodos produce bicarbonato de amonio por descomposición de las proteínas. La concentración de la alcalinidad en el digestor es en gran medida proporcional a la concentración de la alimentación de sólidos. En un digestor anaerobio el dióxido de carbono es producido en las fases de fermentación y metanogénesis. Debido a la presión parcial del gas en el digestor, el dióxido de carbono se solubiliza y forma ácido carbónico. La concentración de dióxido de carbono en el biogás es un reflejo de los requisitos de la alcalinidad. La alcalinidad en los reactores puede ser controlada por la adición de bicarbonato de sodio, cal o carbonato de sodio y así evitar la inhibición del crecimiento de algunos grupos bacterianos por la disminución del pH como es el caso de las bacterias metanogénicas (Speece, 1996; Metcalf y Eddy, 2003).

1.5 Tratamiento de lodos en dos fases de la digestión anaerobia:

Debido a que la etapa limitante en la digestión anaerobia de lodos residuales secundarios es la hidrólisis de las macromoléculas, es conveniente separar la digestión anaerobia en dos etapas: etapa hidrolítica-acidogénica y acetogénica-metanogénica.

La digestión anaerobia en dos etapas se estudia desde hace más de 20 años, con el objetivo de separar basándose en consideraciones cinéticas la acidogénesis en un reactor y la acetogénesis-metanogénesis en el segundo. Se impide de esta forma la acumulación de hidrógeno, ácido propiónico y butírico en el reactor metanogénico (segundo reactor) y se logra optimizar el proceso. La digestión anaerobia en dos etapas se utiliza cuando el sustrato es fácilmente acidificable para evitar la sobrecarga de AGV y ganar estabilidad, o cuando el sustrato es de difícil de hidrólizar (por ejemplo: los lodos residuales secundarios), optimizando esta reacción en el primer reactor que trabaja generalmente a pH menores de 6.5. La separación de la digestión anaerobia en dos etapas, provee incrementos sobre la producción total de metano y las cargas aplicadas pueden ser de 50 a 100 %, con eficiencias del 10 al 30 % mayores si se comparan con los mismos procesos en una sola etapa (Speece, 1996).

1.6 Antecedentes

Vigueras (2002), realizó estudios sobre el tratamiento anaerobio de lodos secundarios pretratados con hidróxido de sodio y óxido de calcio. El sistema de una etapa en un reactor de mezcla completa y el de dos etapas en un reactor de mezcla completa, un sedimentador y un reactor UASB. El sistema de dos etapas alimentado con lodos residuales pretratados fue el que presentó mayor eficiencia de remoción de sólidos con un 43% comparado con 27% y 14% para los sistemas de una etapa con y sin pretratamiento. El pretratamiento con hidróxido de sodio ocasionó un aumento en el material soluble en los lodos residuales, pero no incremento la eficiencia de la digestión anaerobia en términos de producción de metano.

Guzmán (2008), evaluó el efecto de diferentes fuentes de inóculo en la hidrólisis y acidogénesis con diferentes relaciones de lodos primarios y secundarios en reactores en lote y continuo. En las cinéticas en lote se obtuvo mejores resultados cuando utilizó una mezcla de estiércol de vaca con lodo acidogénico; observándose un aumento en la hidrólisis de la materia orgánica de los lodos y producción de ácidos grasos volátiles con una proporción de lodos primarios/secundarios de 70/30. En el reactor UASB se obtuvieron mejores eficiencias a un TRH de 4 días con una reducción de sólidos del 58 % y una formación de DQOs del 38 %.

Terreros *et al.* (2009), estudió la hidrólisis en mesofilia (32 °C) y la estabilización bajo condiciones metanogénicas en termofilia (56 °C) de una mezcla de lodo primario (LP) y secundario (LS) en dos reactores UASB operados en serie con diferentes proporciones de LP:LS en la alimentación, sin agitación ni recirculación y a diferentes TRH. En el reactor acidogénico mesofílico los mejores resultados fueron obtenidos, con 2 días de TRH, 18.1 días de TRS, y una proporción LP:LS (50:50), donde se alcanzó una formación de DQOs del 48.3 %, y una destrucción de SSV del 68.6 %. El reactor metanogénico termofílico, presentó la mejor estabilización a 6 días de

TRH, con una producción de 107.7 mLCH₄/KgSSVrem y un 66% en la destrucción de sólidos suspendidos volátiles (SSV).

Rubio *et al.* (2010), realizó estudios con mezcla de lodos primarios y secundarios con un porcentaje en volumen del 56% y 44% respectivamente, en reactores de mezcla completa en forma de huevo, con tiempos de retención hidráulica de 2 a 3 días para el reactor acidogénico-termofílico (A-T) y de 10 a 13 para el reactor metanogénico-mesofílico (M-M). En el primer reactor se lleva una reducción de patógenos y parásitos, y se obtienen 13.13 g/L de DQOs, y una reducción de sólidos de 14 al 17 %. Para el reactor metanogénico-mesofílico se obtuvo 20 % de reducción de sólidos y una producción de metano de 0.58 m³ NTP/SV_{destruido}. Estos resultados muestran que la digestión anaerobia de lodos puede realizarse en dos fases (A-T) y (M-M) y ser considerada como una buena opción para la producción de biosólidos clase A.

1.7 Justificación

Los lodos secundarios producidos en plantas de tratamiento aerobias son dispuestos sin tratamiento previo en rellenos sanitarios, tiraderos a cielo abierto y sistemas de alcantarillado; causando problemas de salud pública por los microorganismos patógenos que residen en estos y daños ambientales.

Los sistemas de tratamiento de aguas residuales por lodos activados generan grandes cantidades de lodos 2860 m³ de agua tratada producen 1 tonelada de lodo (Torres y Zarate, 1997), y una producción de 0.5 a 1.2 Kg SSV/Kg DBOremovida (Terrerros *et al.*, 2009) con características mecánicas pobres, generando altos costos de operación y mantenimiento. Requiriendo grandes extensiones de terreno para su tratamiento y estabilización. Por lo que la digestión anaerobia es una opción viable ya que produce baja cantidad de biomasa y se genera metano como combustible, además de un biosólido que puede ser utilizado como restaurador de suelos o como fertilizante.

1.8 Hipótesis

En un reactor anaerobio de lodos de flujo ascendente operado bajo condiciones termofílicas y un TRH menor a 2 días, se obtendrá mayor eficiencia de solubilización y reducción de sólidos, que en un reactor mesofílico operado bajo las mismas condiciones. Las temperaturas en rangos termofílicos aumentarán la solubilización de los lodos secundarios, bajo condiciones anaerobias.

1.9 Objetivos

19.1 General

Evaluar la hidrólisis y acidogénesis de lodos residuales secundarios bajo condiciones termofílicas y mesofílicas en reactores anaerobios de flujo ascendente.

1.9.2 Específicos:

- Evaluar el efecto de la temperatura y pH en la hidrólisis y acidogénesis de lodos residuales secundarios en reactores en lote.
- Evaluar la solubilidad de los compuestos orgánicos (carbohidratos, proteínas y AGV) de lodos residuales secundarios en reactores anaerobios continuos de flujo ascendente.
- Evaluar la reducción de sólidos a TRH menores a 2 días.
- Comparar las eficiencias de solubilización y reducción de SV, bajo las dos condiciones de temperatura y TRH.

CAPÍTULO 2
MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Muestreo de lodos residuales

Los lodos residuales secundarios, empleados para este trabajo se obtuvieron de la purga de recirculación del reactor de lodos activados de la planta de tratamiento de aguas residuales Cerro de la Estrella, Delegación Iztapalapa, México. Esta planta de tratamiento opera con aguas residuales municipales y cuenta con un sistema de lodos activados que consta de sopladores que mantienen la aireación suficiente para mantener la oxigenación para los microorganismos presentes.

2.2 Caracterización del lodo residual

El lodo residual secundario se caracterizó con base en la cantidad de SV, ST, índice volumétrico del lodo (IVL), pH, DQOt y DQOs; según los métodos reportados por el Standard Methods (APHA, 2005). Los carbohidratos fueron determinados de acuerdo a Dubois *et al.*, (1956) y las proteínas solubles por el método de Lowry, (1951). La cuantificación de los parámetros se realizó a través de curvas patrón que se muestran en el (Anexo 1). La caracterización se realizó a cada uno de los lotes de lodo recolectados de la planta de tratamiento, 5 lotes en total.

2.3 Pruebas en lote para evaluar el efecto de la temperatura y el pH sobre la hidrólisis y acidogénesis del lodo secundario.

Se realizaron pruebas en lote para evaluar el efecto de la temperatura (30, 40, 50 y 60 °C) y pH (4, 5, 6 y 7), en el lodo residual. Cada tratamiento se realizó por duplicado. Las cinéticas se llevaron a cabo en botellas serológicas de 120 mL con un volumen de trabajo de 80 mL de lodo residual sin inóculo, sin agitación y desplazando el aire por nitrógeno molecular para garantizar las condiciones anaerobias como se muestra en la Figura 5. El experimento se evaluó durante 23 días midiendo la producción de biogás y su composición a diferentes intervalos de tiempo. Además la DQOs, el pH y el IVL se determinaron al inicio y final de las pruebas.

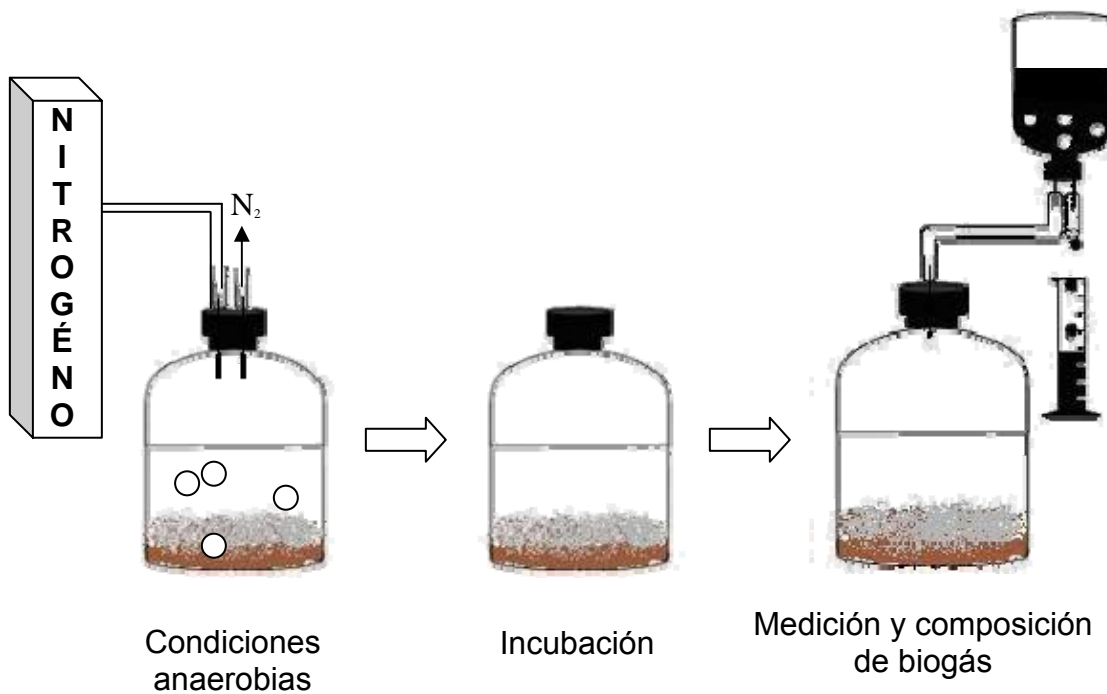


Figura 5. Diagrama de desarrollo de pruebas del lodo secundario a diferentes temperaturas y pH.

2.4 Reactores en continuo

Se emplearon 2 reactores anaerobios de flujo ascendente, un reactor se mantuvo en condiciones termofílicas (55°C) con un volumen de operación de 1.94 L, que contenía una chaqueta para la recirculación de agua caliente y una salida para la purga del lodo. El segundo reactor se operó bajo condiciones mesofílicas (35°C) con un volumen de operación de 1.4 L, con una salida para la purga de lodo (Figura 6).

Reactor mesofílico: En una primera etapa se trabajó con un reactor anaerobio de lodos de flujo ascendente, alimentado con lodo residual con una concentración promedio de SSV de 7 g/L, a una temperatura de 32°C , un TRH de 1 día y un TRS de 6 días con un volumen de operación de 1.4 L. Se determinaron las siguientes variables periódicamente: DQOt, DQOs, SST, SSV, carbohidratos y proteínas solubles para evaluar la solubilización de los lodos.

Reactor Termofílico: En una segunda etapa se operaron dos reactores anaerobios de lodos con flujo ascendente en termofilia (50-55°C), a dos TRH (1 y 2 días), y TRS de (6 y 8 días) respectivamente. Durante los primeros 40 días se realizaron purgas de lodo 600-800 mL, en intervalos de 3 días. A partir del día 40 el reactor operó sin purga.

El seguimiento de los dos reactores termofílicos, se hizo durante 125 días a un TRH de 1 día y durante 60 días un TRH de 2 días.

El reactor mesofílico se operó a 60 días con TRH de 1 día y fue utilizado como control para evaluar el efecto de la temperatura en la hidrólisis y acidogénesis de los lodos residuales secundarios.

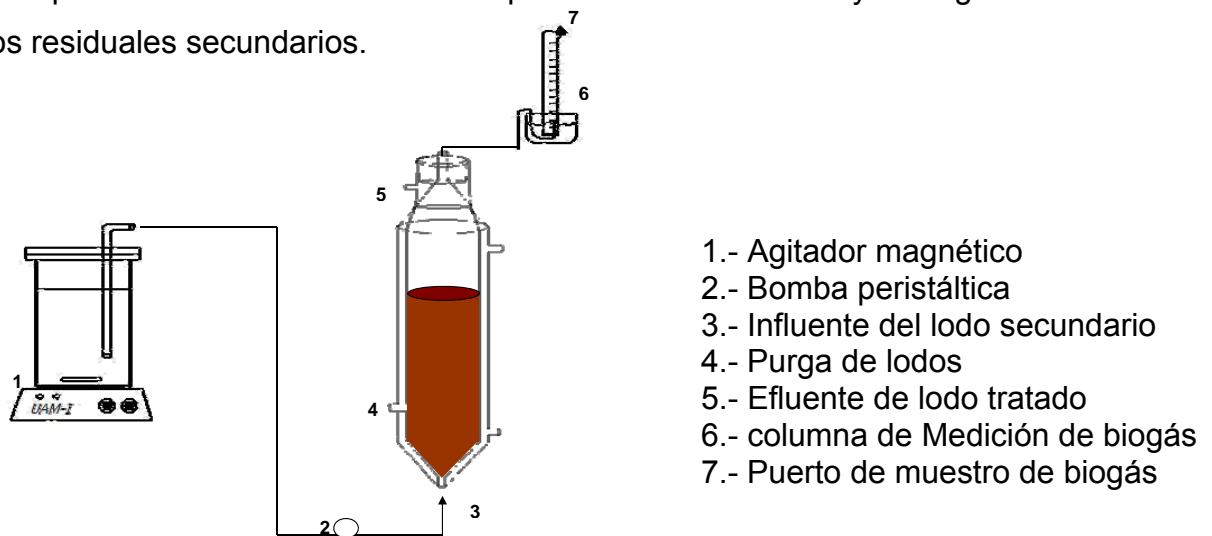


Figura 6. Esquema del reactor anaerobio operado en mesofilia y termofilia.

2.5 Técnicas analíticas y determinación de parámetros

2.5.1 DQO total y soluble

Se determinaron por el método de reflujo cerrado de acuerdo al Standard Methods (APHA, 2005). Para la determinación de la DQOs, las muestras se centrifugaron a 14 000 rpm durante 15 min y se tomaron 2 mL del sobrenadante para los análisis. Al cual se le adiciono 1 mL de solución digestora y 2 mL de solución catalítica, se colocó en una parrilla a 150 °C por 2 horas, se dejó enfriar y se midió la absorbancia a 620 nm. El porcentaje de solubilización se calculó con la siguiente ecuación (Achu y Liu, 2009):

$$\% DQO_s = \left(\frac{DQO_{sb}}{DQO_{ta}} \right) * 100$$

DQO_s (%) = Porcentaje de solubilización de la materia orgánica como DQO

DQO_{ta} (mg/L) = Demanda química de oxígeno total antes del tratamiento

DQO_{sb} (mg/L) = Demanda química de oxígeno soluble después del tratamiento

Se utilizó la misma ecuación para determinar el porcentaje de solubilización de carbohidratos y proteínas.

2.5.2 pH

Se tomaron muestras de 50 mL, se agregaron en un vaso precipitado y se colocaron en una parilla de agitación para mantener condiciones homogéneas. Las lecturas se realizaron con un potenciómetro marca HANNA HI 255.

2.5.3 Sólidos (totales, fijos y volátiles)

Fueron determinados por un método gravimétrico de acuerdo a APHA (2005).

Sólidos totales determinación realizada a 105-110 °C.

Cálculos:

$$ST = \frac{(A_1 - A) * 1000}{V}$$

Donde:

ST (mg/L) = Sólidos totales,

A_1 (mg) = peso de la cápsula con el residuo, después del secado a 105°C-110°C.

A (mg) = peso de la cápsula vacía, a peso constante

V (mL) = Volumen de muestra

Sólidos fijos determinación realizada a 550 °C.

Cálculos:

$$SF = \frac{(A_2 - A) * 1000}{V}$$

Donde:

SF (mg/L) = Sólidos fijos,

A₂ (mg) = peso de la cápsula con el residuo, después de la calcinación

A (mg) = peso de la cápsula vacía, a peso constante

V (mL) = Volumen de muestra

Sólidos volátiles

$$SV = ST - SF$$

Donde:

SV (mg/L) = Sólidos volátiles

2.5.4 Carbohidratos totales y solubles

Se determinaron por el método fenol sulfúrico (Dubois *et al.*, 1956). Las muestras se centrifugaron a 14 000 rpm; posteriormente a 1 mL de sobrenadante se le adicionó 1 mL de fenol al 5%, y 5 mL de ácido sulfúrico concentrado con sulfato de hidrazina al 0.5 % lentamente por las paredes. Se mezcló cuidadosamente, y se dejó enfriar durante 10 minutos en agua corriente. La absorbancia se determinó a 490 nm. La cuantificación de los parámetros se realizó a través de curvas patrón (Anexo 1).

2.5.5 Proteína soluble

Esta fue determinada por la técnica de Lowry (1951). Las muestras se centrifugaron a 14 000 rpm; a 1 mL de sobrenadante se le adicionó 0.1 mL de NaOH 10 N, se agitó y se colocó a 90 °C durante 30 minutos en baño maría. Una vez transcurrido ese tiempo se adicionaron 5 mL de una mezcla de las soluciones A, B, C a cada tubo, se agitó y dejó reposar en la oscuridad por 30 minutos. Posteriormente, se adicionó 1 mL de reactivo Folin Ciocalteu sin diluir. Se agitó vigorosamente y se dejó reposar en la oscuridad (1-2 h), después se midió la absorbancia a 750 nm. Por interpolación lineal se determinó la concentración de la muestra (Anexo 1).

2.5.6 Índice volumétrico de lodos

Este fue determinado de acuerdo al método descrito por la APHA (2005). Se realizó una modificación utilizando una probeta y determinando el $IVL_{0.1}$. Este parámetro se refiere al valor del IVL calculado a partir de una muestra de 100 mL (Cuervo-López, 2003). La muestra de licor mezclado fue vertida en una probeta, después de 30 minutos se leyó el volumen que ocuparon los lodos al sedimentarse.

Cálculo de IVL:

$$IVL_{0.1} = \frac{VL_{30}}{VM * SST}$$

Donde:

$IVL_{0.1}$ (mL/g)= Índice volumétrico de lodos 0.1 L de muestra

VL_{30} (mL)= Volumen de lodo sedimentado en 30 minutos

VM (L)= Volumen de muestra (L)

SST (g/L)= Sólidos suspendidos totales

2.5.7 Determinación de la densidad del lodo

Se pesó un tubo de centrifuga de 50 mL vacío, se tomó una muestra de 50 mL de lodo mezclado y se pesó. La muestra fue centrifugada a 5000 rpm por 30 minutos, se retiró el sobrenadante y se pesó nuevamente el tubo, el cálculo fue el siguiente:

Cálculo de ρ :

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Donde:

ρ (gr/cm³) = densidad del lodo secundario

m (g) = peso del lodo

V (cm³)= Volumen total del lodo centrifugado

2.5.8 Análisis para la cuantificación de ácidos grasos volátiles

Se realizó por cromatografía de gases, empleando un cromatógrafo HP 5890 con detector de ionización de flama. Las condiciones de operación fueron 80 °C la columna, 250 °C el inyector, y 200 °C el detector. Se empleó una rampa de temperatura de 10 °C/min utilizando como gas acarreador nitrógeno molecular con un flujo de 3 mL/min. Se utilizó una columna capilar Superox FA, AT 1000 y un volumen de inyección de 0.2 µL. Para la cuantificación se tomó una muestra de 10 mL y se centrifugó a 14000 rpm durante 15 min. Posteriormente, el sobrenadante se filtró en una membrana de 0.45 micras, se colocaron 950 µL del filtrado en el vial para cromatografía y se les adicionó 50 µL de HCl al 50 %.

2.5.9 Cuantificación y composición del biogás

La cantidad del biogás producido se cuantificó por desplazamiento en una columna: para esto se utilizó una columna de vidrio de volumen conocido graduada en centímetros, la cual contenía una solución salina saturada con un pH de 2. De este misma se tomaron muestras del biogás acumulado y se determinó su composición por cromatografía de gases en un cromatógrafo Gow-Mac Serie 580, con detector de conductividad térmica y una columna de acero empacada con carbosphere malla 80/100. Las condiciones de operación fueron las siguientes: la temperatura de la columna 140 °C , inyector 170 °C, detector 190 °C, como gas acarreador se empleó helio , con un flujo de 25 mL/min a una presión de 40 psi. El volumen de inyección fue de 0.1 mL.

2.6 Análisis estadístico

Las determinaciones de DQO, ST, SV, carbohidratos, proteínas se realizaron por duplicado, donde se obtiene un valor de desviación estándar la cual se indica después de valor promedio como \pm . Se realizaron análisis de varianza (ANOVA) para las pruebas en lote. Para probar las diferencias entre los tratamientos utilizados se realizaron pruebas de Tukey con una $\alpha = 0.05$, utilizando el paquete estadístico NCSS. Las pruebas fueron realizadas por duplicado.

CAPÍTULO 3
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados y discusión de la caracterización de los lodos residuales secundarios, que provienen de una planta de tratamiento de agua residual municipal; así como los resultados de la solubilización de DQO, carbohidratos, proteínas, reducción de sólidos y producción de biogás, de las pruebas en lote y en continuo.

3.1 Caracterización del lodo residual secundario.

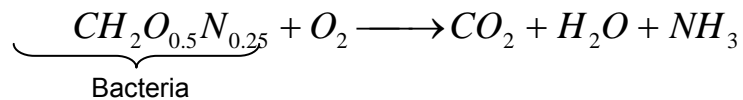
El muestreo de los lodos secundarios se realizó en la línea de recirculación de lodos al reactor de lodos activados. Se determinaron los diferentes parámetros físico-químicos. En la Tabla 3 se muestran los resultados de la caracterización de 5 lotes de lodos residuales secundarios.

Como se muestra en la Tabla 4, los lodos contenían una DQO_t de 8.96 g/L, se obtuvo una concentración de SSV de 7.0 g/L indicando que una gran parte de los lodos son biomasa. Sin embargo, la cantidad de material soluble fue de 0.05 g/L como DQO, el valor de pH fue de 6.83. Dumas *et al.* (2010) reportaron en lodos secundarios valores promedio de DQO_t de 8.6 g/L y una DQO_s de 0.05 g/L. En otras investigaciones se obtuvieron valores similares de SSV que oscilan desde 3.4 a 9.3 g/L con respecto a los obtenidos en este trabajo (Dumas *et al.*, 2010; Pérez, 2009; Terreros *et al.*, 2009).

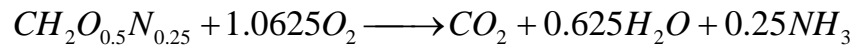
Tabla 4. Caracterización de los lodos residuales secundarios

Parámetro	g/L
DQO _t	8.96±0.94
DQO _s	0.05±0.01
SST	8.90±0.90
SSV	7.00±0.50
Proteína _t	3.70±0.39
Proteína _s	0.050±0.006
Carbohidratos _t	0.67±0.02
Carbohidratos _s	0.04±0.01
Grasas y aceites	0.037±0.002

El porcentaje de la DQO que corresponden a biomasa oxidable se calculó a partir de la siguiente fórmula estequiométrica (Doran, 1998).



Ecuación balanceada:



Por lo tanto:

$$\left(\frac{34 \text{ gmol}O_2}{25.29 \text{ gmolbiomasa}} \right) \times (7 \text{ gbiomasa}) = 9.33 \text{ gDQOteórico}$$

En nuestro trabajo, el contenido de DQOt (8.96 g/L) representa el 96 % de lo esperado teóricamente a partir de los SSV determinados experimentalmente en el lodo. De acuerdo a los resultados obtenidos, puede plantearse que los lodos son mayoritariamente materia orgánica oxidable. Para las pruebas en lote y la operación de los reactores anaerobios en continuo se trabajó sin inóculo anaerobio esto fue posible, dada la capacidad del lodo para desarrollar microorganismos anaerobios a partir del lodo activado de purga. Se conocen varios reportes en los que se ha estudiado la presencia de bacterias anaerobias en el lodo activado (Wu *et al.*, 1987; Lens *et al.*, 1995; Kim y Speece, 2002).

3.2 Pruebas en lote

3.2.1 Caracterización de lodos secundarios

Se realizó la caracterización del lodo secundario utilizado para la evaluación del efecto de la temperatura y el pH sobre la solubilización y reducción de los SV. Los lodos presentaron las características que se resumen en la Tabla 5.

Tabla 5. Características del lodo secundario

Parámetro	g/L
DQO _t	5.63±0.12
DQO _s	0.06±0.016
ST	5.59±0.06
SV	4.07±0.05
Proteína _t	2.15±0.018
Proteína _s (mg/L)	21.74±6.46
Carbohidratos _t	0.66±0.005
Carbohidratos _s (mg/L)	9.80± 1.88

Al comparar los valores de la Tabla 4 y Tabla 3, los valores obtenidos en la caracterización del lodo secundario fueron menores, esto posiblemente se debió a los servicios de mantenimiento realizados a la planta de tratamiento del Cerro de la Estrella en el periodo de muestreo. Por otro lado, Pérez, (2009) realizaron análisis de lodos secundarios correspondientes a cinco diferentes plantas de tratamiento de aguas residuales municipales y concluyeron que la caracterización de los lodos activados se ve afectada por las condiciones climáticas, las variaciones del agua residual alimentada al sistema, a descargas no controladas, los servicios de mantenimiento realizados y a la operación.

3.2.2 Efecto de la temperatura y pH sobre la producción de carbohidratos, proteínas y solubilización de materia orgánica

En este estudio la digestión termofílica fue una buena opción en términos de solubilización de compuestos orgánicos como se muestra en la Figura 7. En 23 días las pruebas en lote en condiciones termofílicas observaron una mayor producción de compuestos solubles, debido a que las reacciones bioquímicas se ven aceleradas a temperaturas termofílicas (Gavala *et al.*, 2003), pero la producción de metano no se ve favorecida. Ivo y Liu, (2009) reportaron que un aumento en la solubilización como DQOs no necesariamente implica un incremento en la producción de metano. Esto debido a que los principales productos en la hidrólisis de lodos activados, son proteínas y carbohidratos. Como se observa en la Figura 7, las condiciones

termofílicas limitaron la transformación de las proteínas y carbohidratos a biogás. Martínez *et al.*, (2008) realizaron un experimento donde se evaluó la digestión de lodos secundarios en reactores en lote favoreciéndose la solubilización de los lodos secundarios pero no la producción de metano a un operando en condiciones mesofílicas. Novak *et al.*, (2003) realizaron estudios en lote, donde observaron que la formación de proteínas se incrementó de 4-5 en la digestión anaerobia, en comparación con las condiciones aerobias. Valo *et al.*, (2004) muestran que un aumento en la solubilización permitió un incremento en la biodegradabilidad de los lodos secundarios.

En la Figura 7c y 7d, se observa que a 50 y 60 ° C se obtuvo la mayor solubilización de materia orgánica debido a que existe una acumulación de compuestos orgánicos que no fueron transformados a metano. A 60 ° C (pH 6), la DQOs fue de 1730±7 mg/L mientras que a 50°C (pH 7), la DQOs fue de 1770±1 mg/L. Sin embargo, la producción de carbohidratos y proteínas a estas dos temperaturas fue mayor a pH 4, obteniéndose 139±2 mg/L de carbohidratos y 476±5 mg/L de proteínas a 50°C. Para 60 ° C la producción de carbohidratos fue de 165 ±6 mg/L y de 565±20 mg/L de proteína. Es importante destacar que a 30 y 40 ° C se observó una menor producción de carbohidratos y proteínas; esto probablemente se debe a que un alto porcentaje de los productos solubles fueron aprovechados por los microorganismos anaerobios para la producción de biogás. La producción de carbohidratos y proteínas a 50 y 60°C (pH 4), fueron mayores a los reportados por Bougrier *et al.*, (2008) con pretratamiento térmico a temperaturas de 100 ° C pero similares a 150 ° C, en reactores en lote con inóculo anaerobio y una agitación de 200 rpm.

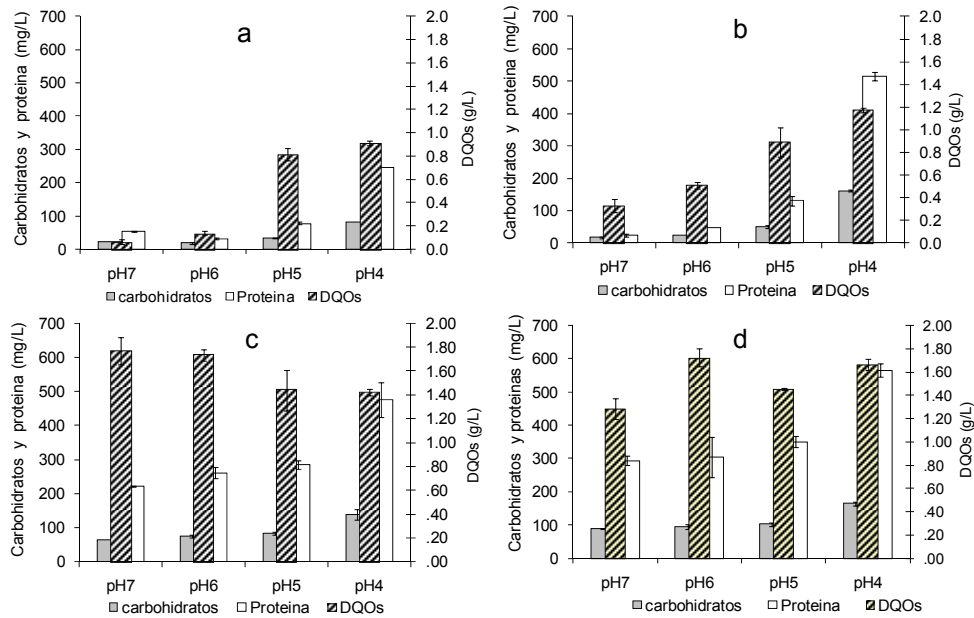


Figura 7. Efecto de la temperatura y pH sobre la solubilización de compuestos orgánicos del lodo residual secundario a) 30; b) 40; c) 50 y d) 60 °C.

3.2.3 Efecto de la temperatura y pH sobre la producción de metano

Se evaluó el efecto de la temperatura y pH sobre la producción de metano através del tiempo. Como se muestra en la Figura 8, la mayor producción de metano resultó a una temperatura de 30 °C con valores de pH de 6 y 7 generando producciones de 551.9 mL CH₄STD/L_R, y 542.3 mL CH₄STD/L_R respectivamente. Sin embargo no se observaron diferencias entre los valores de pH 6 y 7. En comparación, a valores de pH de 5 y 4 la producción de metano fue menor (237.9 mL CH₄STD/L_R y 20.8 mL CH₄STD/L_R, respectivamente).

En condiciones termofílicas de 50°C con un pH de 7 y 60°C a pH 6, la producción fue de 311.5 mL CH₄STD/L_R y 451.5 mL CH₄STD/L_R respectivamente. Estos resultados indican que las condiciones termofílicas afectaron la producción y composición de biogás; debido, probablemente, a las modificaciones en las tasas de difusión de sustrato y a las actividades enzimáticas. Mientras que a las temperaturas de 30 y 40°C se llevaron a cabo mejor los procesos bioquímicos de la metanogénesis permitiendo generar una mayor producción de metano. A valores de pH cercanos a 6, la producción de biogás fue preferentemente CO₂ (50-40%), llevándose a cabo sólo la acidogénesis en el reactor pero no una digestión anaerobia completa ya que ésta se efectúa a valores de pH por arriba de 6. (Noyola, 1998).

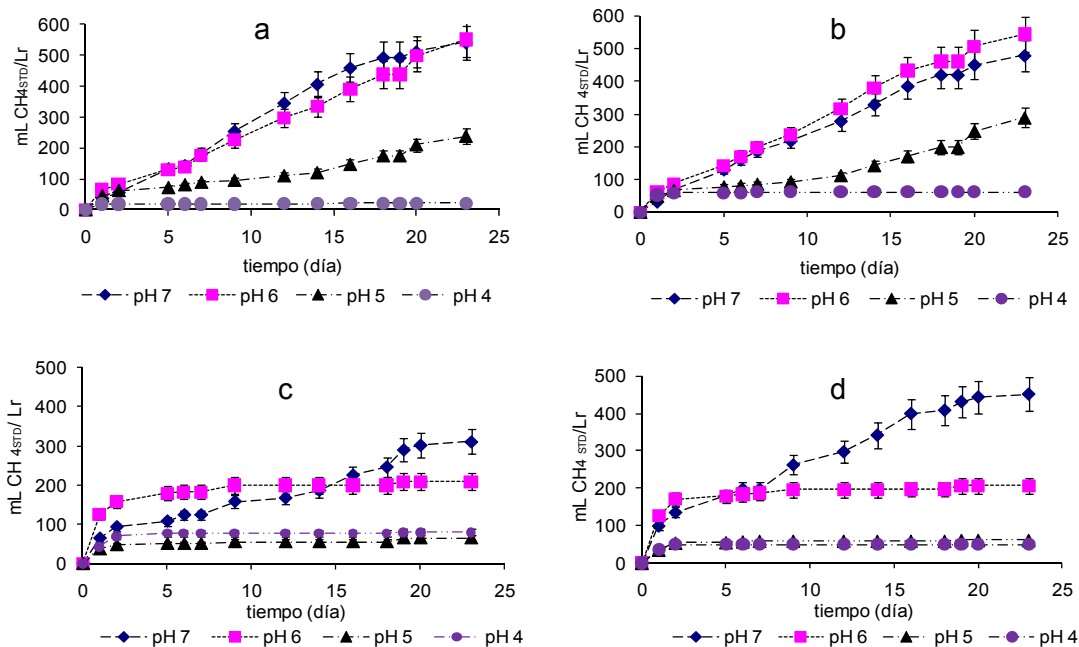


Figura 8. Producción de metano a partir de lodos secundarios sometidos a diferentes pH (4, 5, 6 y 7) y temperaturas a) 30 °C b) 40°C, c) 50°C, d) 60 °C.

3.2.4 Efecto de la temperatura y pH sobre la reducción de SV y producción de metano.

En la Figura 9 se muestra la reducción de SV y la producción del metano a diferentes T y pH. La mayor remoción de SV se observó a 40 y 30 °C, encontrándose por encima del 40%, obteniéndose los más altos valores de producción de metano a pH 6 y 7 para ambas temperaturas, excepto para las pruebas a pH 4. Para los pH 4 y 5 sólo se favoreció la solubilización pero no la producción de metano. A 40 °C (pH 5) se obtuvo una reducción del $49\pm 0.5\%$ y una producción de $356\text{ mL CH}_{4\text{STD}}/\text{L}_R$. Para 30 °C pH 6 el biogás obtenido fue de $545.53\text{ mL CH}_{4\text{STD}}/\text{L}_R$ y una reducción de sólidos de $46\pm 3.1\%$ lo que indica que la mayor parte de los compuestos que se solubilizaron fueron transformados a metano, por lo que se observaron valores bajos en la solubilización y como consecuencia una mayor reducción de sólidos (Figura 9). Los porcentajes más bajos en la reducción de SV y producción de metano se obtuvieron a 50 °C (pH 4) con un valor de $4.6\pm 1.4\%$ de SV y $80\text{ mL de CH}_{4\text{STD}}/\text{L}_R$.

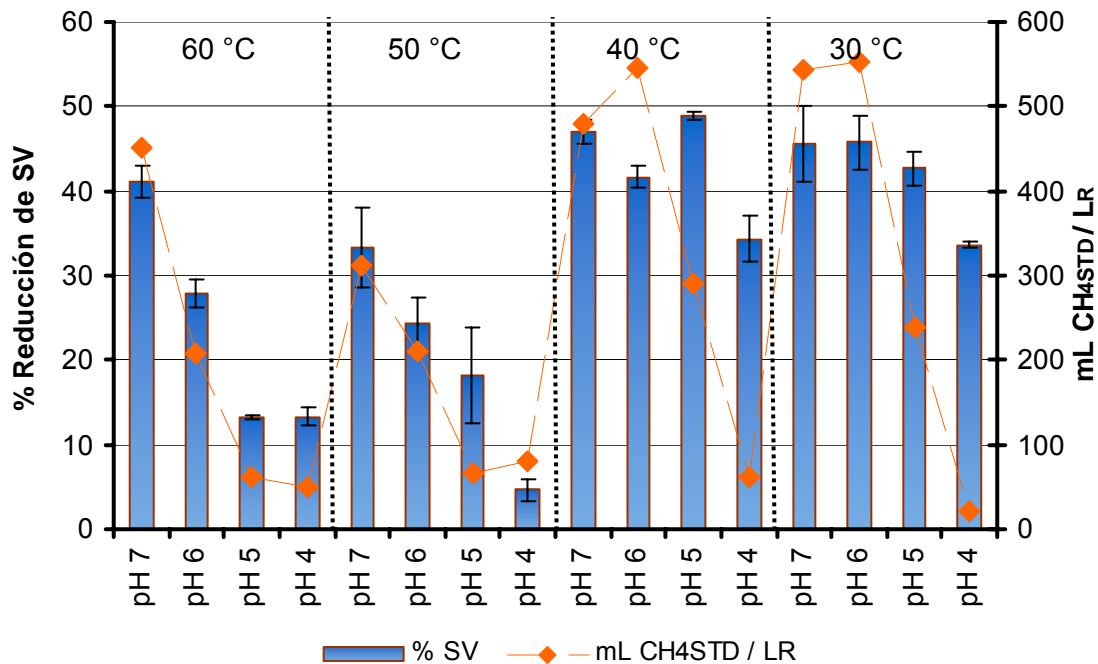


Figura 9. Efecto de la temperatura y pH en la reducción de SV y producción de metano a partir de lodo residual secundario.

Para las temperaturas y pH probados los valores de reducción de SV están por debajo del 50 %, indicando que para aprovechar el 50 % restante es necesario realizar pretratamientos que garanticen la lisis celular o la liberación del material celular, fracción más recalcitrante a la degradación. Para aprovechar el potencial de biogás producido a partir de la materia orgánica, se conocen diferentes métodos de ruptura celular: químicos, mecánicos, ultrasónicos, térmicos o pretratamiento biológicos usando enzimas (Drawnel, 2008). Mottet *et al.* (2009) y Bougrier *et al.* (2008) obtuvieron un incremento en la producción total de metano, con tratamientos térmicos a temperaturas entre 95 °C y 190°C. Igualmente, estos autores reportan que a 210 y 220 °C la producción de metano se ve reducida por la presencia de compuestos difíciles de degradar, que resultan de la interacción entre biomoléculas liberadas durante la hidrólisis como por ejemplo las melanoidinas, dioxinas, entre otras. Viguera *et al.* (2007) concluye que los pretratamientos excepto los alcalinos y termoalcalinos, son una buena alternativa para disminuir el tamaño de los reactores y aumentar la biodegradabilidad de los lodos residuales secundarios y así lograr la estabilización de los mismos.

3.2.5 Análisis estadístico para evaluar el efecto de la temperatura y pH en la solubilización de lodos residuales secundarios

Con el fin de evaluar los factores que influyen en la reducción de SV y la solubilización como DQOs, se realizó un análisis estadístico. En la Figura 9 se observa que el porcentaje de solubilización expresado como DQOs fue mayor a 60 °C ($27 \pm 3.4 \%^a$) y 50 °C ($28 \pm 3.3 \%^a$); mientras que la reducción de SV fue a 40 °C ($43 \pm 6.1 \%^a$) y 30 °C ($42 \pm 5.7 \%^a$). Sin embargo, el pH no tuvo un efecto significativo en la solubilización pero si en la reducción, donde el mayor porcentaje se obtuvo a pH 7 correspondiente a $42 \pm 6.2\%$.

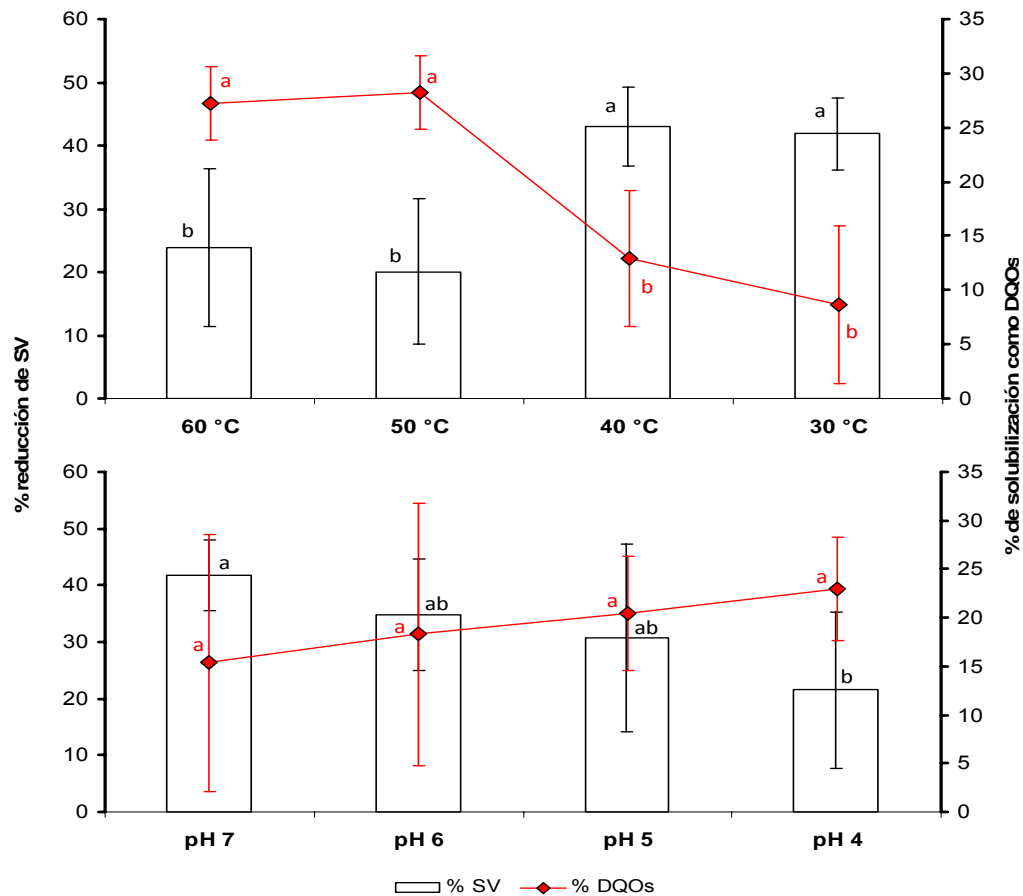


Figura 10. Efecto de la temperatura y pH sobre el porcentaje de reducción de SV, y solubilización expresada como DQOs. (Letras iguales refieren que no existen diferencias significativas para el mismo parámetro, Tukey $\alpha = 0.05$).

3.2.6 Efecto de la interacción temperatura-pH sobre la solubilización del lodo residual secundario.

Con el fin de determinar el efecto de la interacción entre la temperatura y pH sobre la solubilización del lodo residual, se evaluaron diferentes tratamientos de pH y temperatura. En la Tabla 5, se muestran los resultados de la interacción de temperatura y pH en las pruebas por lote. La mayor eficiencia de solubilización fue para el tratamiento de 50 °C (pH 7), con una eficiencia del $31\pm 1.9\%$, mientras que la reducción de sólidos volátiles fue menor a las temperaturas de 60 y 50 °C. La máxima reducción de SV fue a 40 °C (pH 5) alcanzando un valor de $49\pm 0.4\%$; sin embargo estadísticamente no se observaron diferencias a una temperatura de 30 °C para pH 7, 6 y 5, como se observa en la Tabla 6. La reducción de SV del lodo secundario en este estudio son similares a los obtenidos por Arnaiz *et al.* (2006), utilizando reactores en lote con inóculo anaerobio y agitación de 250 rpm a una temperatura de 35 °C durante 81 días. Asimismo los resultados concuerdan con Ivo y Liu. (2009) al evaluar diferentes pretratamientos de temperatura (70, 50 y 25 °C) para los lodos residuales realizando pruebas anaerobias con inóculo y 70 rpm en reactores en lote. Sin embargo, en el presente estudio la solubilización fue menor en comparación a lo reportado por Saiki *et al.* (1998); quienes trabajaron con distintos pretratamientos a diferentes concentraciones de NaOH y temperatura. Por otra parte la máxima producción de carbohidratos solubles se obtuvo a 60°C (pH 4) con un valor de 164.56 ± 5.8 mg/L, seguida del tratamiento a 40°C (pH 4) con una concentración de 161.56 ± 3.5 mg/L; para ambos tratamientos no se observaron diferencias significativas. En cuanto a la producción de proteínas solubles, la mayor producción se obtuvo a 60 °C (pH 4) con una concentración de 565.22 ± 19.9 mg/L, mientras que a valores de pH 6 y 7, la producción de carbohidratos y proteínas fue menor.

Tabla 6. Evaluación de la solubilización de lodo residual secundario con diferentes tratamientos de pH y temperatura.

Tratamiento	Carbohidratos (mg/L)	Proteína (mg/L)	Solubilización DQOs (%)	Reducción de SV (%)
60°C pH 7	89.15±0.94 ^{cd}	293.80±14.29 ^{bc}	22.81±1.72 ^e	41.11±1.93 ^{ab}
60°C pH 6	96.01±6.80 ^{cd}	303.70±60.25 ^{bc}	30.60±1.37 ^{abc}	27.88±1.76 ^{cd}
60°C pH 5	102.09±5.09 ^{cd}	350±17.52 ^b	25.88±0.09 ^{bcde}	13.23±0.16 ^{fg}
60°C pH 4	164.56±5.81^a	565.22±19.98^a	29.54±0.94 ^{abcd}	13.34±1.08 ^{efg}
50°C pH 7	64.81±0.44 ^{ef}	222.61±1.53 ^c	31.45±1.93^a	33.31±4.70 ^{bc}
50°C pH 6	75.89±4.83 ^{de}	260.65±16.60 ^c	30.85±0.91 ^{ab}	24.24±3.13 ^{cde}
50°C pH 5	83.32±3.71 ^{cde}	286.20±12.76 ^{bc}	25.59±2.94 ^{cde}	18.17±5.74 ^{def}
50°C pH 4	138.61±14.77 ^b	476.09±50.72 ^a	25.17±0.53 ^{de}	4.62±1.35 ^g
40°C pH 7	17.58±3.10 ^h	24.97±4.55 ^e	5.90±0.95 ^{hi}	47.07±1.44 ^a
40°C pH 6	25.52±0.00 ^h	47.97±0.00 ^{de}	9.11±0.47 ^h	41.59±1.29 ^{ab}
40°C pH 5	49.53±4.46 ^{fg}	130.40±15.32 ^d	15.85±2.24 ^{fg}	48.88±0.44^a
40°C pH 4	161.56±3.49 ^a	512.21±11.98 ^a	20.81±0.41 ^{ef}	34.34±2.72 ^{bc}
30°C pH 7	21.69±0.38 ^h	53.49±0.79 ^{de}	1.18±0.41 ⁱ	45.56±4.47 ^a
30°C pH 6	18.67±2.32 ^h	32.34±3.21 ^e	2.52±0.27 ⁱ	45.79±3.18 ^a
30°C pH 5	34.16±1.35 ^{gh}	77.65±4.66 ^{de}	14.46±0.81 ^g	42.68±2.03 ^{ab}
30°C pH 4	83.39±0.00 ^{cde}	246.74±0.00 ^c	16.24±0.34 ^{fg}	33.66±0.30 ^{bc}

Medias con la misma letra no son significativamente diferentes, Tukey $\alpha = 0.05$.

3.2.7 Efecto de la temperatura sobre el índice volumétrico de lodos.

Como se observa en la Figura 10, el IVL disminuyó al incrementar la temperatura. Para el lodo residual secundario sin tratamiento el IVL fue de 137.7 mL/g; mientras que a 60 °C y 50 °C el IVL se redujo a 88.1 mL/g, y 82.5 mL/g respectivamente Bougrier *et al.* (2008), obtuvieron un IVL de 36 mL/g a 150 °C, observándose que a temperaturas termofílicas el lodo presenta un incremento en la sedimentabilidad. Por otra parte, Nayens *et al.* (2004), reportaron que las sustancias exopoliméricas son compuestos hidratados que pueden absorber gran cantidad de agua. Debido a la solubilización de las sustancias exopoliméricas, una parte de agua ligada es liberada y esto mejora la sedimentabilidad del lodo.

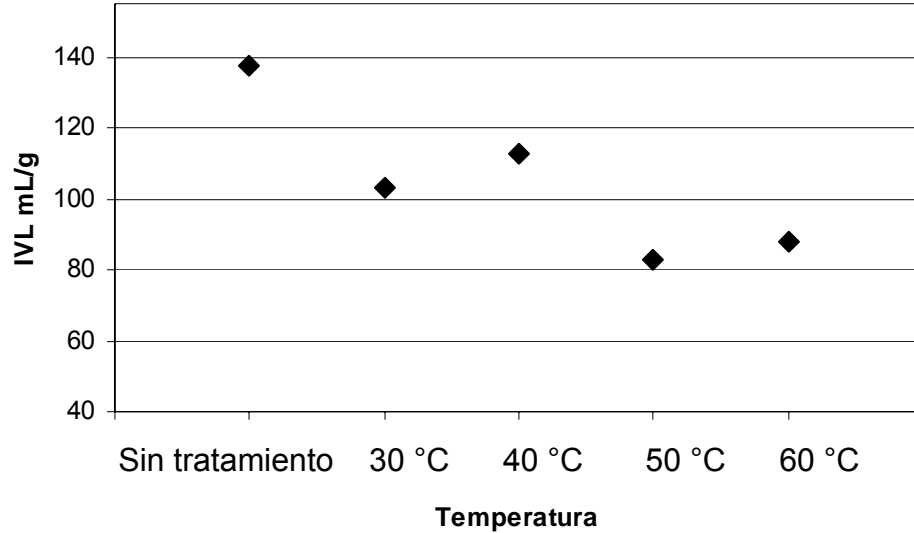


Figura 11. Comportamiento del índice volumétrico de lodos a las distintas temperaturas.

3.3 Reactores mesofílico y termofílico operados en continuo a 1 día de TRH

3.3.1 Medición de pH.

Con la finalidad de mantener los reactores en condiciones acidogénicas los lodos se alimentaron ajustando el pH a 5. En la Figura 12, se muestra la evolución del pH durante el seguimiento de los reactores en condiciones mesofílicas (RM) y termofílicas (RT).

El comportamiento del pH dentro de los primeros 7 días de arranque fue de aproximadamente de 7.5 para ambos reactores; sin embargo a partir del día 25 el pH en el efluente se estabilizó alrededor de 6 en el efluente, manteniendo así las condiciones favorables para la actividad de las bacterias hidrolíticas y fermentadoras. Estos resultados se pueden comparar con los obtenidos por Viguera, (2002) durante la digestión anaerobia de una mezcla de lodos secundarios, en donde indica que a valores cercanos a 6.0 y utilizando un pretratamiento químico con NaOH, se favorecen tanto la hidrólisis como la acidogénesis.

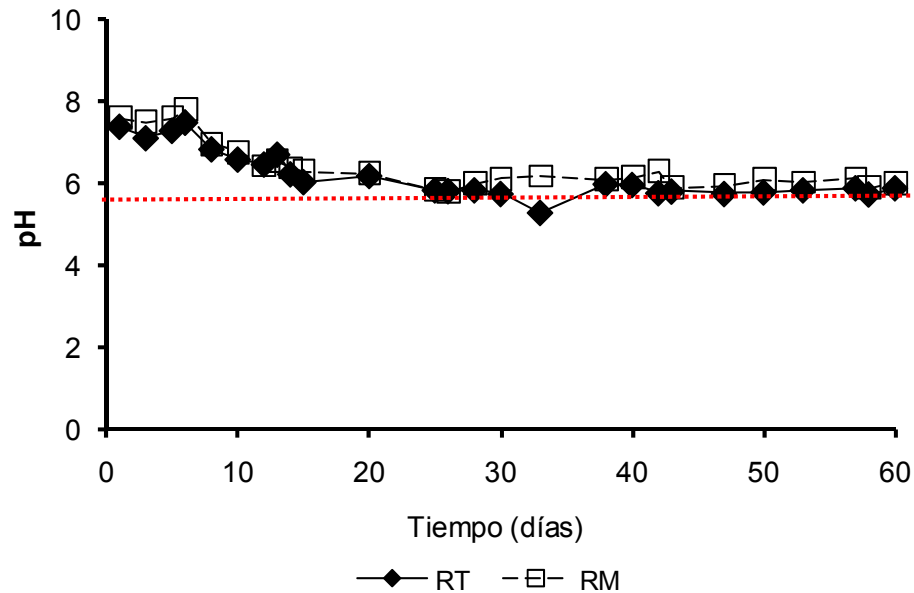


Figura 12. pH en reactores en continuo bajo condiciones termofílicas y mesofílicas. Reactor termofílico (RT), reactor mesofílico (RM).

3.3.2 Solubilización de la materia orgánica

La Figura 13, muestra la solubilización de los lodos expresada como DQOs en los dos reactores y el contenido de DQOs en la alimentación de los sistemas. A lo largo de los primeros 40 días ambos reactores fueron purgados con 30 % del volumen del reactor, para evitar acumulación de lodo. Como se observa en la Figura a partir del día 10 la DQOs se incrementó en el reactor termofílico (RT) de 0.35 a 2.08 g/L, y 1.5 g/L en el reactor mesofílico (RM), manteniéndose constante con una eficiencia del 30 % de solubilización como DQOs para RT y de un 15 % para el RM. Debido a que las características de sedimentabilidad del lodo cambiaron durante el tiempo, a partir del día 40 se canceló la purga del lodo y como consecuencia se afectaron las eficiencias de solubilización; se observó una disminución de un 5 % en el RT y un aumento del 2 % en el RM.

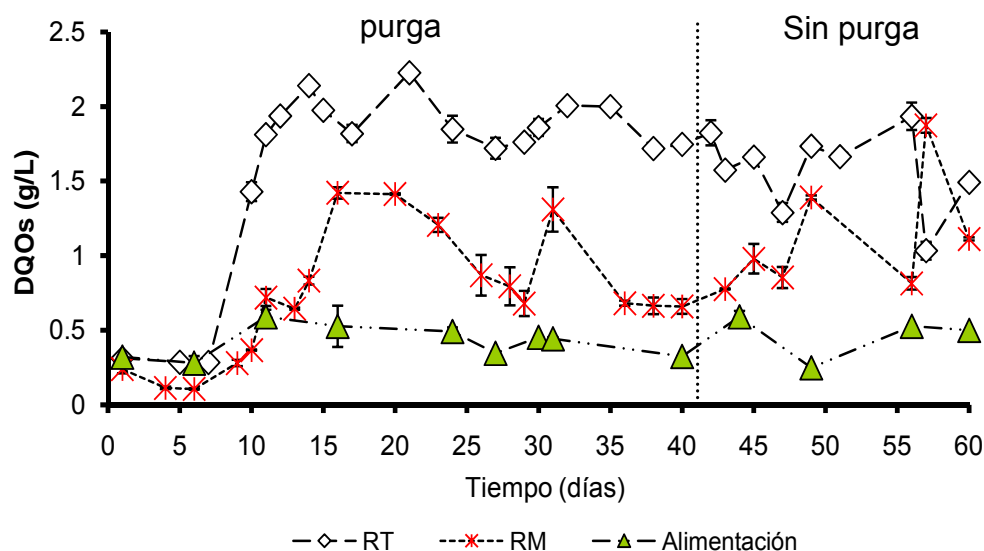


Figura 13. Solubilización de materia orgánica en reactores en continuo.

3.3.3 Producción de compuestos solubles

En la Figura 14 se presentan las eficiencias de producción de proteínas, carbohidratos y de DQOs en el efluente del RT con un TRH de 1 día. A partir del día 12 se alcanzan eficiencias de producción de estos compuestos mayores al 15 % bajo condiciones termofílicas.

La solubilización de la materia orgánica en promedio fue de 28.3 % como DQO, mientras que para carbohidratos y proteínas se obtuvieron eficiencias de 20.2% y 21.4 %. Al comparar los resultados obtenidos en este trabajo con lo reportado por Miron *et al.* (1999), empleando sistemas anaerobios de mezcla completa con lodos primarios; las eficiencias de producción fueron menores en este estudio, ya que ellos obtuvieron eficiencias de solubilización alrededor del 25 % correspondiente a la formación de proteínas y 60 % para carbohidratos a TRS mayores a 5 días. Sin embargo, al comparar con Bougrier, *et al.* (2008), las eficiencias obtenidas en este estudio fueron mayores bajo pretratamiento térmicos; ya que ellos reportaron eficiencias de solubilización (DQOs), proteínas, carbohidratos menores al 10 %. Por otra parte Terreros *et al.* (2009), trabajando con reactores UASB en dos etapas en el

tratamiento de una mezcla de lodo primario y lodo secundario (30/70) con un TRH de 1 día y una carga de 3.9 a 7.5 kg DQO/m³d, obtuvieron una eficiencia de DQOs del 76 %. Estas diferencias probablemente se deben a las características del lodo primario, ya que presenta una baja fracción volátil capaz de ser fermentada en comparación con el lodo secundario que se empleó en este trabajo.

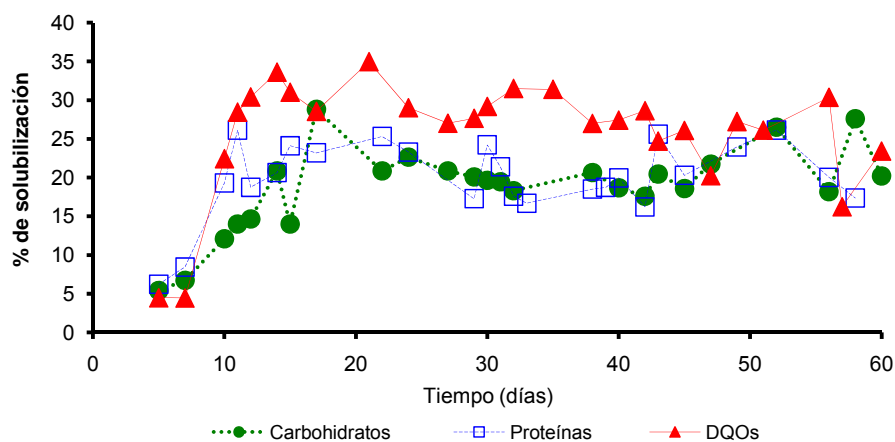


Figura 14. Eficiencias de solubilización de DQO, carbohidratos y proteínas en el RT a un TRH de 1 día.

En la Figura 15 se observa la eficiencia de formación de proteínas, carbohidratos y de DQOs en el efluente del RM. Se observa que a partir del día 12 y hasta el día 29 se alcanzaron eficiencias mayores al 5 % para las tres variables medidas, eficiencias menores que en el reactor termofílico a las mismas condiciones.

Por otra parte, las eficiencias que se obtuvieron para la DQOs en promedio fueron de 15 %, carbohidratos 8.5 % y proteínas de 9.4 %. Si se comparan estos resultados con el reactor en termofilia se observa que a temperaturas de 55 °C se obtiene una mayor solubilización de los compuestos orgánicos que operando el reactor en mesofilia, indicando que la temperatura ofrece un efecto positivo en la solubilización como se demuestra también en las pruebas en lote. En el período de 30 a 40 días se observó una disminución en las eficiencias para los tres parámetros en un 5 %, por lo cual se decidió dejar de purgar el reactor lográndose así una mejora en la eficiencia de solubilización.

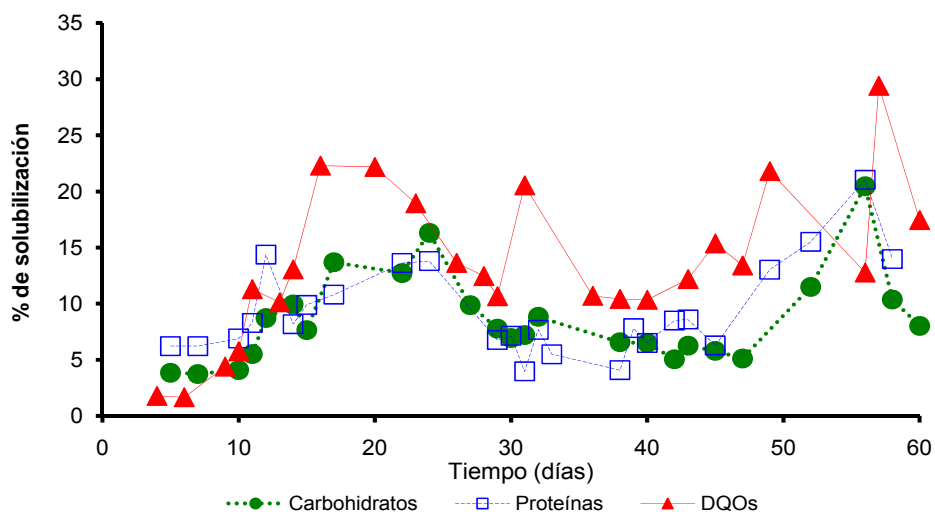


Figura 15. Eficiencias de solubilización de DQO, carbohidratos y proteínas en el RM.

3.3.4 Producción de ácidos grasos volátiles

La Figura 16, presenta la producción de AGV en ambos reactores (RT y RM), siendo el reactor termofílico en donde se obtiene una mayor concentración de AGV, con una eficiencia de formación de AGV del $71.15 \pm 9.51\%$, para el reactor termofílico.

La concentración de SSV en el lodo alimentado en los dos reactores fue de 8.9 g/L en promedio y se operaron a un TRH de 1 día. La producción total promedio en los 60 días fue de 727 mg/L de AGV totales para el RT y de 396 mg/L para el RM. Estos resultados fueron mayores a los reportados por Roberts *et al.* (1999), donde obtuvieron una concentración total de AGV de 408 mg/L producidos en un reactor de mezcla completa a 55 °C, con una concentración de SSV en el lodo de 5.9 g/L, pero menores a los reportado por Ponsa *et al.* (2008), en un reactor de mezcla completa y con una relación de lodo primario/secundario de 1:3, donde se obtuvieron 1.3 g/L de AGV, debido a que el lodo primario favoreció la formación de estos ácidos, ya que contiene una mayor cantidad de compuestos solubles que facilitan su formación.

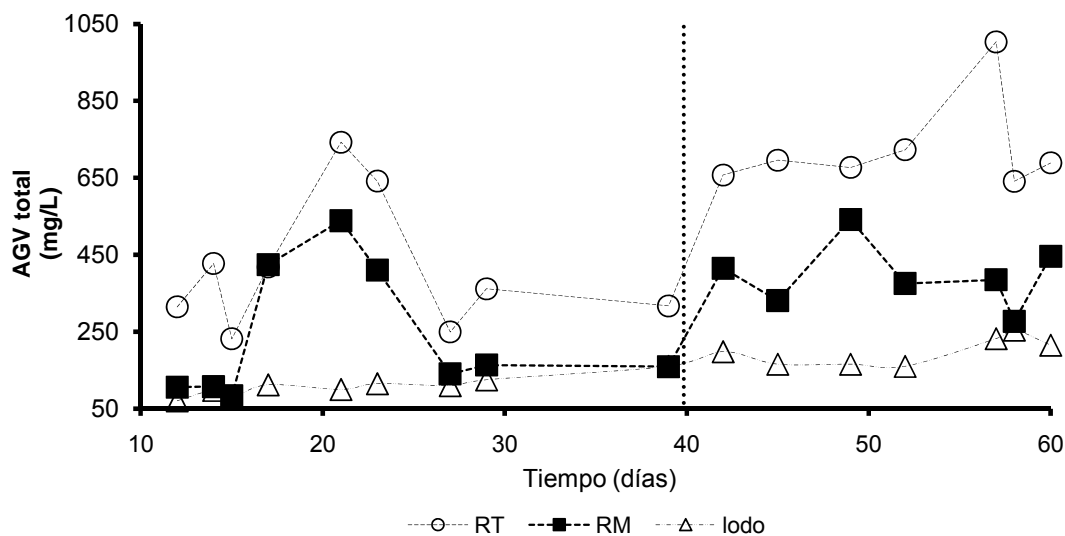


Figura 16. Producción de AGV a partir de la acidogénesis de lodo residual secundario en mesofilia y termofilia.

Las Figuras 17 y 18 muestran los AGV en cada uno de los reactores. Se puede observar que el acetato se encuentra en mayor concentración en los dos reactores. En el reactor mesofílico se alcanzó una concentración promedio de 200 mg/L y más estable a partir del día 40 de operación, (cuando se dejó de purgar lodos en los reactores). Estos resultados indican que bajo estas condiciones no solamente se favoreció la acidogénesis sino también la etapa acetogénica en los dos sistemas.

Para el reactor termofílico la producción de acetato fue mayor con un valor promedio de 400 mg/L a partir del día 40, tiempo en que el reactor mostró estabilidad en la producción de este compuesto. El no purgar los reactores permitió un mayor volumen de lodo y mayor tiempo de contacto con la biomasa lo que probablemente también favorezca la producción de ácidos (Figura 18).

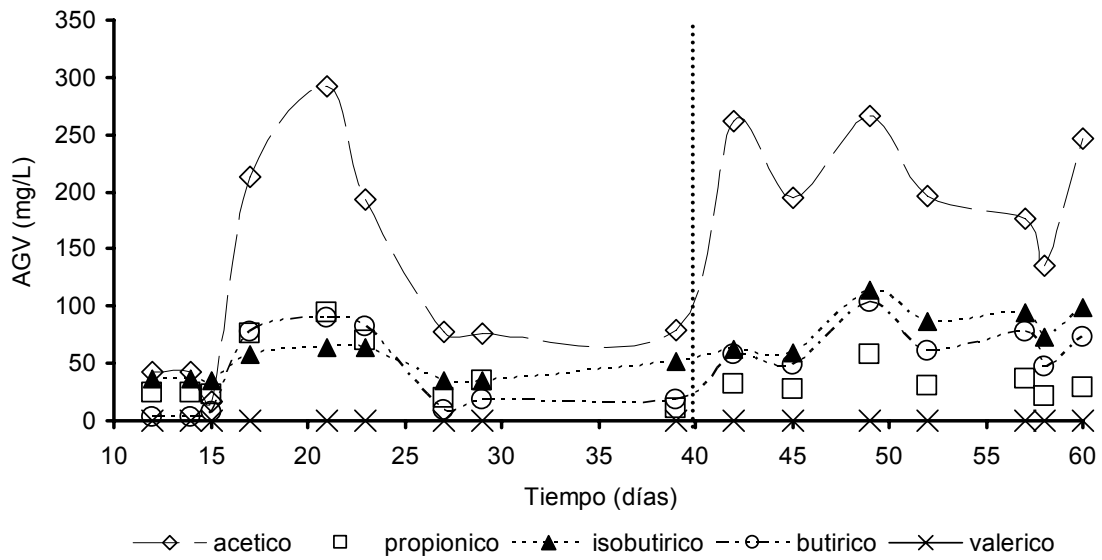


Figura 17. Composición de los AGV en el efluente del reactor mesofílico.

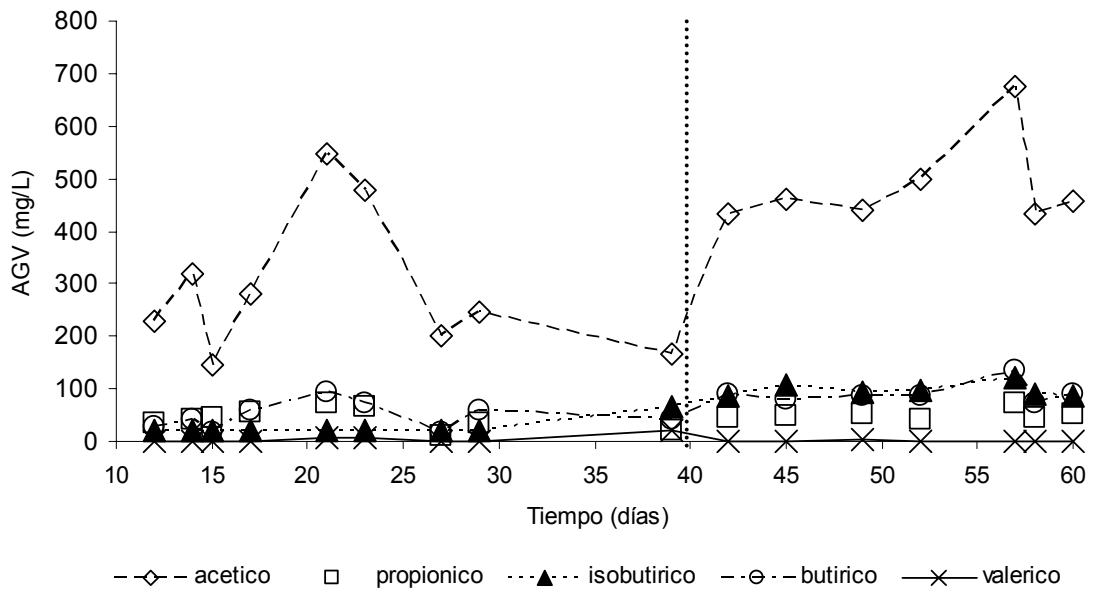


Figura 18. Producción de AGV en el efluente del reactor termofílico

La producción de AGV formado en la digestión anaerobia mesofílica y termofílica fue mayor a lo reportado por Navaneethan, (2007) trabajando con ultrasonificación y tratamiento anaerobio con agitación, siendo mayor la producción al 50 % de ácido acético y similar a lo reportado en este estudio.

La producción de biogás fue similar en ambos reactores y mayor a la reportada por Terreros *et al.* (2009), con una composición del 51 al 64 % de metano y los porcentajes fueron cercanos a los reportados por (Navaneethan, 2007) Tabla 7.

Tabla 7. Producción promedio de biogás en los reactores operados a 1 día de TRH.

Biogás	Reactor Termofílico	Reactor Mesofílico
Volumen (mL/d)	222.03 ±43.27	196.1 ± 46.63
Composición (%CH ₄)	51 %	64 %

3.3.5 Comparación de la solubilización en el reactor termofílico a 1 y 2 días de TRH.

El porcentaje de solubilización promedio fue de 15 y 12 % para 1 y 2 días de TRH, respectivamente. El reactor a un TRH de 1 día fue operado por 125 días y el reactor a un TRH de 2 días durante 65 días como se puede observar en la Figura 19. Estos valores fueron menores a los reportados por Terreros *et al.*, (2009), empleando un TRH de 1 día; el porcentaje de solubilización fue del 76 %, sin embargo este se alcanza con una relación de lodo primario y secundario de 30/70; y para un TRH de 2 días se obtuvieron porcentajes de 48.3 % de solubilización, coincidiendo en que se obtiene mayor solubilización a TRH menores. El bajo porcentaje de solubilización de la DQO obtenido en este estudio se debe probablemente a que los lodos secundarios están formados por un alto porcentaje de biomasa, donde el rompimiento de las células para la liberación de los compuestos orgánicos es un paso limitante, considerando que los reactores no fueron agitados y los lodos no fueron sometidos a ningún tipo de pretratamiento.

En la Figura 20 se puede observar el porcentaje de reducción de SV en los reactores en continuo operando a un TRH de 1 día y un TRH de 2 días. Para ambos TRH se obtuvieron valores promedios del 50 % de reducción de SV estos valores fueron similares a los obtenidos en las pruebas en lote. Los máximos porcentajes de reducción de SV obtenidos fueron del 75 %, similares a los reportados por Terreros *et al.* (2009).

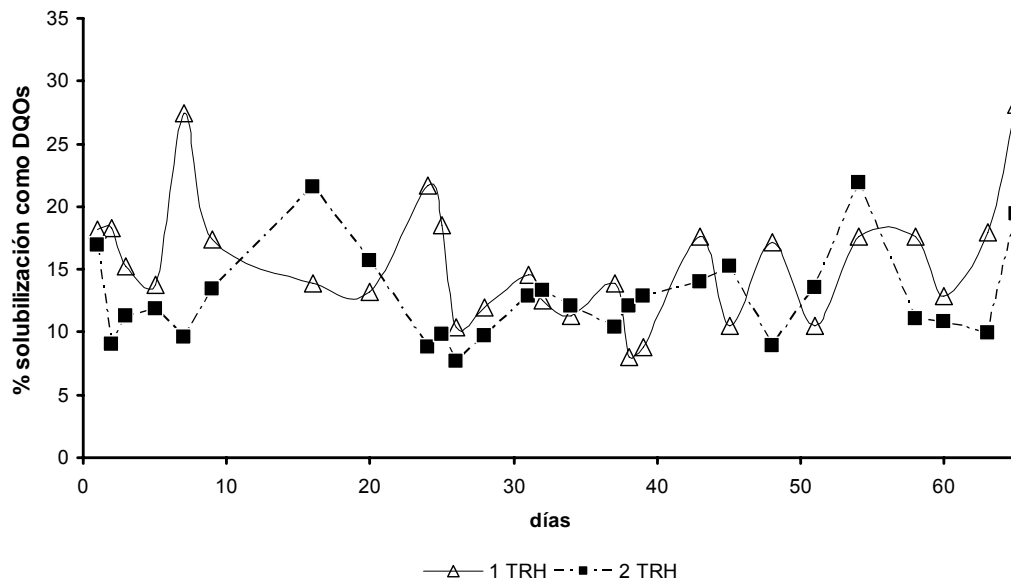


Figura 19. Solubilización de materia orgánica expresada como DQOs en el reactor termofílico (RT) a 1 día y 2 días de TRH.

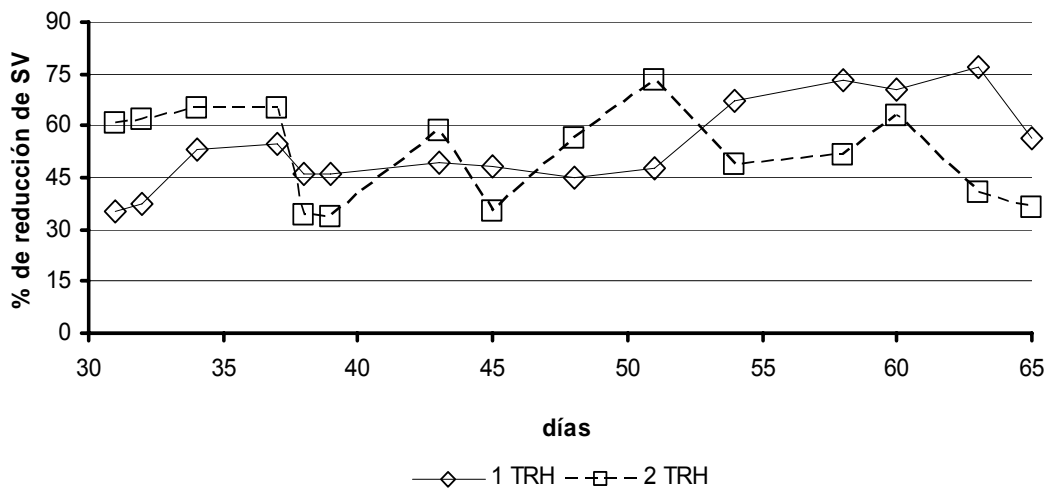


Figura 20. Porcentaje de reducción de SV en el reactor termofílico (RT) a 1 día y 2 días de TRH.

4. CONCLUSIONES

Pruebas en lote

A temperaturas termofílicas (50 y 60°C), se observó un mayor efecto en la solubilización de la materia orgánica de la digestión anaerobia de lodos residuales secundarios.

A temperaturas de 30 y 40 °C, una mayor reducción de SV y producción de metano.

El pH no tuvo un efecto significativo sobre la solubilización de la materia orgánica.

La reducción de sólidos a temperaturas mesofílicas y pH cercanos a valores neutros (pH 6 y 7) fue alrededor del 45 %.

Cultivos en continuo

Los mejores porcentajes de solubilización de DQO, carbohidratos, proteínas se obtuvieron bajo condiciones termofílicas. Así como la mayor producción de ácido acético (727mg/L).

La producción de biogás fue similar para los dos reactores operados a temperaturas de 30 y 55 °C a 1 día de TRH.

Bajo condiciones termofílicas a 1 y 2 días de TRH los porcentajes solubilización (15 %) y la reducción de sólidos volátiles (50%) fueron similares.

RECOMENDACIONES

Estudiar el efecto del tiempo de retención celular de los lodos activados. Sobre los procesos de hidrólisis, acidogénesis y metanogénesis.

Realizar pretratamientos térmicos mayores a 70 °C, para obtener mayor cantidad de compuestos solubles.

Estudiar la estructura del lodo (carbohidratos, proteínas y lípidos como expolímeros), así como el material celular, antes y después de los pretratamiento y tratamiento anaerobio para determinar el origen de los compuestos solubles.

5. BIBLIOGRAFÍA

Achu Nges Ivo, Liu Jing. (2009). Effects of anaerobic pre-treatment on the degradation of dewatered-sewage sludge. *Renewable Energy*. **34**: 1795-1800.

Appels Lise, Baeyens Jan, Degreve Jan, Dewil Raf. (2008). Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge. *Progress in Energy and Combustion Science* **34**: 755–781.

Ayol A., Filibeli A., Sir D., Kuzyaka E. (2008). Aerobic and anaerobic bioprocessing of activated sludge: floc disintegration by enzymes, *Journal of Environmental Science and Health – Part A Toxic/Hazardous Substances and Environmental Engineering* **43**(13):1528–1535.

APHA, AWWA, WPCF. (2005). *Standard methods for the examination of water and wastewater*. American Public health Association, Washington, D.C., U.S.A.

Arnaiz C., Gutierrez J.C., Lebrato J. (2006). Biomass stabilization in the anaerobic digestion of wastewater sludges. *Bioresource Technology*. **97**: 1179-1184.

Arundel John, *Sewage and Industrial Effluent Treatment*, Second edition, Chapter 5 (Sludge Disposal and Treatment), Blackwell Science, 2000.

Bougrier C., Delgenes J.P., Carreren H. (2008). Effects of thermal treatments on five different waste activated sludge samples solubilisation, physical properties and anaerobic digestion. *Chemical Engineering Journal*. **139**: 236-244.

CNA (2008), Estadística del Agua en México Comisión Nacional del Agua. Versión revisada Agosto 2009.

Dumas C., Perez S., Paul E., LefebvrX. (2010). Combined thermophilic aerobic process and conventional anaerobic digestion: Effect on sludge biodegradation and methane production. *Bioresource Technology* **101**: 2629–2636.

Drawnel, A. (2008). Increase of biogás production at Käppala WWTP – Disintegration methods and laboratory scale biogás measurements. Master of Science report, Royal Institute of Technology, Stockholm.

Diclehan Sir. (2007).Improvement of anaerobic degradation of sludge using enzymatic treatment. Master of Science in Environmental Engineering, Dokuz Eylül University. p.p.1-89.

Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Roberts, P.A., Smith, F. (1956). Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*. **28**: 350-356.

Doran, Pauline M.(1998). Bioprocess Engineering Principles Principios de Ingeniería de Bioprosos. p.p.1-484.

Elefsiniotis, P., Oldham, W.K. (1994). Influence of pH on the acidphase anaerobic-digestion of primary sludge. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. **60** (1), : 89–96.

Gavala Hariklia N. , Yenal Umur, Skiadas Ioannis V., Westermann Peter, Ahring Birgitte K (2003). Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of primary and secondary sludge. Effect of pre-treatment at elevated temperature. *Water Research* **37**:4561–4572

Guzmán Luis José Miguel, (2008). Efectos de diferentes fuentes de inóculo en la hidrólisis y acidogénesis de lodos primarios y secundarios. Especialidad en Biotecnología. Universidad Autónoma Metropolitana Unidad Iztapalapa.

Ilkie Ann C. (2005). Anaerobic Digestion: Biology and Benefits. *Dairy Manure Management: Treatment, Handling, and Community Relations*. NRAES-176, 63-72. Nature Resource, Agriculture, and Engineering Service, Cornell University, Ithaca, NY.

Kim, Moonil, Ahn Young-Ho, Speece R.E. (2002). Comparative process stability and efficiency of anaerobic digestion; mesophilic vs. thermophilic, *Water Research* **36**: 4369–4385

Lowry, O.H., Rosen Brough, N.J., Farr, A.L., Randall, R.J. (1951). Protein measurement with the foaling phenol reagent. *Journal of Biology and Chemistry*, 265-275.

López Cabanes José María. (1989). Digestión anaerobia de lodos de depuradora. Etapas controlantes y cinética del proceso. Doctor en Ciencias Químicas. Universidad de Alicante.

Lu, J., Gavala, H.N., Skiadas, I.V., Mladenovska, Z. and Ahring, B.K. (2008) Improving anaerobic sewage sludge digestion by implementation of a hyper-thermophilic prehydrolysis step. *Journal of Environmental Management*. **88**: 881-889.

Martínez M., Carrillo P., Poirrier, P., Chamy R. (2008). Determinación de las cinéticas de degradación anaerobia de distintos tipos de lodos provenientes de PTAR mediante digestión anaerobia mesófila. Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, Chile.

Miron Yehuda, Zeeman Grietje, Van IJerm Jules B. and Lettinga Gatzke. (2000). The role of sludge retention time in the hydrolysis and acidification of lipids, carbohydrates and proteins during digestion of primary sludge in CSTR systems. *Watert Research*. **34**(5):1705-1713.

Mottet A., Steyer J.P., Déléris S., Vedrenne F., Chauzy J., Carrère H., (2009). Kinetics of thermophilic batch anaerobic digestion of thermal hydrolysed waste activated sludge. *Biochemical Engineering Journal* **46**: 169-175.

Montalvo S., Guerrero. L. (2003). Tratamiento anaerobio de Residuos. Universidad Técnica Federico Santa María, Valparaíso, pp. 1-413.

Metcalf y Eddy. (2003). Ingeniería de aguas residuales: Tratamiento, Vertido y Utilización. México. Editorial Mc-Graw-Hill, México.

Murthy SN, Novak JT, Holbrook RD, Sukovitz F. (2000) Mesophilic aeration of autothermal thermophilic aerobic digester (ATAD) biosolids to improve plant operation. *Water Environ Research*. **72**:476–83.

NOM-004-SEMARNAT-2002. Norma Oficial Mexicana. Protección ambiental.- Lodos y biosólidos.- Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final.

Novak T. John, Sadler E. Mary, Murthy N. Sudhir. (2003). Mechanisms of floc destruction during anaerobic and aerobic digestion and the effect on conditioning and dewatering of biosolids. *Water Research*. **37**: 3136–3144.

Noyola, A. 1998. *Digestión anaerobia de lodos*. Memorias del curso “Digestión anaerobia de lodos y aguas residuales”. Federación Mexicana de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales, A.C. México.

Neyens E., Baeyens J. (2004). A review of thermal sludge pre-treatment processes to improve dewaterability. *Journal of Hazardous Materials*. **98**: 5-67.

Navaneethan Navaratnam. (2007). Anaerobic digestion of waste activated sludge with ultrasonic pretreatment. Master of Engineering in Environmental. Asian Institute of Technology.

Perez, S., 2009, Etude de la biodégradabilité de boues secondaires soumises à un traitement thermique à 65 °C et du couplage digestion anaérobie et digestion thermophile aérobie pour la réduction de boues, Ph.D., INSA, Toulouse.

Ponsa Sergio, Ferrer Ivét, Vazquez Felicitas, Font Xavier. (2008). Optimization of the hydrolytic-acidogenic anaerobic digestion stage (55 °C) sewage sludge: influence of pH and solid content. *Water Research*. **42**:3972-3980.

Roberts R., SonLe y Forster CF. (1999). A thermophilic/mesophilic dual digestion system for treating waste activated sludge. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. **74**: 445-45.

Rubio Loza Luis Antonio. (2004). Producción de biosólidos clase "A" mediante digestión anaerobia en dos fases a partir de lodos de plantas de tratamiento de aguas residuales. Maestría en Ingeniería Ambiental. Universidad Autónoma de México.

Saiki Yuko, Imabayashi Seiji, Iwabuchi Chikako, Kitagawa Yasushi, Okumura Yasushi and Kawamura Hikaru. (1998). Solubilization of Excess Activated Sludge by Self-Digestion. *Water Research*. **33**(8): 1864-1870.

Speece, R.E. 1996. *Anaerobic Biotechnology for Industrial Wastewaters*. Nashville, TN: Archae Press.

Terreros-Mecalco J., Olmos-Dichara A., Noyola-Robles A., Ramírez-Vives F. y, Monroy-Hermosillo O. (2009). Digestión anaerobia de lodo primario y secundario en dos reactores UASB en serie, *Revista Mexicana de Ingeniería Química*. **8**(2): 153-161.

Torres G. y Zarate V. (1997). Factibilidad de tratamiento y disposición de lodo residual de una planta de tratamiento de aguas residuales en el Edo de Nuevo León México. *Water Environment Federation, 70th annual Conference y Exposition Chicago Illinois*.

Turovskiy Izrail S. y Mathai P. K. (2006). *Wastewater Sludge Processing*, Wiley Interscience.

Urbain V., Block J.C. and Manem J. (1993). Bioflocculation in activated sludge: an analytic approach *Water Research*. **27** (5): 829-838.

Vigueras Carmona Sergio Esteban. (2002). Digestión Anaerobia en una y dos etapas de lodos residuales secundarios pretratados químicamente. Tesis de maestría. Universidad Autónoma Metropolitana- Unidad Iztapalapa. p.p 1-83.

Wang Y., Zhang Y., Wan J. and Meng L. (2009). Effects of volatile fatty acid concentrations on methane yield and methanogenic bacteria. *Biomass & Bioenergy*. **33**(5): 848-853.

Water Environment Federation (WEF). 1996. *Operation of municipal wastewater treatment plants*. Sixth edition.

Wu, R. M., and Lee, D. J. (1998). Hydrodynamic drag force exerted on a moving floc and its implication to free-settling tests. *Water Research*. **32**, 760-768

ANEXO 1

Curvas de calibración.

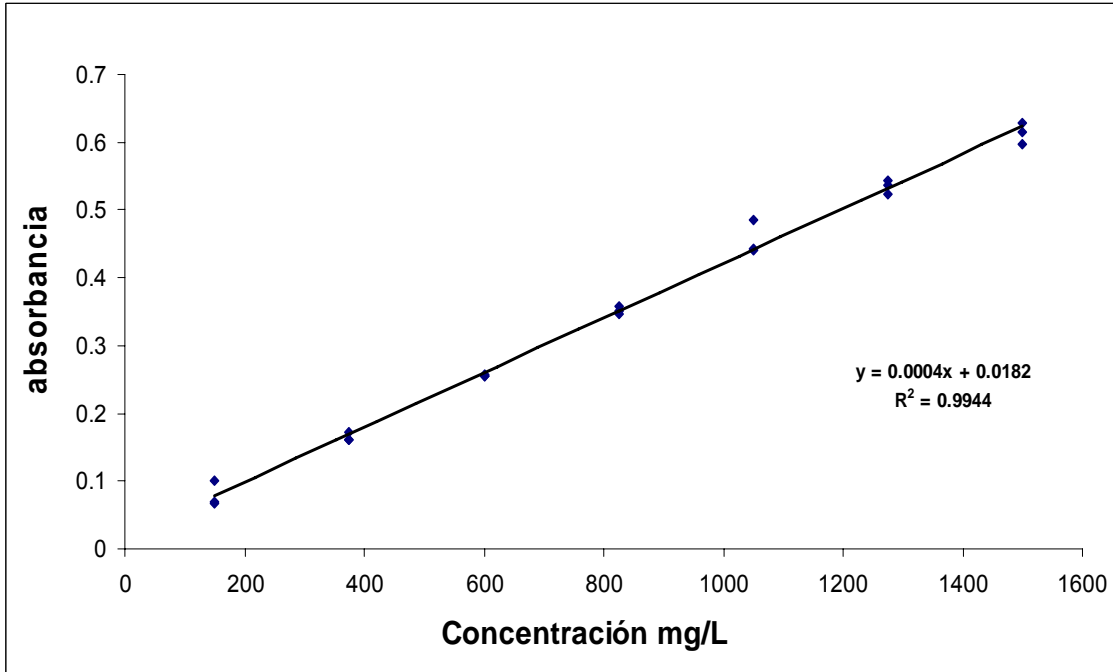


Figura 21. Curva de calibración de DQO.

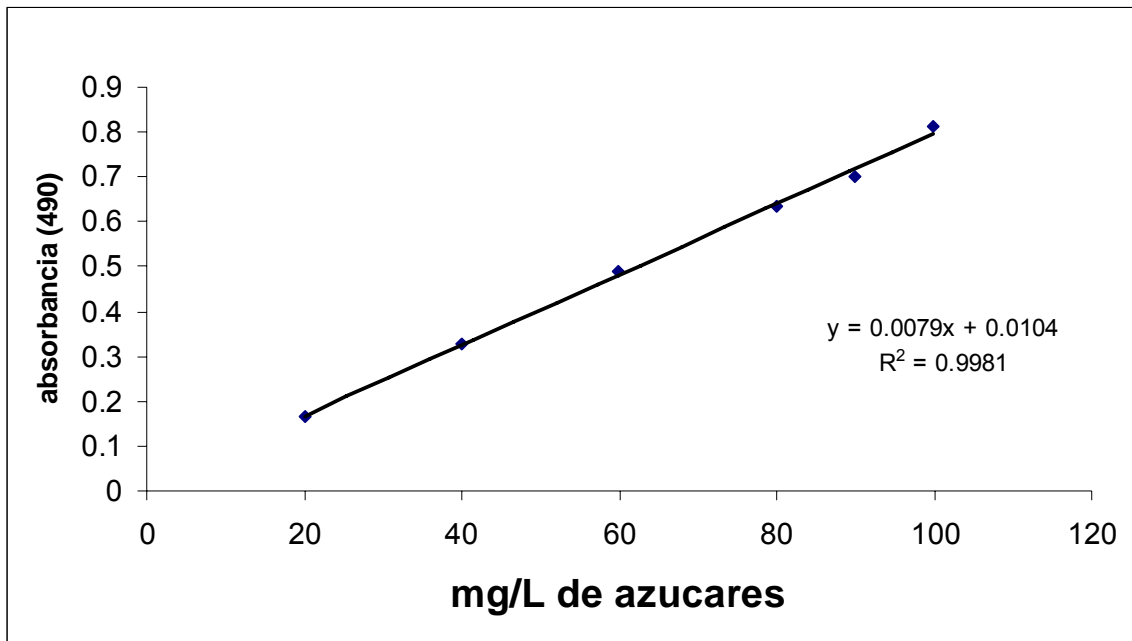


Figura 22. Curva de calibración de azúcares.

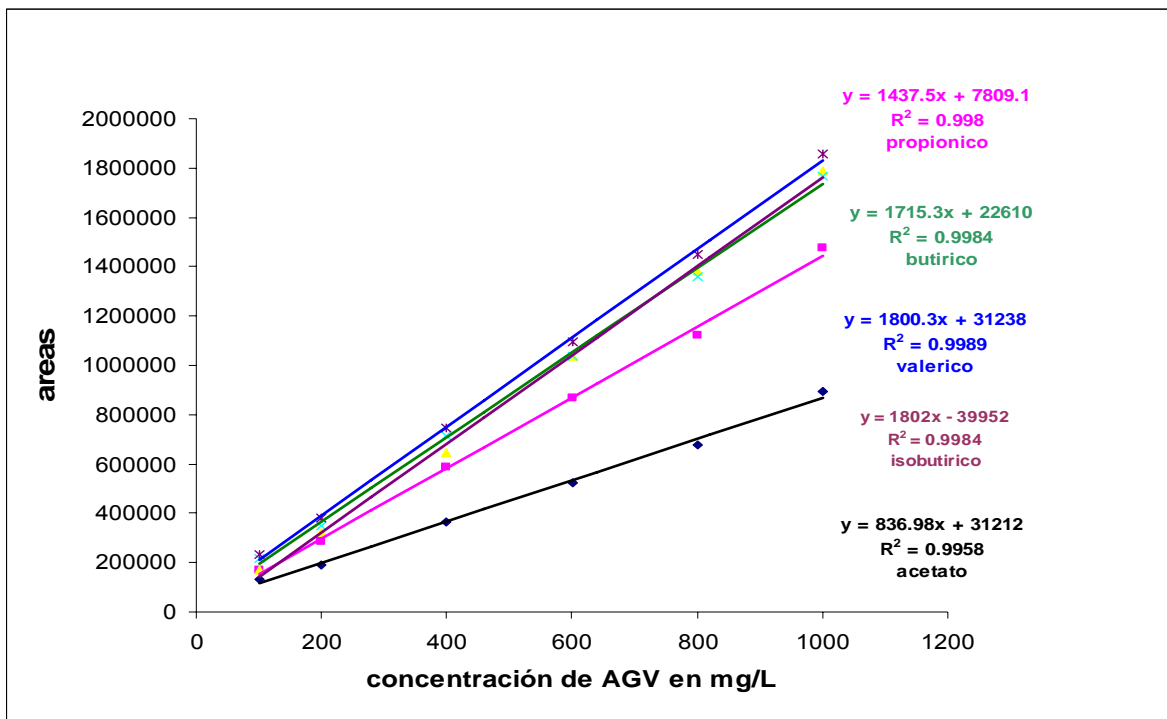


Figura 23. Curva de calibración de AGV.

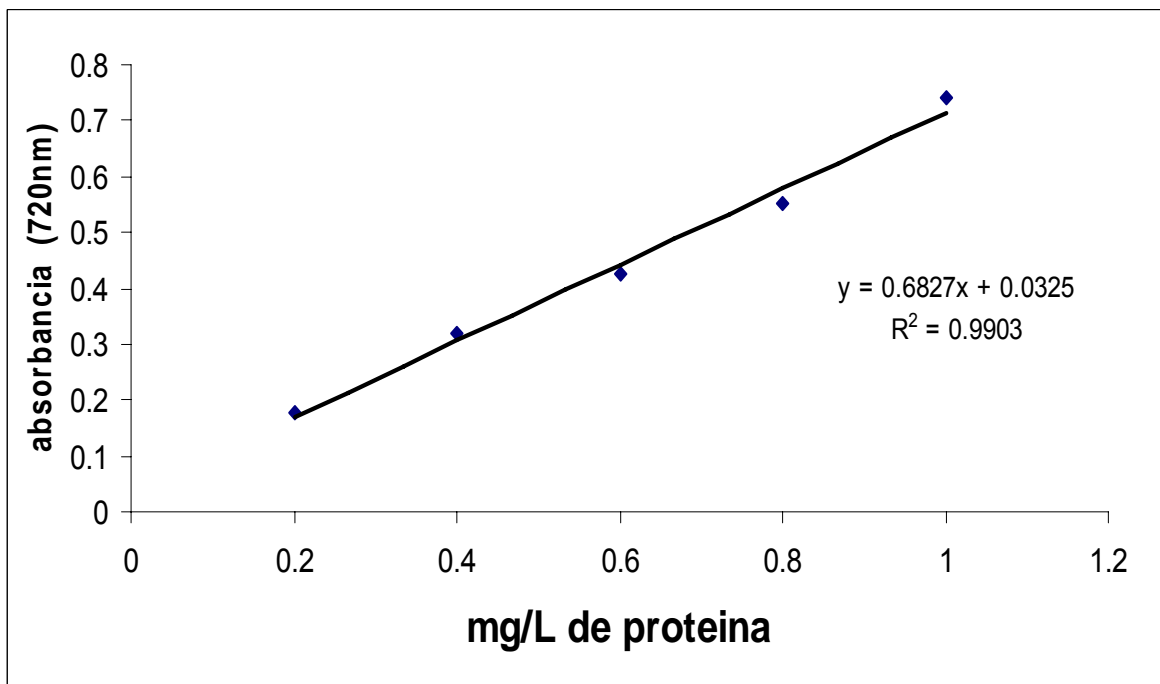


Figura 24. Curva de calibración de AGV.

ANEXO 2

En las siguientes tablas 8 y 9 se muestra la clasificación de los lodos en base a la Norma oficial Mexicana NOM-004-SEMARNAT-2002, Protección ambiental.- Lodos y biosólidos.- Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final.

Tabla 8. Límites máximos permisibles para patógenos y parásitos en lodos y biosólidos.

CLASE	INDICADOR BACTERIOLOGICO DE CONTAMINACION	PATOGENOS	PARASITOS
		Coliformes fecales NMP/g en base seca	<i>Salmonella spp.</i> NMP/g en base seca
A	Menor de 1 000	Menor de 3	Menor de 1(a)
B	Menor de 1 000	Menor de 3	Menor de 10
C	Menor de 2 000 000	Menor de 300	Menor de 35

(a) Huevos de helmintos viables

Tabla 9. Límites máximos permisibles para metales pesados en biosólidos.

CONTAMINANTE (determinados en forma total)	EXCELENTES mg/kg en base seca	BUENOS mg/kg en base seca
Arsénico	41	75
Cadmio	39	85
Cromo	1 200	3 000
Cobre	1 500	4 300
Plomo	300	840
Mercurio	17	57
Níquel	420	420
Zinc	2 800	7 500