

2 E. No. 14

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

ESTUDIO DE LOS PRODUCTOS DEL METABOLISMO ANAEROBIO DURANTE
EL TRATAMIENTO DE LAS AGUAS DE DESECHO DE LA INDUSTRIA NIX
TAMALIZADORA

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
Q U I M I C A
P R E S E N T A
CLAUDIA MARMOLEJO RIVAS

1984



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

I N D I C E

	Pág.
1. INTRODUCCION	1
1.1 Problemática	1
1.2 Objetivos y alcances	2
2. EL MAIZ Y LA NIXTAMALIZACION	3
2.1 Antecedentes históricos	3
2.2 Generalidades del grano de maíz	4
2.3 Efectos de la cocción alcalina o nixtamalización	6
2.4 Procedimiento tradicional de nix- tamalización	6
3. ASPECTOS BIOQUIMICOS DE LA DIGESTION ANAEROBIA	8
3.1 Hidrólisis y acidogénesis	10
3.1.1 Lípidos	11
3.1.2 Proteínas	12
3.1.3 Carbohidratos	15
3.2 Metanogénesis	17
4. REACTORES ANAEROBIOS EMPACADOS	21
4.1 Descripción y funcionamiento	21
4.2 Modelos de diseño	24

	Pág.
5. CROMATOGRAFIA DE GASES	28
5.1 <i>Definición y clasificación</i>	28
5.2 <i>El proceso cromatográfico</i>	31
5.3 <i>Instrumental para cromatografía de gases</i>	31
5.4 <i>Temperatura de la columna</i>	33
5.5 <i>Columnas</i>	33
5.5.1 <i>Fase líquida</i>	34
5.5.2 <i>Soporte sólido</i>	34
5.6 <i>Detectores</i>	35
5.6.1 <i>Detector de conductividad térmica</i>	35
5.6.2 <i>Detector de ionización de flama</i>	36
5.6.3 <i>Detector de captura de electrones</i>	39
5.7 <i>Análisis cuantitativo</i>	39
5.7.1 <i>Integración por triangulación</i>	39
5.7.2 <i>Integración electrónica</i>	40
5.7.3 <i>Normalización del área</i>	40
5.7.4 <i>Estandarización interna</i>	41
6. METODOLOGIA	43
6.1 <i>Caracterización del nejayote</i>	43
6.2 <i>Digestión anaerobia del nejayote</i>	45

	Pág.
6.2.1 Descripción del equipo	45
6.2.2 Forma de operación	47
6.3 <i>Análisis de muestras</i>	48
6.3.1 Muestras en fase líquida	48
6.3.2 Muestras en fase gaseosa	50
7. RESULTADOS	52
7.1 <i>Caracterización del nejayote</i>	52
7.2 <i>Comportamiento del sistema</i>	54
7.2.1 Eficiencia del sistema	54
7.2.2 Productos metabólicos	59
7.2.2.1 Productos de la metanogénesis	59
7.2.2.2 Productos de la acidogénesis	65
7.3 <i>Características de la película biológica</i>	71
8. EJEMPLO DE DISEÑO	76
9. CONCLUSIONES	82
BIBLIOGRAFIA	86
ANEXO	90

1. INTRODUCCION

1.1 Problemática

El gran problema que representa la escasez de agua en el país, sobre todo en las zonas urbanas, ha originado la búsqueda de fuentes alternativas de agua. Una de las fuentes económicamente más viables, en el caso de que no se requiera agua potable, son las aguas residuales tratadas.

Como es bien sabido, en México la principal fuente de alimento es el maíz. Por medio del proceso de nixtamalización se logra un reblandecimiento del grano de maíz seco, lo cual permite su molienda en húmedo para la preparación de tortillas. El proceso de nixtamalización requiere de grandes cantidades de agua y produce también grandes cantidades de aguas de desecho, conocidas bajo el nombre de nejayote.

El nejayote contiene grandes cantidades de material orgánico e inorgánico, el cual puede encontrarse en forma soluble o suspendida. Si se considera que por cada tonelada de maíz nixtamalizado se producen aproximadamente 0.75 m^3 de nejayote y que en México se destinan para consumo humano 13 millones de toneladas de maíz al año, la cantidad de nejayote producido es de aproximadamente 10 millones de metros cúbicos al año, o sea, $27,400 \text{ m}^3/\text{d}$.

Los daños que el nejayote puede producir y está produciendo en el medio ambiente son enormes.

1.2 Objetivos y alcances

Por medio de este estudio se pretende conocer la capacidad de purificación del nejayote en un reactor biológico anaerobio empacado.

Lo anterior se logra por medio de determinaciones analíticas de las sustancias consumidas y de los productos metabólicos originados en el sistema. El consumo global de contaminantes orgánicos se determina por medio de la demanda química de oxígeno y el consumo y producción de ácidos orgánicos y gases por medio de cromatografía de gases.

2. EL MAIZ Y LA NIXTAMALIZACION

2.1 *Antecedentes históricos*

La evidencia arqueológica más antigua de la existencia del maíz data de hace aproximadamente 7 000 años en la parte central de México y se calcula que 2 000 años después ya era cultivado; el maíz se convirtió en un cultivo obligado.

Actualmente se cultivan híbridos del maíz, con diferentes características nutricionales y diversos valores agrícolas.

De las 51 sociedades productoras y consumidoras de maíz, las 7 principales utilizan la cocción alcalina o nixtamalización previa al consumo, mientras que las 12 sociedades menores en cuanto a producción y consumo no utilizan ésta técnica.

En las sociedades donde el maíz es el elemento mayoritario en la dieta y no se procesa por cocción alcalina, se observa un grado considerable de desnutrición en la población (Katz et al, 1974).

2.2 Generalidades del grano de maíz

El grano de maíz consta de varias partes anatómicas: 1) la cubierta está formada por el pericarpio y la aleurona; 2) el endospermo, el cual constituye la mayor parte del grano, y 3) el germen incluye al embrión y al escutelo (ver fig 2.1).

El grano seco contiene entre 6 y 12% de proteínas, 74.5% de almidón, 12% de agua y 1% de cenizas y fibras. El mayor contenido protéico (del 90 al 95%) se encuentra en el endospermo y en el germen en forma de albuminas, globulinas, glutelina y zeína (Katz et al, 1974).

La cubierta del grano contiene entre 20 y 22% de celulosa, de 2.6 a 5% de lignina y de 73 a 77% de hemicelulosa. (Illescas, 1943).

En general, el grano de maíz es deficiente en lisina, triptofano y niacina (miembro del complejo vitamínico B).

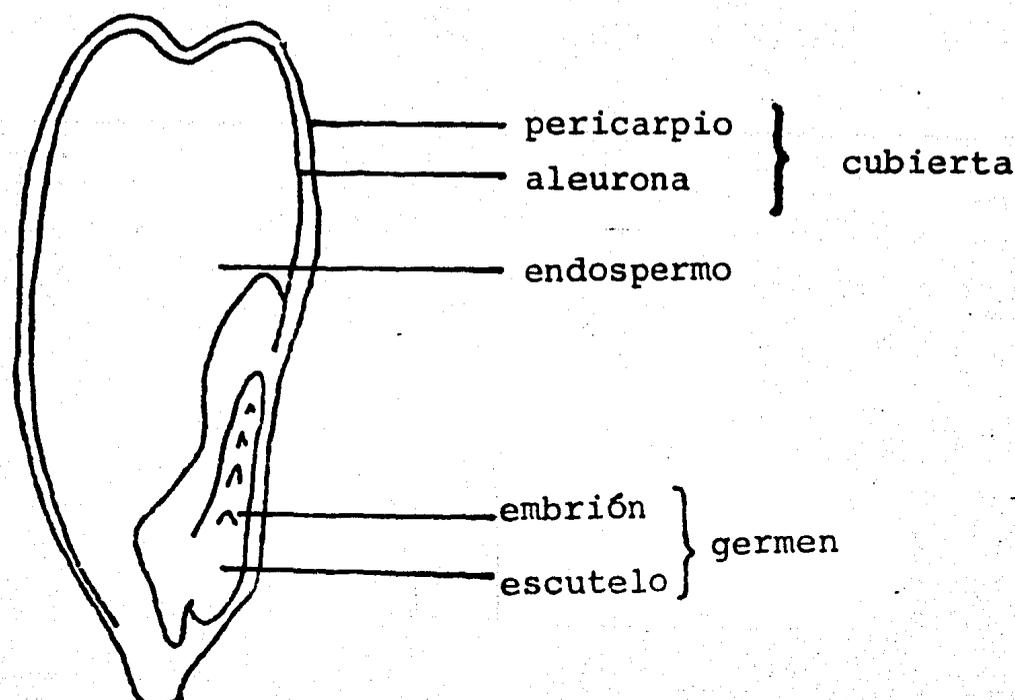


Figura 2.1 Partes anatómicas del grano de maíz

Aproximadamente las 2/3 partes de la lisina se encuentran en la fracción glutéinica del endospermo y del germen. Se sabe que dicha fracción es de muy difícil utilización como alimento por el organismo humano (Katz et al., 1974).

En los pueblos mesoamericanos, el maíz constituye la principal fuente de calorías. En México la población rural cubre el 70% de sus requerimientos energéticos consumiendo maíz, siendo el consumo anual promedio de 186 Kg de maíz por habitante (Trejo-González et al., (1983).

2.3 Efectos de la cocción alcalina o nixtamalización

La cocción alcalina cumple dos funciones principales:

- 1) El reblandecimiento del grano de maíz, acompañado de la solubilización parcial de la cubierta del grano, permitiendo su fácil molienda húmeda y
- 2) La hidrólisis de proteínas, aumentando la concentración disponible de lisina, triptofano, histidina, metionina, treonina y la cantidad de precursores de la niacina, así como la niacina misma. Estos efectos aumentan la capacidad alimenticia del maíz (Katz et al., 1974).

2.4 Procedimiento tradicional de nixtamalización

La nixtamalización consiste en la cocción del grano de maíz en medio básico, el cual es originado por la utilización de hidróxido de calcio.

El procedimiento se lleva a cabo de la siguiente forma: Se coloca el maíz seco en un recipiente con una cantidad de agua igual a dos veces el peso del maíz y de 1.5 a 3.5% de cal con respecto al peso del maíz. Se calienta la mezcla hasta 90-95°C durante 20 a 45 minutos y se deja reposar varias horas. Se separa el grano del agua de cocimiento y se lava con

agua fresca dos veces. Se muele el grano húmedo, obteniéndose así el nixtamal.

A la mezcla de las aguas de cocimiento y lavado se le conoce como nejayote, siendo esta un agua de desecho con un alto contenido de contaminantes tanto suspendidos como solubles (ver capítulo 6.1).

3. ASPECTOS BIOQUIMICOS DE LA DIGESTION ANAEROBIA

Se denomina digestión anaerobia a la secuencia de procesos metabólicos que originan la degradación de sustancias orgánicas en ausencia de oxígeno molecular para dar como productos una serie de compuestos cuyo grado de reducción impide su uso posterior por microorganismos anaerobios (Toerien et al., 1969; Benefield et al., 1980).

La digestión anaerobia es un método efectivo para el tratamiento de desechos líquidos con altos contenidos orgánicos. En él intervienen microorganismos anaerobios facultativos y obligados capaces de convertir el material orgánico en productos gaseosos como anhídrido carbónico y metano.

El tratamiento anaerobio de desechos consta de tres etapas principales (ver figura 3.1).

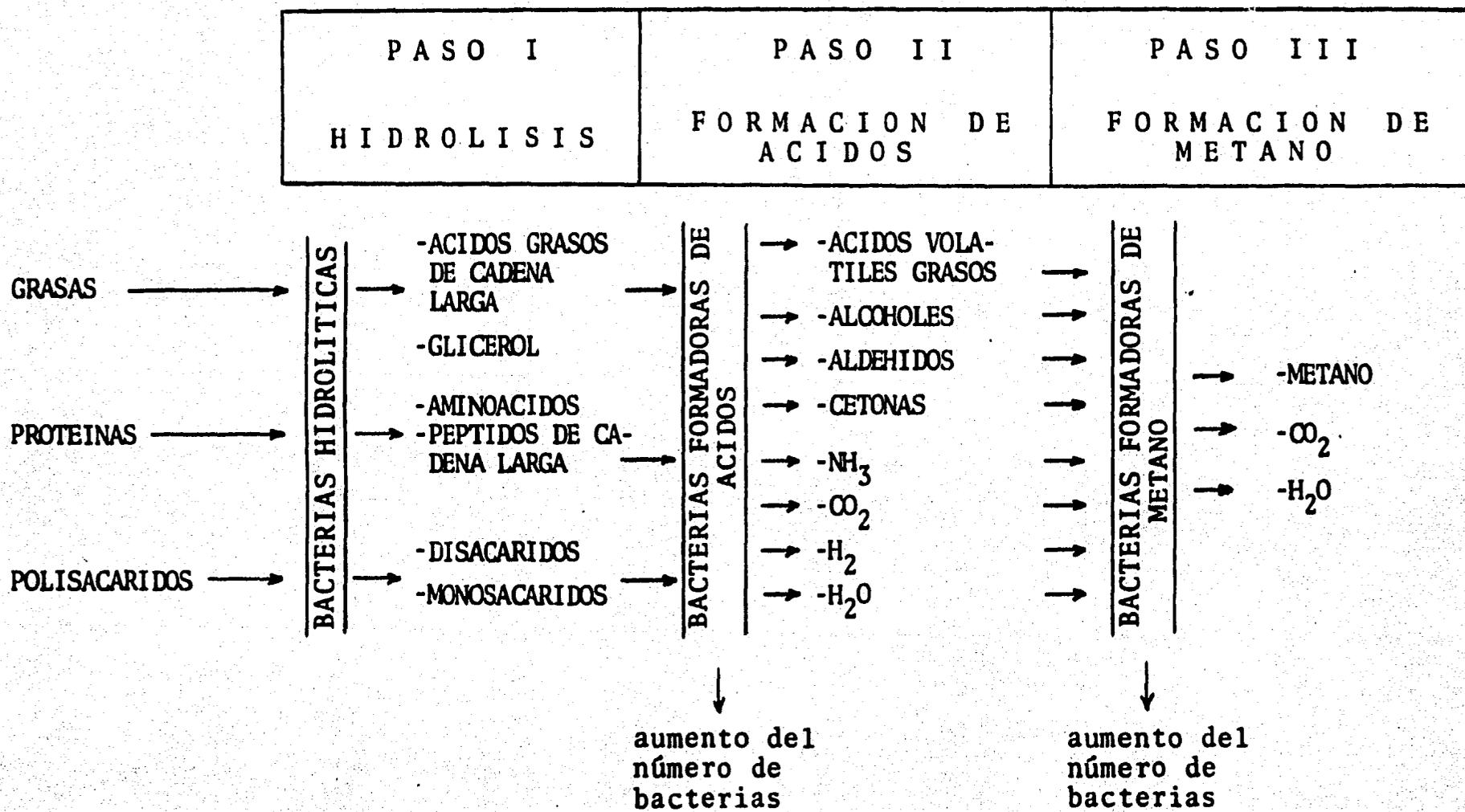


Figura 3.1 Pasos principales de los procesos metabólicos involucrados en la digestión anaerobia.

- a) Hidrólisis
- b) Acidogénesis
- c) Metanogénesis

3.1 *Hidrólisis y acidogénesis*

En la mayoría de los casos, los organismos responsables de la hidrólisis son también responsables de la formación de ácidos (acidogénesis) y son en su mayoría bacterias facultativas y obligadas anaerobias.

La hidrólisis de compuestos orgánicos complejos (proteínas, lípidos y carbohidratos) por acción de enzimas extracelulares da como producto moléculas más sencillas, las cuales son componentes de las moléculas complejas. De esta forma se logra la asimilación de moléculas que puedan ser degradadas en el interior de la célula. La utilización de dichas moléculas por los mismos organismos da como productos finales ácidos orgánicos grasos (Crowther et al., 1975).

Por lo antes expuesto se considera que los procesos bioquímicos de hidrólisis y acidogénesis se llevan a cabo de forma simultánea y por los mismos microorganismos.

En la acidogénesis los productos de la hidrólisis (triglicéridos, aminoácidos, ácidos grasos y azúcares) son degradados a

través de diversas rutas metabólicas.

3.1.1 Lípidos

Para la transformación de lípidos se lleva a cabo la β -oxidación. Se obtiene como producto acetil-CoA y por cada molécula de acetil-CoA formada se obtienen 4 átomos de hidrógeno que deberán formar hidrógeno molecular. Si las bacterias responsables de la metanogénesis utilizan el hidrógeno se evita la reducción de la acetil-CoA a etanol, permitiendo la obtención de energía al regenerar $NADH_2$ (Gaudy, et al., 1981).

El glicerol liberado durante la hidrólisis de lípidos puede ser transformado en ácido pirúvico vía dihidroxiacetona fosfatos; este ácido, al ser intermediario en la ruta EMP, será transformado en ácidos volátiles grasos y alcoholes (Crowther et al., 1975; Gaudy et al., 1981).

La figura 3.2 ejemplifica los procesos de hidrólisis y acidogénesis de lípidos.

A continuación se ejemplifica los procesos de hidrólisis y acidogénesis de lípidos con la degradación de tributirina (Sanzin, 1968).

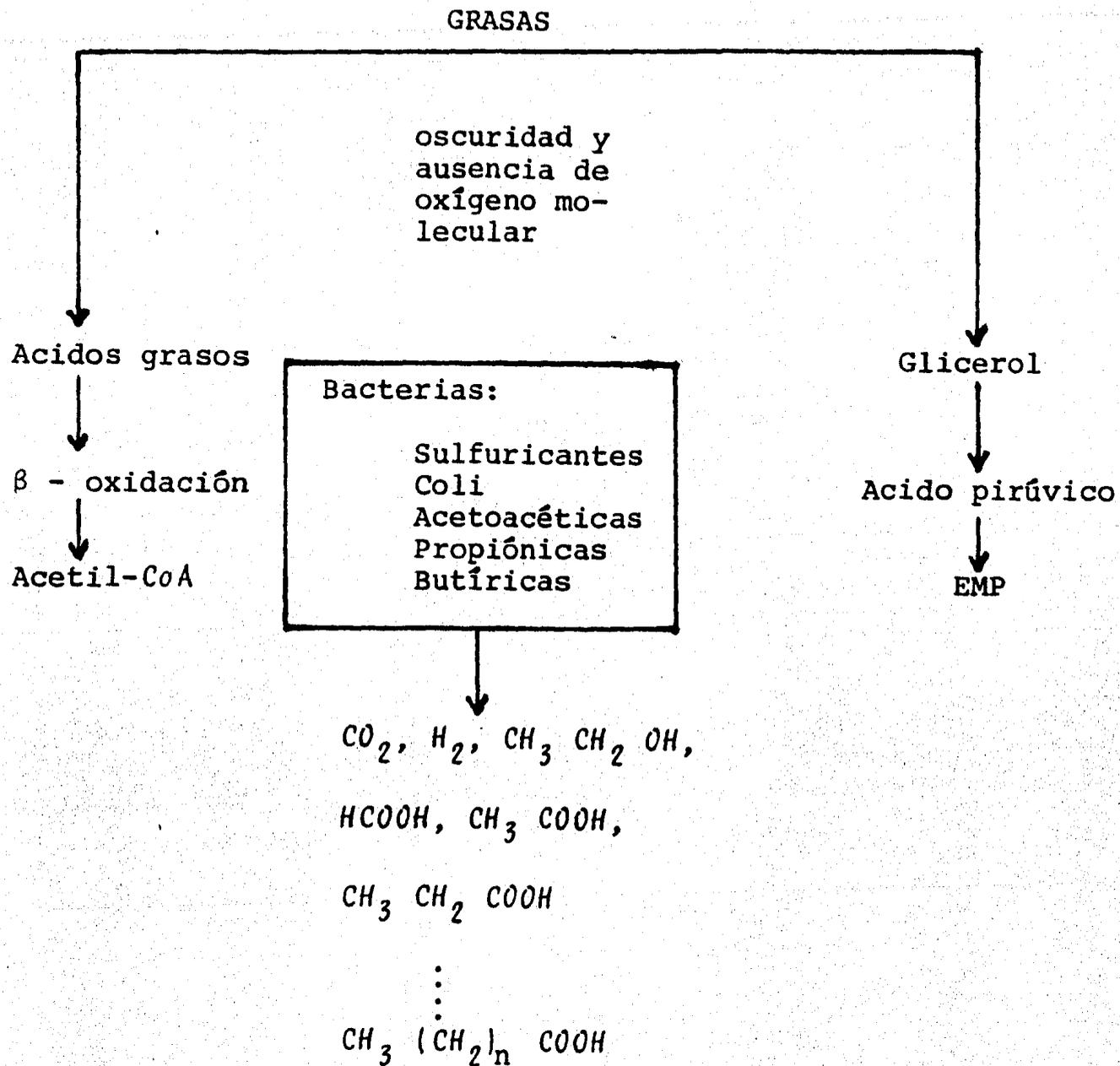
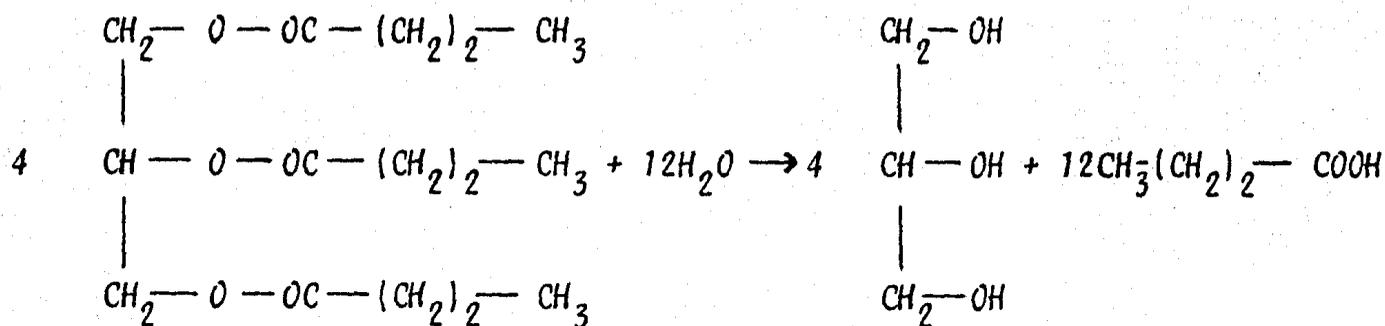
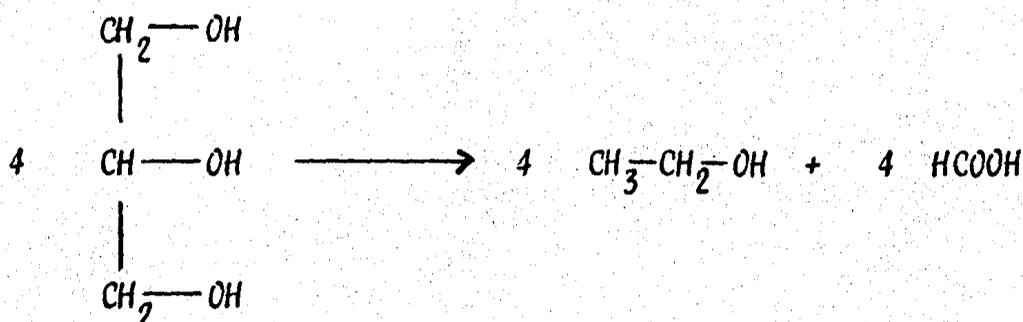


Figura 3.2 Hidrólisis y acidogénesis de grasas

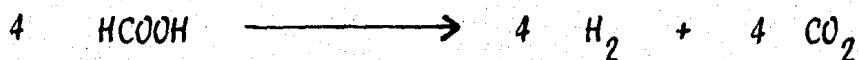
- Primera etapa. Hidrólisis por bacterias lipolíticas



- Segunda etapa. Acidogénesis del glicerol por bacterias propiónicas



- Tercera etapa. Metanogénesis del ácido fórmico



3.1.2 Proteínas

La degradación de proteínas se puede llevar a cabo por medio de diversos mecanismos. Algunas proteínas son degradadas al degradarse sus componentes (aminoácidos) de forma individual por rutas metabólicas específicas y otros son degradados por pares, en donde uno de los aminoácidos actúa como donador de

electrones y otro como aceptor (Gaudy et al., 1981). La secuencia de la degradación anaerobia de proteínas se presenta en la figura 3.3

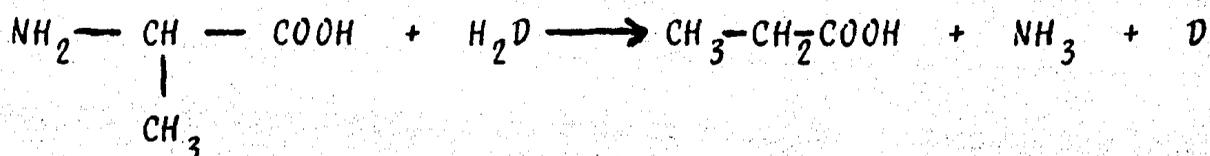
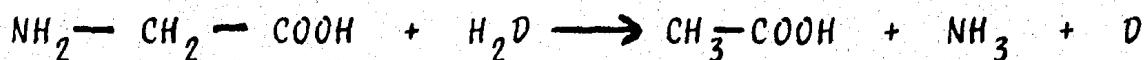


(ausencia de luz y de oxígeno molecular)

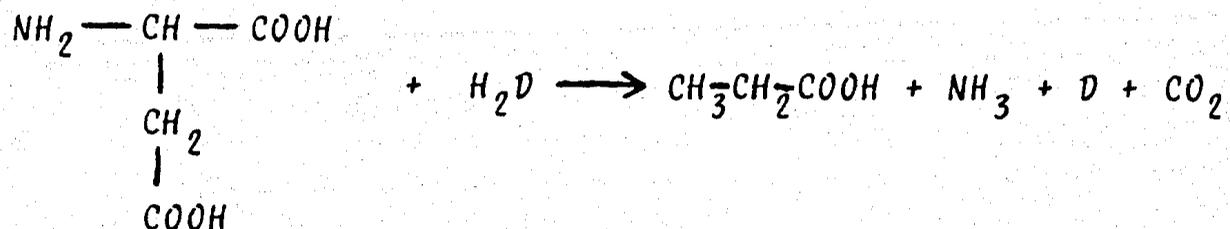
Figura 3.3. Secuencia de la degradación anaerobia de proteínas

Las reacciones de desaminación más comunes son (Sanzin, 1968):

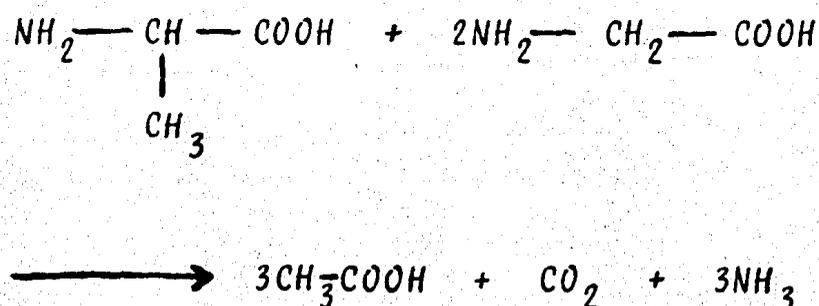
- a) Desaminación reductiva con donadores de hidrógeno disponibles



- b) Desaminación reductiva y descarboxilación para aminoácidos dicarboxílicos



c) Reacción de Stickland



3.1.3 Carbohidratos

La degradación de carbohidratos se lleva a cabo vía rutas HMP y EMP. Esta última ruta es de central importancia en el metabolismo anaerobio en cuanto a obtención de energía, mientras que otras rutas del metabolismo de carbohidratos tienen fines biosintéticos o en la formación de intermediarios en la ruta EMP (Toerien et al., 1969; Gaudy et al., 1981).

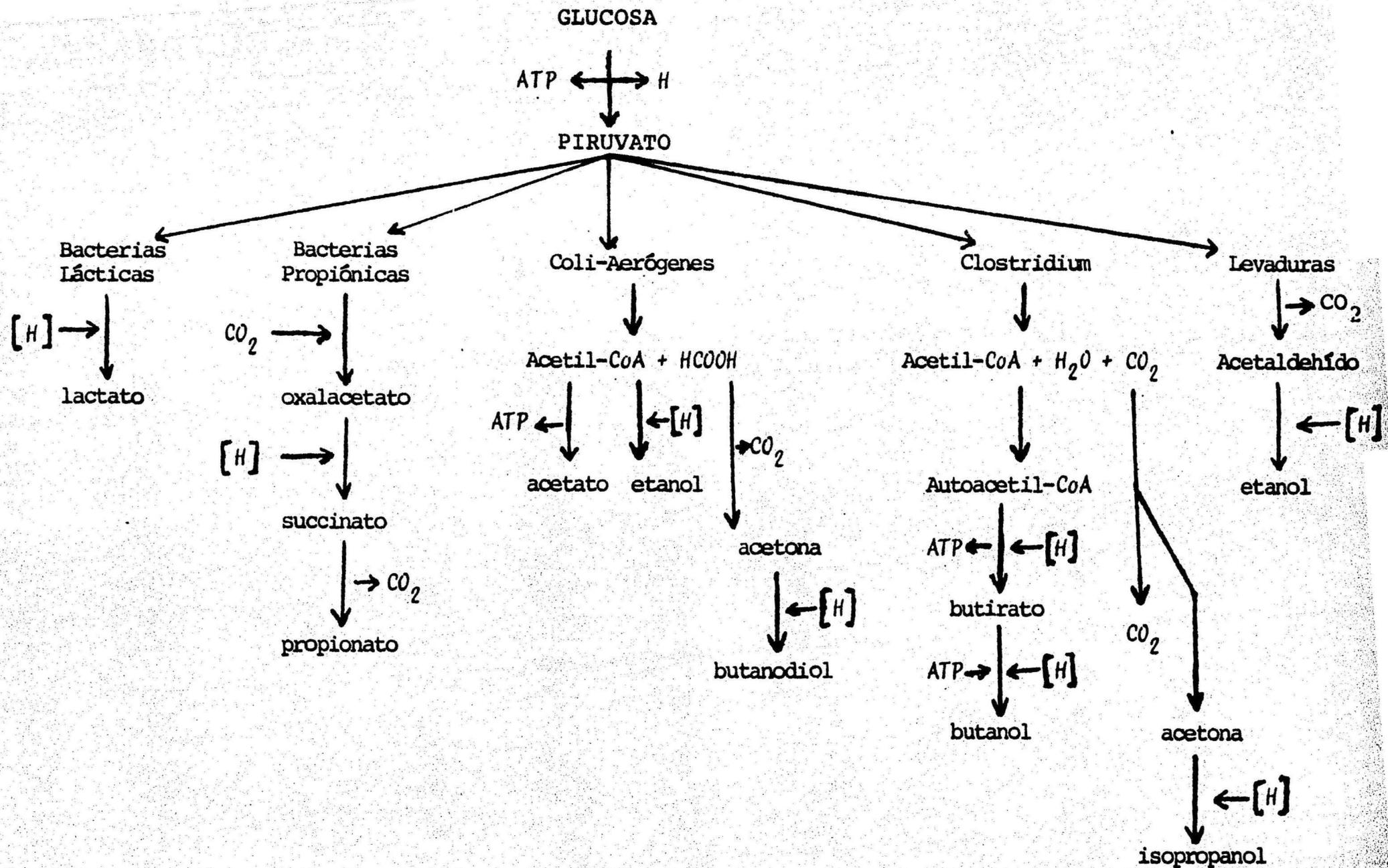


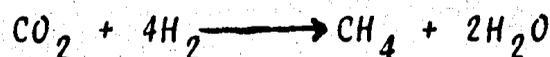
Figura 3.4. Productos generados por diferentes microorganismos a partir de la glucosa bajo condiciones anaerobias (Schlegel, 1976).

3.2 *Metanogénesis*

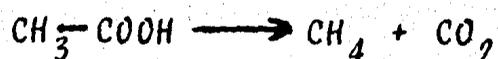
En la fase metanogénica los productos finales de la acidogénesis son transformados en metano y anhídrido carbónico por bacterias anaerobias obligadas; es aquí donde la materia orgánica es realmente estabilizada. (Benefield et al., 1980).

La variedad de sustratos que pueden ser utilizados por este tipo de bacterias es muy reducida, por lo que posiblemente exista un paso intermedio, en donde los productos distintos del ácido acético, ácido fórmico, metanol, anhídrido carbónico e hidrógeno, sean transformados en dichos compuestos, o bien, que las rutas acidogénicas se alteren en presencia de estas bacterias. (Gaudy et al., 1981; Toerien et al., 1969).

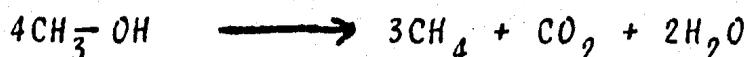
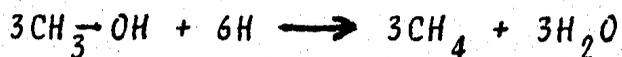
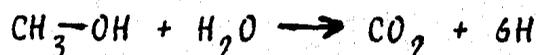
Sohngen encontró que algunas bacterias metanogénicas pueden reducir el anhídrido carbónico para dar lugar a la formación de metano según la siguiente reacción. (Crowther et al., 1975; Toerien et al., 1969):



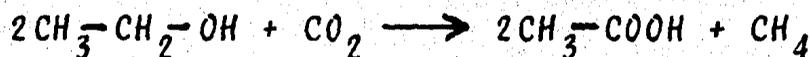
Barker representó la formación de metano a partir de ácido acético y metanol de acuerdo con las siguientes reacciones (Crowther et al., 1975; Toerien et al., 1969):



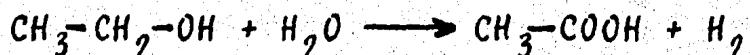
y



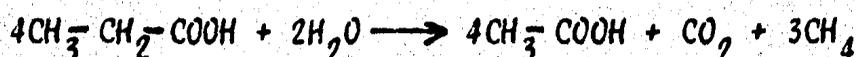
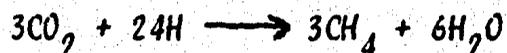
Stadtman y Barker sugirieron el siguiente mecanismo para la oxidación de etanol en presencia de bacterias metanogénicas (Toerien et al., 1969):



reacción que en ausencia de CO_2 es propuesta de la siguiente forma:

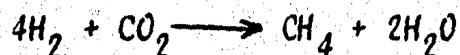
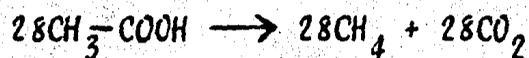
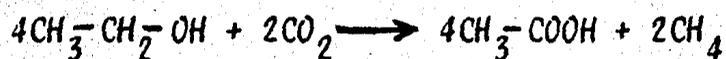
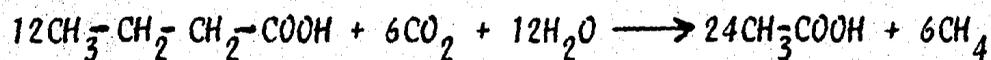


También propusieron el siguiente mecanismo para la formación de metano a partir de ácido propiónico

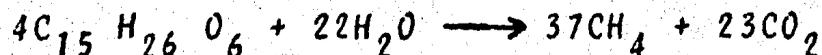


Durante las dos primeras etapas de la digestión anaerobia una grasa es hidrolizada según las reacciones descritas en el capítulo 3.1.1. Como producto de las hidrólisis y acidogénesis de dichas reacciones se obtienen ácido butírico ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$), etanol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$), ácido fórmico (HCOOH), hidrógeno (H_2) y anhídrido carbónico (CO_2).

Tomando en consideración los productos anteriores, se pueden plantear las siguientes reacciones (Sanzin, 1968):



El balance total es entonces



Como puede observarse, la degradación de moléculas complejas se lleva a cabo, en una primera etapa, por bacterias hidrolíticas y acidogénicas para dar como productos principales ácidos orgánicos, los cuales son utilizados como nutrientes por las bacterias metanogénicas (ver figura 3).

De manera general puede afirmarse que las bacterias metanogénicas no llevan a cabo la hidrólisis de moléculas complejas para la obtención de alimento, sino que utilizan productos metabólicos desechados por otros microorganismos. Esta limitación en la forma de adquirir nutrientes de las bacterias metanogénicas las hace dependientes de otras bacterias. Por estos motivos siempre se les encuentra presentes en combinación con bacterias generalmente facultativas, las cuales tienen un metabolismo anaerobio fuertemente acidogénico.

Las bacterias acidogénicas son tolerantes a cambios de pH y temperatura y además tienen un metabolismo más rápido que el de las bacterias metanogénicas.

En un sistema mixto, las bacterias metanogénicas hacen que el pH no baje mucho al consumir los ácidos producidos por las acidogénicas. Esto, además, les permite llevar a cabo sus funciones metabólicas con una mayor eficiencia, ya que un rango de pH óptimo es muy reducido (entre 6.5 y 7.5); al bajar de 6 o subir de 8 el pH la actividad de las bacterias metanogénicas se vuelve casi nula. Son en su inmensa mayoría mesófilas (37°C) y muy sensibles a los cambios de temperatura.

4. REACTORES ANAEROBIOS EMPACADOS

Los reactores anaerobios empacados son sistemas utilizados para el tratamiento de aguas de desecho con altos contenidos de material orgánico disuelto.

4.1 Descripción y funcionamiento

Un reactor anaerobio empacado o filtro anaerobio es un reactor con forma generalmente cilíndrica y empacado con un material sobre el cual se fijan los microorganismos que llevan a cabo los procesos de digestión anaerobia. Dicho material de empaque se encuentra sumergido en el agua de desecho por tratar y sus características dependen de varios factores, entre los que se cuentan los costos, la facilidad de adhesión de los microorganismos, el peso y el área superficial expuesta (Young et al., 1982).

El agua de desecho se introduce por la parte inferior del reactor y, durante su paso ascendente a través del medio de empaque, los contaminantes orgánicos son transformados principalmente en CH_4 y CO_2 (ver figura 4.1) (Young et al., 1969; Benefield et al., 1980).

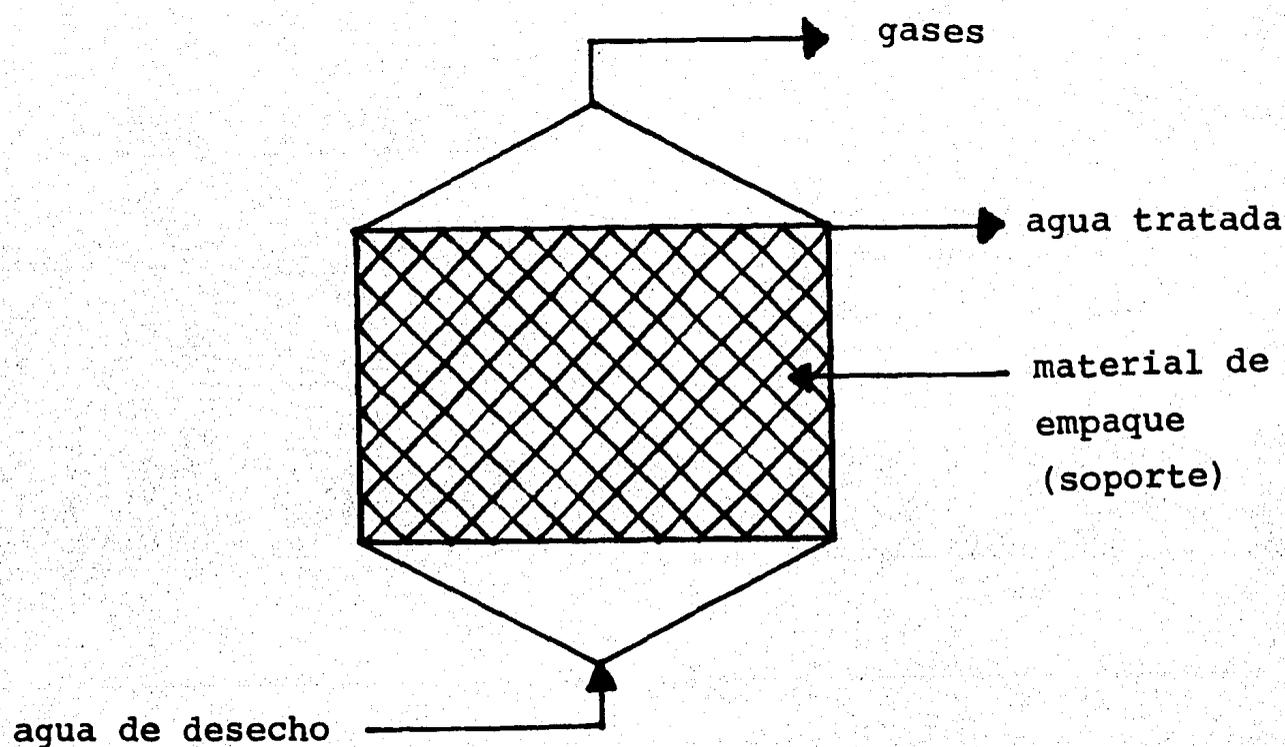


Figura 4.1. Diagrama esquemático de un reactor anaerobio empacado

Un reactor anaerobio empacado es un sistema para tratamiento de aguas de desecho de película biológica. Dicha película se forma sobre el material de empaque y tiene la ventaja de que, al tener los microorganismos responsables de la degradación fijos, las condiciones hidráulicas del sistema pueden ser modificadas sin peligro de perder o dañar los microorganismos.

A la entrada del reactor, los microorganismos que se encuentran en esa zona dispondrán de una mayor cantidad de nutrientes que los que se encuentren en otras zonas del reactor. De esta forma la cantidad y composición de nutrientes cambia con la altura del reactor; esto origina una diferente composición microbiana de la película. Este hecho hace que los reactores con películas biológicas sean eficientes en la remoción de contaminantes orgánicos: para cada diferente composición de nutrientes se tiene en el reactor una composición microbiana especializada en la degradación de dichos nutrientes (Dahab et al., 1982).

Algunas de las ventajas que ofrece este sistema son:

- a) Tratamiento eficiente de desechos líquidos con contaminantes solubles
- b) Baja producción de biomasa con respecto a la cantidad de substrato consumido. La mayor parte de los contaminantes son transformados en CH_4 y CO_2
- c) No requieren un balance específico de nutrientes básicos (C:N:P)
- d) El proceso no está limitado por la capacidad de transferencia de oxígeno

- e) Permite ser operado de forma intermitente

Los inconvenientes que presenta el proceso son:

- a) La temperatura óptima de operación es de 37°C
- b) Requiere de altos tiempos de retención hidráulica. Este tiempo puede variar desde horas hasta días (20-30 días para digestión de lodos), lo cual depende de la cantidad de contaminantes en el agua de desecho
- c) Los microorganismos son muy sensibles a cambios de pH y temperatura
- d) Solo sirven para el tratamiento de aguas de desecho con contaminantes en solución

(Young et al., 1969; Lettinga et al., 1982; Young et al., 1982; Benefield et al., 1980).

4.2 Modelos de diseño

Young et al (1982), con base en experimentos, concluyeron que para un desecho determinado y para un tiempo de retención hidráulica dada, existe una altura óptima para el reactor o para el medio de empaque; sin embargo, recomiendan alturas mayores a 2 m ya que en la parte superior del empaque, el metabo-

lismo de los microorganismos es más lento.

También demostraron, de forma empírica, que la eficiencia de la remoción de la DQO en un filtro anaerobio, con tipo de empaque y altura determinados, varía de forma inversamente proporcional al tiempo de retención hidráulica para el volumen libre dentro del reactor. Dicho comportamiento queda descrito en la ecuación 4.1.

$$E = 100 \left(1 - \frac{\theta_T}{T} \right) \quad (4.1)$$

donde

E porcentaje de remoción de DQO

θ_T coeficiente de proporcionalidad

T tiempo de retención hidráulica para el volumen libre en el reactor

El comportamiento de la remoción de DQO sugiere que el coeficiente θ_T es directamente proporcional a la altura del reactor. Esto significa que para una velocidad constante del líquido dentro del reactor, la eficiencia de remoción debe permanecer constante.

Puesto que

$$T = \alpha AH/Q \text{ y } \theta_T = \theta H$$

donde

α porosidad del medio

- A área seccional del reactor
 H altura del medio de empaque
 Q gasto
 θ coeficiente del reactor

la ecuación 4.1 puede expresarse

$$E = 100 \left(1 - \frac{Q\theta}{\alpha A} \right) \quad (4.2)$$

El término $Q/\alpha A$ representa la velocidad promedio del líquido a través del reactor, la ecuación 4.2 se transforma en

$$E = 100 (1 - \theta V) \quad (4.3)$$

donde $V = Q/\alpha A$

Esta es una ecuación más general que la ecuación 4.1 y puede ser usada para expresar la eficiencia en la remoción como DQO para reactores que tengan altura en exceso y cargas orgánicas menores a 20 Kg $DQO/día/m^3$.

Modificando la ecuación 4.2 se obtiene la siguiente relación

$$S_e = \frac{\theta Q S_o}{\alpha A} \quad (4.4)$$

donde

S_e DQO soluble en el efluente

S_0 DQO soluble en el influente

Esto significa que para una altura de reactor, un área seccional y una concentración de desechos determinados aumenta la DQO del efluente al aumentar el gasto.

5. CROMATOGRAFIA DE GASES

5.1 *Definición y clasificación*

La cromatografía es un método físico de separación basado en la distribución de la muestra entre dos fases. Una fase es el lecho estacionario de extensa superficie y la otra es un fluido que pasa a través o a lo largo de la fase estacionaria (Day, 1974; Mc Nair, 1981).

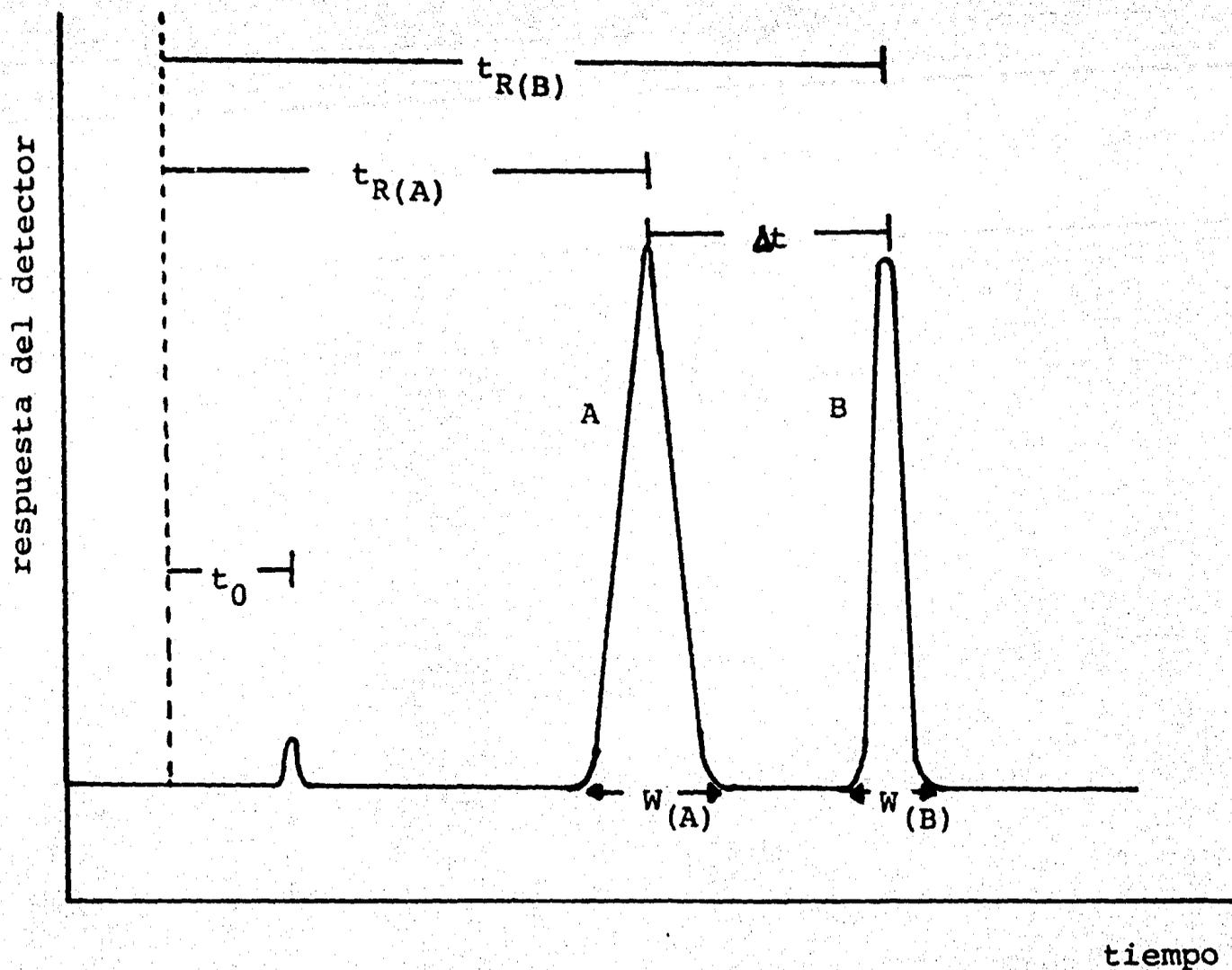
La fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido; la fase móvil puede ser un líquido o un gas. Hay, por tanto, cuatro tipos de cromatografía: líquido-sólido, gas-sólido, líquido-líquido y gas-líquido, siendo la primera fase, en cada caso, la fase móvil y la segunda, la fase estacionaria (Day, 1974).

En la cromatografía de gases, a la fase móvil, se le denomina gas portador, ya que es un gas inerte cuya función es transportar a las moléculas de la muestra a través de la columna.

La adsorción diferencial sobre la superficie sólida es la base para la separación en la cromatografía gas-sólido. Se utiliza principalmente para la separación de gases ligeros.

En la cromatografía gas-líquido, la fase líquida se extiende como una película sobre un sólido inerte llamado soporte sólido. La base para la separación es la partición de la muestra dentro o fuera de esta película líquida. Si existe una fase líquida que solubilice selectivamente dos compuestos estos pueden separarse mediante cromatografía de gases (Mc Nair, 1981).

Los resultados obtenidos en el análisis por cromatografía de gases se ilustran mediante un cromatograma o registro gráfico que indica los componentes y sus concentraciones. Cuando solo sale de la columna el gas portador aparecerá una línea recta o línea base (ver figura 5.1).



$t_{R(A)}$ tiempo de retención del soluto A

$t_{R(B)}$ tiempo de retención del soluto B

t_0 tiempo muerto

$W(A)$ ancho del pico A

$W(B)$ ancho del pico B

Figura 5.1 Ejemplo de un comatograma

El área bajo la curva (pico) permite determinar la concentración de cada componente separado en la columna.

El tiempo de retención (T_R) es el tiempo transcurrido desde la inyección de la muestra hasta la aparición del máximo del pico. Este tiempo es una característica del sistema soluto, fase estacionaria y temperatura de la columna.

5.2 *El proceso cromatográfico*

La muestra se coloca en la columna como un pequeño impulso (diferencial) de un gas que es arrastrado por el gas portador a través de la fase sólida o líquida; a medida que la muestra se reparte entre las dos fases y es arrastrada a través de la columna, se extiende en un frente de concentraciones con perfil gaussiano.

La posición del pico en el cromatograma depende de la velocidad de flujo y de la relación de partición k (McNair, 1981).

5.3 *Instrumental para cromatografía de gases*

La figura 5.2 representa un sistema para cromatografía de gases. Las partes básicas son: 1) cilindro de gas portador, 2) control de flujo de gas, 3) entrada de la muestra, 4) termostato de la columna, 5) columna, 6) detector y 7) registro gráfico.

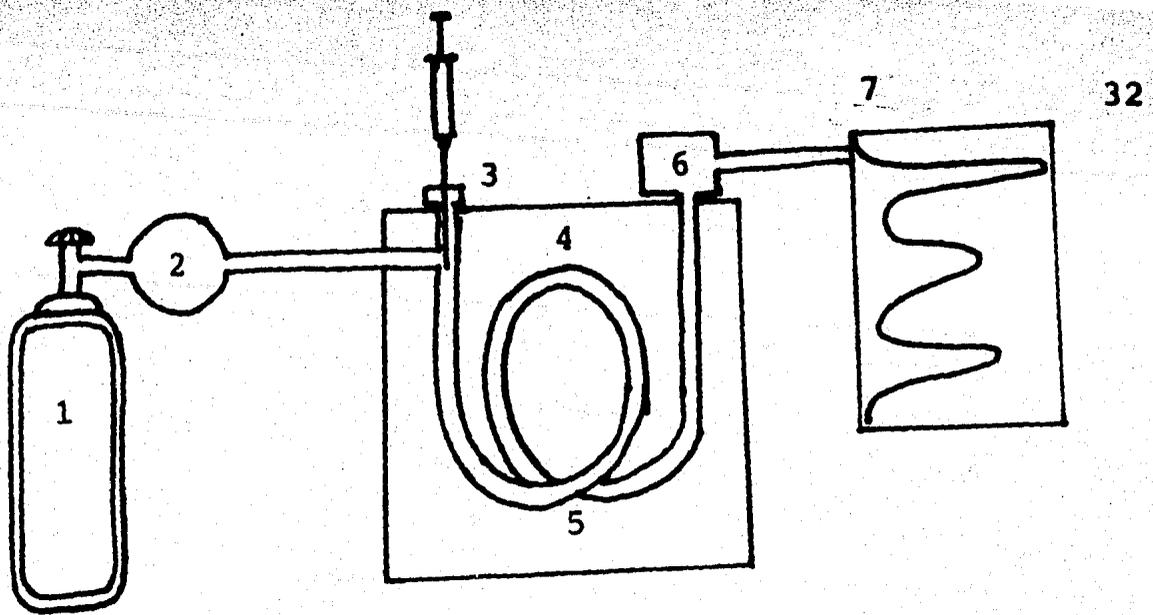


Figura 5.2. Esquema de un cromatógrafo de gases

El gas portador inerte fluye continuamente desde un cilindro a través de la cámara de inyección (inyector), de la columna y del detector. El flujo del gas debe ser controlado para obtener tiempos de retención reproducibles. La muestra se inyecta en la cámara de inyección caliente, donde se evapora y es arrastrada a través de la columna. La muestra se distribuye entre el gas portador y la fase estacionaria y se separa en cada uno de sus componentes. Los componentes de la muestra que tengan mayor solubilidad en la fase estacionaria se mueven con mayor lentitud y son eluidos lentamente.

Al salir de la columna, el gas portador y la muestra pasan a través de un detector. Este dispositivo es activado por los componentes de la muestra generando una señal eléctrica, la cual tiene duración y magnitud, dependiendo del compuesto detectado. Esta señal pasa a un registrador gráfico, el cual configura un cromatograma; o bien, un procesador de datos integra los picos automáticamente, efectúa cálculos e imprime

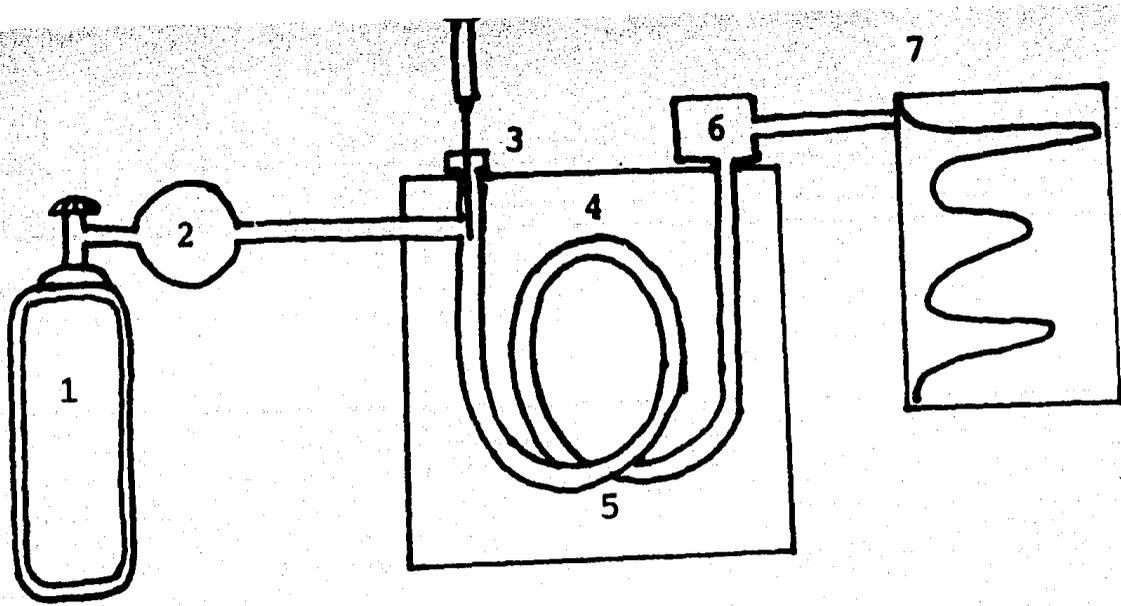


Figura 5.2. Esquema de un cromatógrafo de gases

El gas portador inerte fluye continuamente desde un cilindro a través de la cámara de inyección (inyector), de la columna y del detector. El flujo del gas debe ser controlado para obtener tiempos de retención reproducibles. La muestra se inyecta en la cámara de inyección caliente, donde se evapora y es arrastrada a través de la columna. La muestra se distribuye entre el gas portador y la fase estacionaria y se separa en cada uno de sus componentes. Los componentes de la muestra que tengan mayor solubilidad en la fase estacionaria se mueven con mayor lentitud y son eluidos lentamente.

Al salir de la columna, el gas portador y la muestra pasan a través de un detector. Este dispositivo es activado por los componentes de la muestra generando una señal eléctrica, la cual tiene duración y magnitud, dependiendo del compuesto detectado. Esta señal pasa a un registrador gráfico, el cual configura un cromatograma; o bien, un procesador de datos integra los picos automáticamente, efectúa cálculos e imprime

datos cuantitativos y tiempos de retención (Peters, 1974; McNair, 1981).

5.4 *Temperatura de la columna*

La temperatura de la columna deberá ser suficientemente alta para que el análisis se efectúe en un lapso razonablemente corto y suficientemente baja para lograr la separación deseada.

Un análisis isotérmico se refiere a un análisis cromatográfico a una sola temperatura; un análisis a temperatura programada se efectúa aumentando linealmente la temperatura de la columna con el tiempo.

La programación de temperatura es útil para mezclas de compuestos con diferentes puntos de ebullición.

La temperatura programada permite la selección apropiada de una temperatura que dará picos bien resueltos, de forma bien definida y en un tiempo total de análisis más breve que en la operación isotérmica (McNair, 1981).

5.5 *Columnas*

La columna efectúa la separación, siendo ésta el objetivo pri-

mario de la cromatografía de gases.

5.5.1 Fase líquida

La fase líquida debe exhibir la capacidad necesaria, como disolvente diferencial, para lograr la separación de los componentes de una mezcla; esta selectividad es una propiedad termodinámica y puede calcularse a partir del coeficiente de reparto. Se dispone de pocos datos termodinámicos, por lo que es más fácil determinar la solubilidad en la fase líquida mediante técnicas cromatográficas.

5.5.2 Soporte sólido

El propósito de la fase sólida es sostener una película delgada y uniforme de la fase líquida. El soporte debe poseer una superficie específica extensa (pequeñas partículas), un diámetro de poros uniforme, un mínimo de interacción química y adsorptiva con la muestra, resistencia mecánica y partículas de forma regular.

La materia prima más utilizada como soporte cromatográfico es la diatomita, la cual está formada fundamentalmente por sílice hidratado y microamorfo.

5.6 Detectores

El detector cromatográfico es un dispositivo que mide la concentración de cada uno de los componentes de la muestra, generando una señal eléctrica proporcional a la concentración del componente eluido.

5.6.1 Detector de conductividad térmica

La celda de conductividad térmica contiene un filamento metálico en forma de espiral cuya resistencia eléctrica varía con la temperatura. Al entrar en contacto una corriente eléctrica con el filamento, se eleva su temperatura. El filamento se encuentra en el interior de la cavidad de una placa metálica (ver figura 5.3), cuya temperatura debe ser constante para ser utilizada como temperatura de referencia.

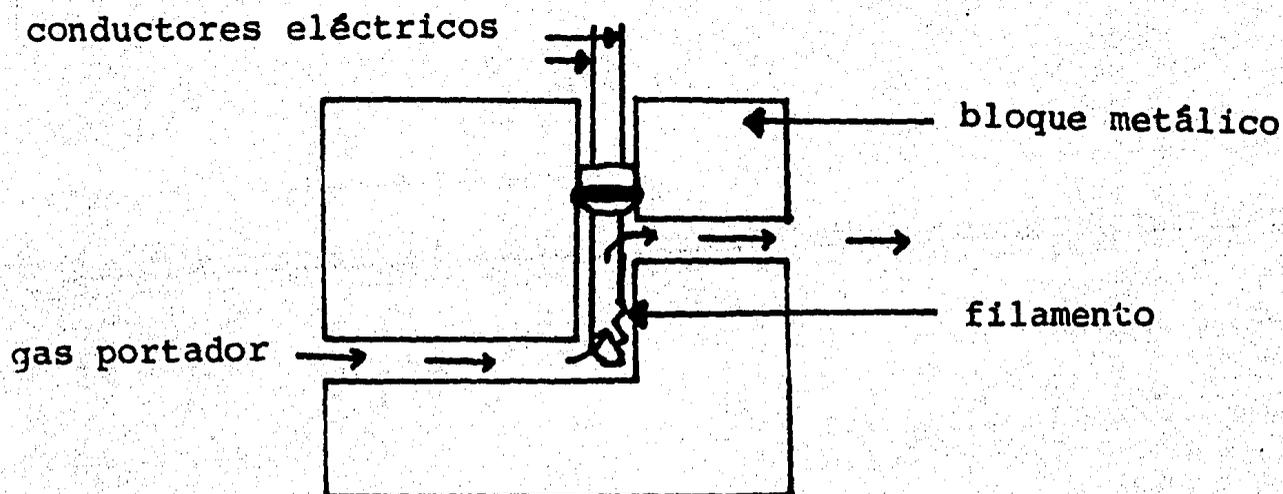


Figura 5.3. Diagrama esquemático de una celda de conductividad térmica

Cuando se eluye una muestra en la columna las moléculas de la muestra son más grandes, se mueven con más lentitud y conducen menos calor que el gas portador puro. La temperatura del filamento aumenta causando un incremento en la resistencia eléctrica. Este cambio se mide mediante un puente de Wheaststone.

Cuando los cuatro filamentos del puente de Wheatstone representado en la figura 5.4 se encuentran a la misma temperatura el puente está en equilibrio y no hay señal. Sin embargo, si la resistencia de los 2 filamentos sumergidos en el gas portador varía debido a un cambio en la composición del gas, hay desequilibrio y se genera una señal.

La mayoría de los detectores contienen un par de filamentos dentro del canal de flujo de la muestra y un par de filamentos en el canal de flujo de referencia (Day 1974; Ewing, 1975; McNair 1981).

5.6.2 Detector de ionización de flama

Las figuras 5.5 y 5.6 muestran el circuito de un detector de ionización de flama y el esquema de un detector. En él la flama se produce al quemar una mezcla de hidrógeno y aire.

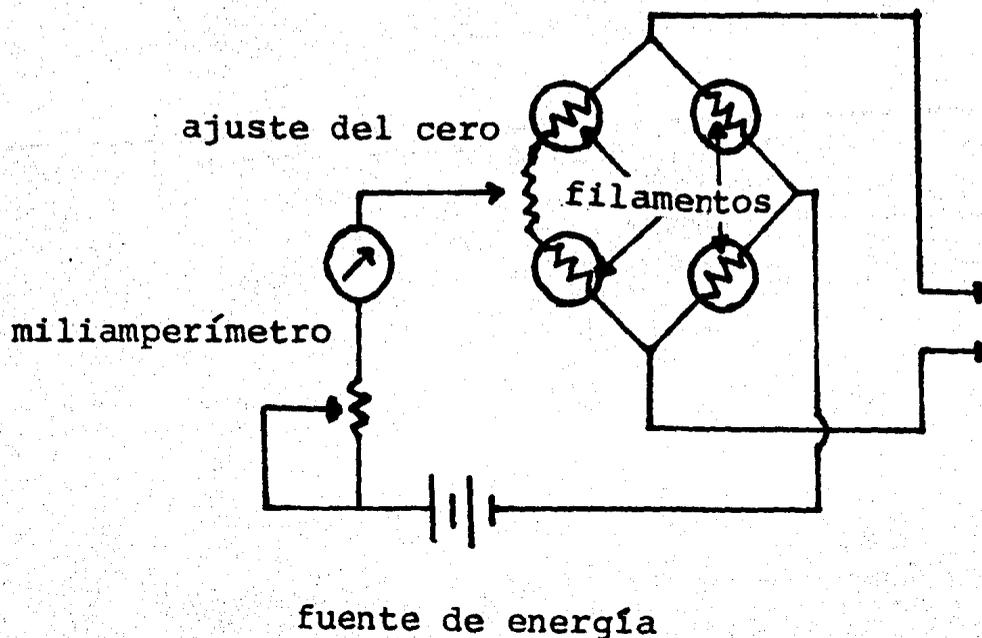


Figura 5.4. Circuito de un puente de Wheatstone para conductividad térmica

El gas portador fluye desde la columna hasta la flama, la cual ioniza algunas de las moléculas orgánicas presentes en la corriente gaseosa. La presencia de partículas cargadas entre los electrodos genera una corriente eléctrica medida por una resistencia; la diferencia de potencial originada se amplifica y se alimenta a un registrador (ver figura 5.5).

Cuando el gas portador puro fluye a través del circuito, la corriente originada es constante y el registrador traza una línea base recta.

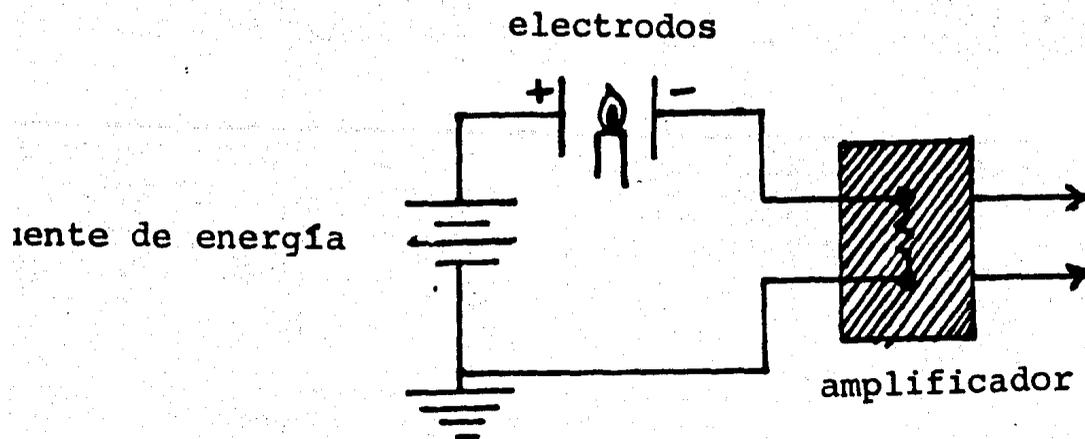


Figura 5.5. Circuito de un detector de ionización de flama

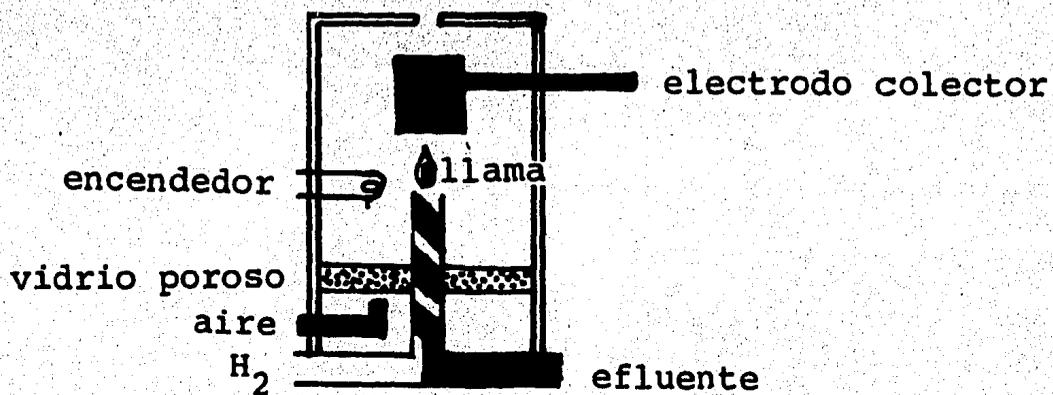


Figura 5.6. Diagrama esquemático de un detector de ionización de flama

Este detector es sensible a compuestos orgánicos ionizados.

5.6.3 Detector de captura de electrones

A medida que el gas portador (N_2) fluye a través del detector, una lámina de tritio o de ^{63}Ni radiactivo ioniza las moléculas de nitrógeno formando electrones lentos. Estos electrones se desplazan hacia el ánodo produciendo una corriente constante. La introducción de una muestra al detector, el cual es capaz de capturar electrones, provoca una disminución en la corriente, cuya magnitud es una medida de la afinidad electrónica de la muestra y de su concentración. (Ewing, 1975; McNair, 1981).

5.7 Análisis cuantitativo

5.7.1 Integración por triangulación

Se traza una línea tangente a cada lado de las líneas que forman el pico; se mide la altura desde la línea base hasta la intersección de las dos tangentes. La base se toma como la intersección de las tangentes y la línea base. Se calcula el área del triángulo formado mediante (ver figura 5.7)

$$\text{Area} = \frac{1}{2} B H \quad (5.1)$$

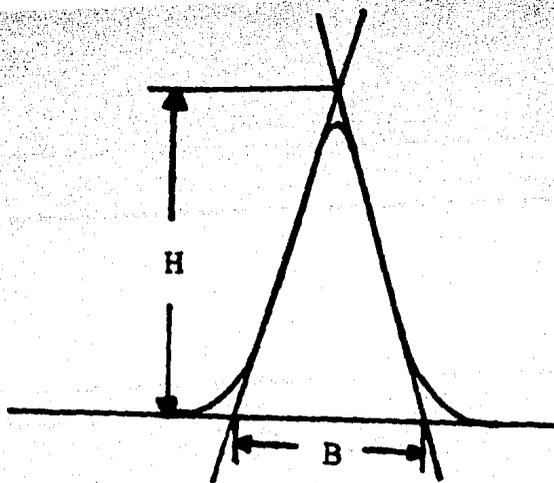


Figura 5.7. Determinación del área bajo la curva por triangulación

5.7.2 Integración electrónica

La señal de entrada del cromatógrafo se alimenta a un convertidor de frecuencia que genera un impulso de salida a una velocidad proporcional al área del pico. Cuando el detector percibe un pico, los impulsos del convertidor se acumulan y se imprimen como una medida del área del pico. Estos integradores se caracterizan por su alto recorrido lineal, alta velocidad de recuento y alta sensibilidad de detección. El tiempo de retención también se identifica e imprime (McNair, 1981).

5.7.3 Normalización del área

Por normalización se entiende el cálculo de la composición porcentual mediante la medición del área de cada pico y su división entre la suma de las áreas de todos los componentes

$$A\% = \frac{\text{Area } i}{\Sigma \text{ Area}} \times 100 \quad (5.2)$$

Esto supone que todos los picos fueron eluidos y que cada compuesto tiene la misma respuesta en el detector.

5.7.4 Estandarización interna

Se prepara una solución que contenga la mezcla de compuestos por analizar con concentraciones conocidas, así como un compuesto al que se denomina estandar interno. Este compuesto debe separarse bien de los otros picos, eluirse cerca de éstos y tener una similitud estructural con las sustancias que se desean determinar.

En el caso de muestras líquidas cuyo volumen pueda determinarse con exactitud, no es necesario conocer la concentración del estandar interno, pero debe añadirse la misma cantidad a la solución de calibración y a las muestras por analizar (Mc Nair, 1981).

La concentración de los componentes de la mezcla se determina de la siguiente forma:

$$Conc_i = \frac{RF_i (Area_i)}{Area_{is}} \quad (5.3)$$

donde

$conc_i$ concentración del componente i

RF_i factor de respuesta del componente i relativo al estándar interno

$Area_i$ área del pico correspondiente al componente i

$Area_{is}$ área del pico correspondiente al estandar interno

El factor de respuesta (RF_i) se obtiene inyectando al cromatógrafo la solución de calibración y calculándolo por

$$RF_i = \frac{(conc_i) (Area_{is})}{Area_i} \quad (5.4)$$

6. METODOLOGIA

6.1 *Caracterización del nejayote*

A continuación se definen los parámetros que permiten conocer las características del desecho por tratar. (Sawyer et al, 1978).

Las técnicas utilizadas para su determinación fueron obtenidas del Standard Methods (1980) y del Deutsche Einheitsverfahren (1983).

pH. Medida de la actividad de iones hidrógeno en una solución acuosa

Alcalinidad. Medida de la capacidad de una solución para neutralizar ácidos

Conductividad. Medida de la capacidad de una solución para permitir el paso de una corriente eléctrica

Color. Medido como la longitud de onda para la cual la solución presenta la máxima absorción

Turbiedad. Determinada como la cantidad de luz dispersada (por una solución) en ángulos rectos de la trayectoria de la luz incidente

Demanda bioquímica de oxígeno (DBO_5). Es una medida de la degradabilidad de un sustrato bajo condiciones aerobias

Demanda química de oxígeno (DQO). Medida como la cantidad de oxígeno requerida para oxidar por medios químicos, sustancias orgánicas en un medio acuoso

Sólidos. Es el material residual pesado al evaporar una solución o suspensión

Nitrógeno Kjeldhal. Es la cantidad de nitrógeno orgánico contenida en la muestra

$N-NH_4^+$. Es la cantidad de nitrógeno presente como amoníaco o como ión amonio

$N-NO_3$. Es la cantidad de nitrógeno presente como ion nitrato

P. Contenido de fósforo

SO₄²⁻. Contenido de sulfatos

Ca. Contenido de calcio

La medición de estos parámetros se efectúa para las muestras sin centrifugar (para la mezcla de material soluble y suspendido) y para las muestras centrifugadas (material soluble). De la diferencia de ambas mediciones se obtienen los valores correspondientes al material suspendido.

6.2 Digestión anaerobia del nejayote

6.2.1 Descripción del equipo

Para estudiar la biodegradabilidad del nejayote bajo condiciones anaerobias se construyó un reactor anaerobio empacado a nivel laboratorio.

Dicho reactor fue construido en 5 etapas (5 reactores) conectadas en serie. De esta forma es posible conocer la cantidad de gases producidos y su composición a través del reactor (ver figura 6.1).

Cada unidad tiene una altura de 37.5 cm, un diámetro de 9.6 cm y un volumen útil para el líquido de 2.3 l. Este arreglo es equivalente a un filtro anaerobio de 1.5 m de altura (empaque) con 11.5 l de volumen útil.

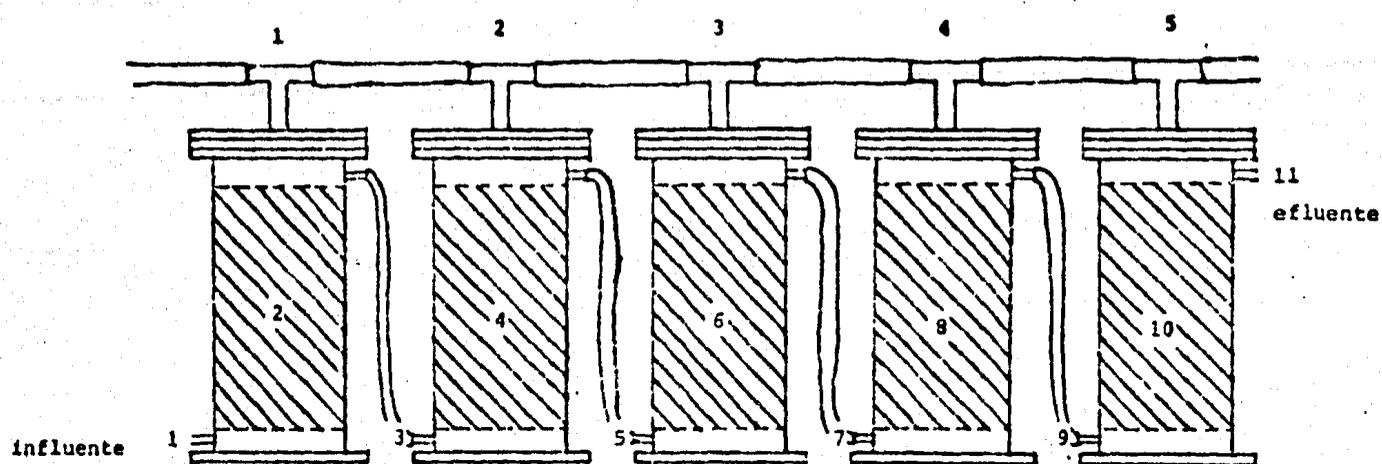
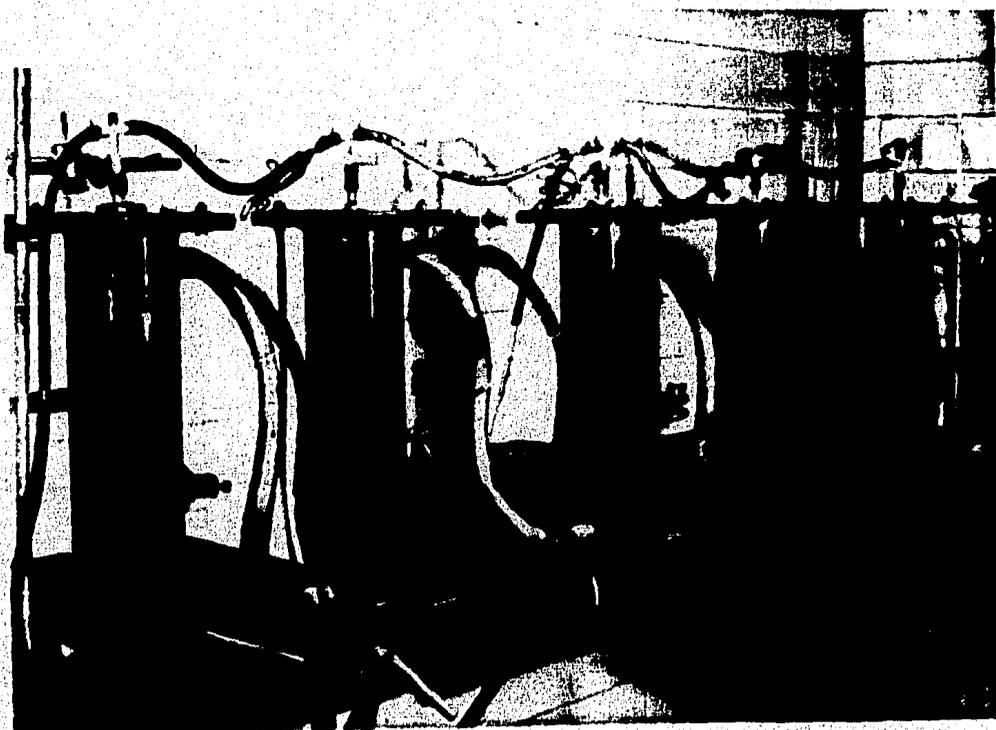


Figura 6.1 Diagrama esquemático y fotografía del reactor anaerobio empacado a nivel laboratorio.



El material de soporte o empaque de cada unidad está formado por 32 anillos Pall de 3.7 cm y teniendo cada anillo un área superficial expuesta de 97 cm². En total, tomando en cuenta los anillos Pall de las cinco unidades más la superficie interna de los reactores, la superficie expuesta al crecimiento de los microorganismos es de 22,800 cm².

Los gases producidos son colectados al desplazar una solución saturada de NaCl en una probeta construída exprofeso.

6.2.2 Forma de operación

El reactor se localiza en un cuarto con control de temperatura, lo cual permite mantener una temperatura constante, dentro del reactor, de 35°C.

El nejayote es alimentado al reactor por medio de una bomba de membrana marca Prominent tipo A2001.

El arranque del sistema se llevó a cabo inoculando el reactor con microorganismos anaerobios adaptados al nejayote. Dicha adaptación se efectuó colocando lodos activados de la planta de tratamiento de aguas de desecho de C.U. en un recipiente y alimentando nejayote una vez por semana durante dos meses. La temperatura de incubación se mantuvo a 35°C.

Una vez estabilizado el sistema se procedió a su estudio bajo diferentes cargas orgánicas. Para lograr 6 diferentes valores de cargas orgánicas se variaron el gasto y la concentración del nejayote.

En la figura 6.1 se indican los puntos de muestreo a lo largo del reactor. Se consideran 11 puntos de muestreo para la fase líquida y 5 para la gaseosa.

6.3 Análisis de muestras

6.3.1 Muestras fase líquida

Los análisis que se llevaron a cabo como control del reactor son pH y alcalinidad. La eficiencia de remoción de contaminantes fue determinada analizando la demanda química de oxígeno (DQO) soluble.

La determinación de los productos metabólicos en la fase líquida (ácidos volátiles grasos) se llevó a cabo por medio de la cromatografía de gases. Para estas determinaciones se contó con un cromatógrafo de gases marca Perkin Elmer, modelo Sigma 2B equipado con un detector de ionización de flama y dos columnas de vidrio de 6 ft de longitud y de 1/8 in de diámetro interno, empacadas con Carbowax 20M al 5% sobre Cromosorb WA/W, malla 80-100 y H_3PO_4 al 1%. Como accesorios se utilizaron un

saturador de ácido fórmico (Wood et al., 1980) y un microprocesador marca Spectra Physics modelo SP-4100 para el análisis de resultados.

La temperatura del detector fue de 250°C, al igual que del inyector. La temperatura de la columna fué, inicialmente de 60°C durante 2.5 minutos y posteriormente fue elevada hasta 120°C con una rapidez de 30° por minuto. El gas de arrastre fue nitrógeno con un gasto de 40 ml/min.

La curva de calibración se hizo con una mezcla de ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico y ácido valérico en concentraciones, cada uno, de 10^{-3} M. A dicha mezcla se añadieron 0.25 ml de una solución de ácido isobutírico como estándar interno para un volumen total de 5 ml.

Antes de ser analizadas las muestras fueron centrifugadas a 4000 RPM durante 15 min, se acidularon con HCl concentrado hasta alcanzar un pH de 2 y se les añadió 0.25 ml de ácido isobutírico como estándar interno para un volumen total de 5 ml.

Las muestras fueron introducidas a la columna por medio de una jeringa hipodérmica en cantidades que variaron entre 0.5 y 1.0 μ l, aislando el septum después de cada inyección.

6.3.2 Muestras en fase gaseosa

Las muestras fueron colectadas directamente de cada uno de los reactores y del sistema completo por medio de buretas con desplazamiento de líquido.

Los análisis se llevaron a cabo sin ningún pretratamiento en un cromatógrafo de gases Fisher modelo 1200, equipado con dos columnas de aluminio; una de las columnas empacadas con Porapak-Q, malla 80-100, con una longitud de 6 1/2 ft y diámetro de 1/8 in. La otra columna contiene un empaque de Sieve 13X, malla 60-80 y tiene una longitud de 11 ft con diámetro de 3/16 in. El cromatógrafo está equipado con un detector de conductividad térmica.

Las muestras fueron introducidas a través de una válvula automática de 0.25 ml.

La temperatura de la columna se mantuvo constante en 50°C. El gas de arrastre utilizado fue Helio con un gasto de 60 ml/min.

La curva de calibración se hizo utilizando una mezcla de gases de preparación comercial, la cual contenía CO_2 , H_2 , N_2 , CH_4 , CO , O_2 y He en concentraciones conocidas y con indicación del orden de aparición en el cromatograma.

La evaluación de la composición de los gases se hizo por triangulación y normalizando el área (ver capítulo 5.7).

7. RESULTADOS

7.1 *Caracterización del nejayote*

Los análisis descritos en el capítulo 6.1 se hicieron para ca racterizar las aguas de desecho de dos industrias productoras de nixtamal. La industria pequeña procesa aproximadamente una tonelada de maíz por día y la grande 200 ton/d.

Los resultados de la caracterización se encuentran en la Ta-
bla A.1. Dichos resultados permiten hacer los siguientes co-
mentarios:

- 1) La alta alcalinidad se debe principalmente al alto contenido de carbonatos y bicarbonatos
- 2) El valor de pH es muy alto para considerar al nejayote

susceptible de ser tratado en sistemas biológicos sin un ajuste previo

- 3) La turbiedad proviene principalmente de sólidos suspendidos
- 4) Los valores de sólidos en base seca, DBO_5 y DQO son aproximadamente 15 a 20 veces mayores que para aguas de desecho de tipo doméstico (Benefield et al., 1981)
- 5) El material sólido suspendido es refractario al ataque microbiano. Esto puede observarse en los valores de DBO_5 total, soluble y suspendida
- 6) La mayor parte de los contaminantes, tanto orgánicos como inorgánicos se encuentran en forma soluble
- 7) La relación ideal de nutrientes para microorganismos aerobios puede considerarse como $DBO_5:N:P = 100:10:1$; para las aguas de cocimiento y de lavado de la gran industria son 230:43:1 y 134:6:1, respectivamente.

La misma relación para la pequeña industria es 44:1.6:1.

De manera general puede afirmarse que el nejayote, como fuente de nutrientes para microorganismos aerobios es deficiente

en nitrógeno y fósforo.

7.2 Comportamiento del sistema

La disposición de los puntos de muestreo (ver figura 6.1) permite, mediante análisis químicos y fisicoquímicos, estudiar la evolución de los procesos bioquímicos que se llevan a cabo en el reactor anaerobio.

Las Tablas A-2 a la A-7 del anexo muestran las condiciones de trabajo y los resultados obtenidos en el reactor cuando el sistema se encontraba en equilibrio. Cabe mencionar que se consideró que el sistema estaba en equilibrio cuando parámetros como pH, alcalinidad, DQO y producción de gases no variaban con respecto al tiempo.

La Tabla A-8 del anexo contiene los valores de cantidad y composición de los gases producidos en el reactor para cada una de las diferentes condiciones de trabajo.

7.2.1 Eficiencia del sistema

La eficiencia de remoción de contaminantes del sistema depende fuertemente del valor del pH. Al ser las bacterias metanogénicas sensibles a cambios de pH, la transformación de material orgánico soluble a gases (principalmente CO_2 y CH_4) se

lleva a cabo de forma óptima en valores de pH neutrales (6.5-7.5).

Los valores de pH observados varían en un amplio rango. El nejayote alimentado tenía valores que variaban entre 11 y 12. De forma inesperada, en el punto de muestreo número 2 (ver Tabla A.3) bajaba el pH hasta valores de 5, lo cual inhibía la actividad de las bacterias metanogénicas. Para aumentar la alcalinidad del sistema y neutralizar la gran cantidad de ácidos orgánicos producidos en las primeras etapas del reactor se añadió al nejayote NaOH diluída. Gracias a esta medida se permitió que la flora metanogénica ajustara el pH hasta valores de neutralidad al degradar los ácidos volátiles producidos en la fase acidogénica (ver Tablas A-2 - A-7 del anexo).

Como consecuencia de la producción de ácidos orgánicos la alcalinidad baja en el primer reactor y aumenta, junto con el pH, al irse degradando los ácidos orgánicos. Este comportamiento fue observado, de forma general, en todas las fases experimentales, correspondientes a diferentes cargas orgánicas.

En todos los casos se observan valores de alcalinidad y de pH casi constantes en las etapas finales del sistema.

El parámetro que permite decidir si el sistema es apto para el tratamiento del nejayote es la DQO . La mayor remoción de

DQO alcanzada fue de 91.4% para la primera carga orgánica y la menor fue de 83% para la cuarta carga orgánica, correspondiendo al primer caso el mayor tiempo de retención y la menor concentración en el influente y al segundo caso la más alta concentración del influente y el menor tiempo de retención hidráulica. Esta afirmación no puede considerarse de forma estricta como una descripción del comportamiento del sistema. Como puede observarse en la Figura 7.1, la remoción permanece constante para las 5 primeras cargas orgánicas y disminuye para la mayor. A esto se contraponen las curvas de degradación de DQO de la Figura 7.2. La remoción de contaminantes llega a un máximo (mínima concentración) y permanece constante durante las últimas etapas del sistema. Esto significa que la altura total del empaque del sistema estaba sobrada para todos los casos. De esta forma, no es posible hacer una relación general de carga orgánica con la remoción de DQO. Con base en la Figura 7.2 se puede afirmar que la remoción de DQO siempre se completó en el tercer reactor, haciendo innecesarios a los dos últimos.

La Figura 7.2 indica también que el nejayote contiene material orgánico que no es degradable en el sistema anaerobio estudiado. Dicho material se encuentra presente en el nejayote constituyendo entre el 8 y el 10% de la DQO soluble.

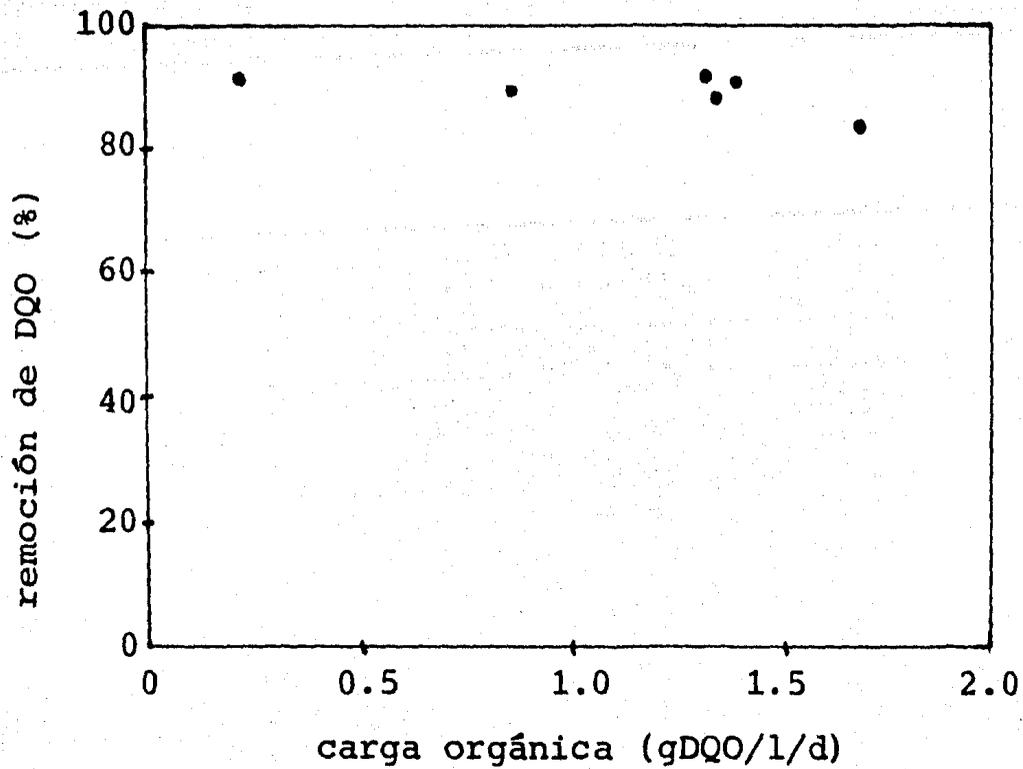


Figura 7.1 Remoción de DQO en función de la carga orgánica

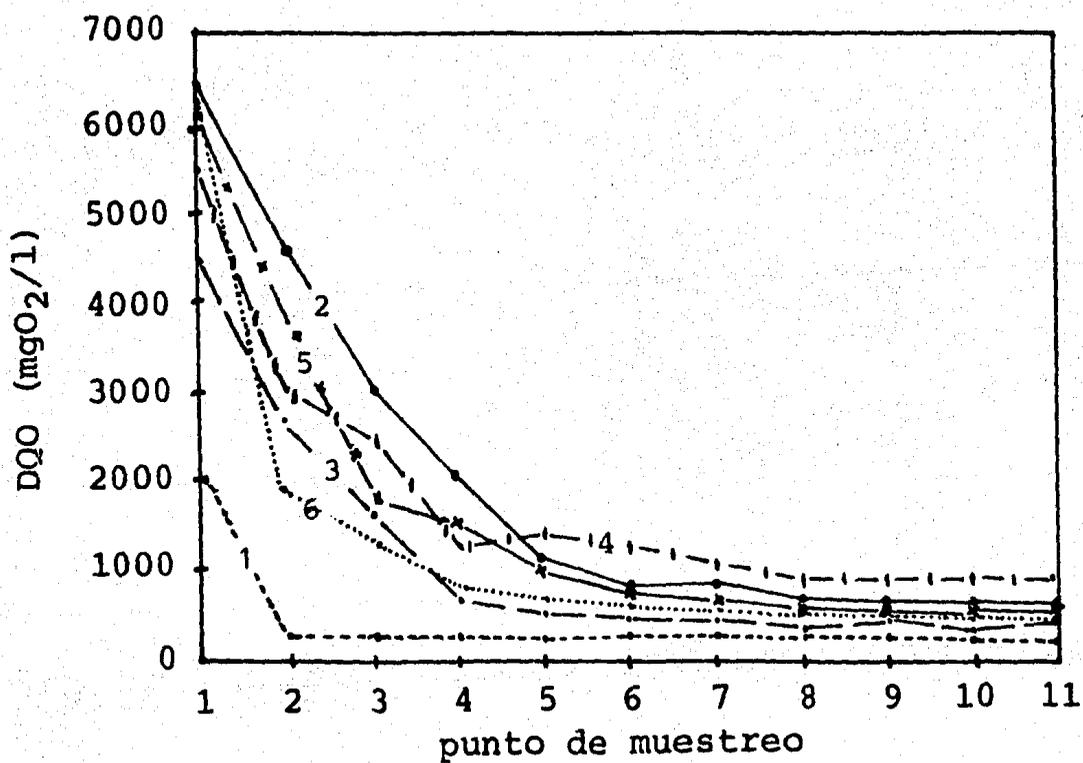


Figura 7.2 Comportamiento de la DQO a lo largo del reactor para las diferentes corridas

La Figura 7.3 muestra la relación entre la DBO_5 y la DQO determinadas para las mismas muestras obtenidas durante la 2a carga orgánica. La remoción de contaminantes en el reactor, medida como DBO_5 o DQO , alcanza el 90%. Las determinaciones de DBO_5 permiten afirmar que una parte del material orgánico presente en el influente del sistema contiene material biodegradable bajo condiciones aerobias. Además el hecho de que el valor de la DBO_5 en el punto de muestreo 2 sea mayor que en el nejayote significa que los procesos biológicos en las primeras etapas del sistema son procesos de transformación primordialmente. Dichos procesos hacen que algunas sustancias sean más fácilmente biodegradables de forma aerobia después de un proceso anaerobio; tal es el caso de los ácidos orgánicos volátiles.

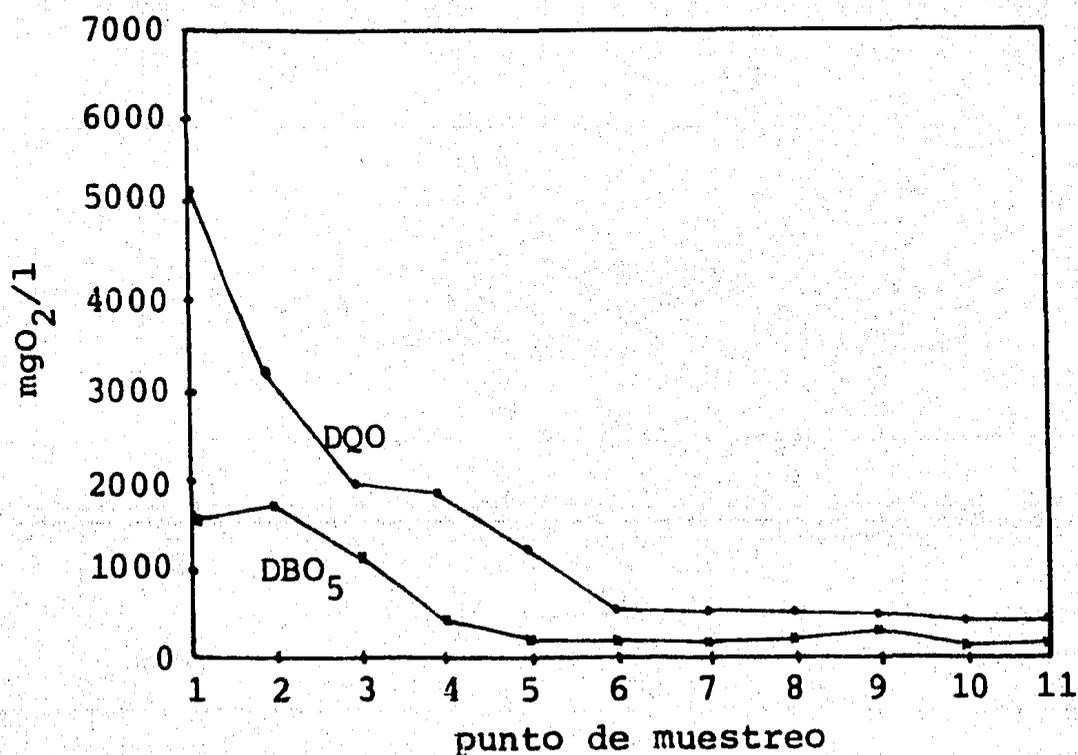


Figura 7.3 DBO_5 y DQO durante la segunda corrida (segunda carga orgánica)

7.2.2 Productos metabólicos

Los productos metabólicos considerados fueron metano y anhídrido carbónico como productos finales de la metanogénesis y ácido acético, propiónico, butírico y valérico como productos finales de la acidogénesis.

7.2.2.1 Productos de la metanogénesis

La Figura 7.4 muestra el cromatograma de una mezcla de gases de composición conocida y la Figura 7.5 un cromatograma de la mezcla de gases procedentes del reactor.

En todos los casos de análisis de gases pudo observarse la ausencia de hidrógeno y de monóxido de carbono. En algunos casos se identificaron trazas de oxígeno y nitrógeno, los cuales se encontraban presentes debido a fallas en el muestreo. Dichas trazas no fueron tomadas en cuenta, ya que siempre constituyeron menos del 1.0% del total de los gases colectados.

Los gases producidos fueron colectados en cada uno de los cinco reactores y como producción total del sistema. Los valores correspondientes se encuentran reportados en la Tabla A-8 del anexo.

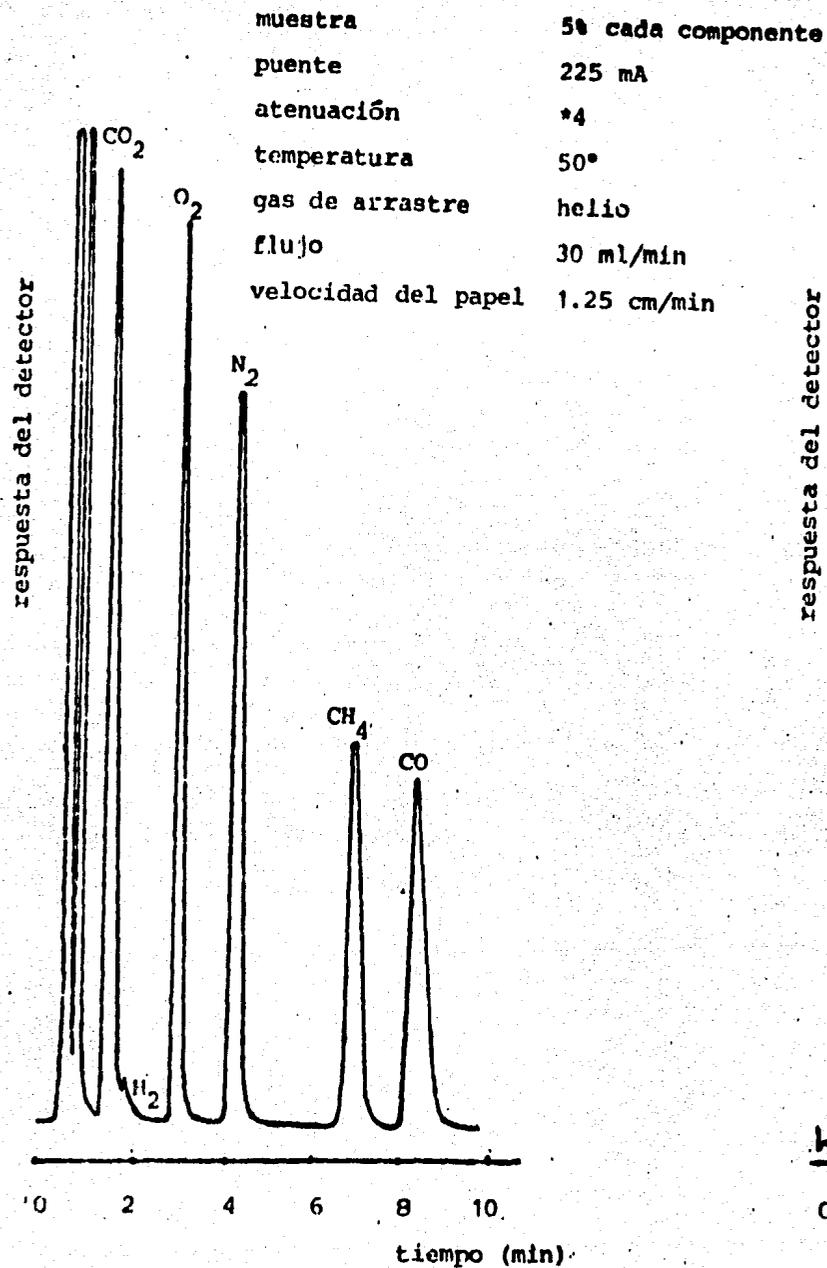


Figura 7.4 Cromatograma de una mezcla de gases de composición conocida

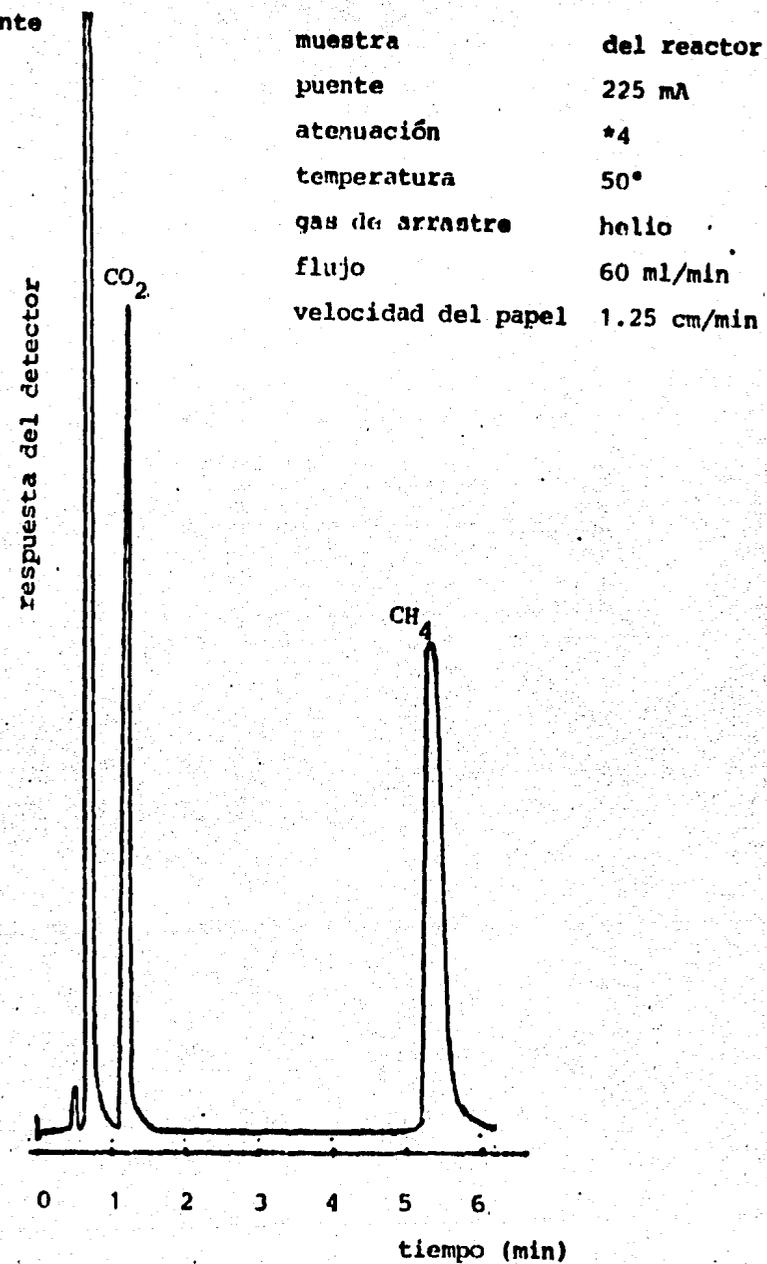


Figura 7.5 Cromatograma de una mezcla de gases procedentes del reactor

A partir de las mediciones del volumen total de gas producido en cada una de las corridas y de los valores de DQO consumida en todo el sistema se construyó la gráfica presentada en la Figura 7.6. Dichos valores se encuentran en la Tabla 7.2.

TABLA 7.2 VALORES EXPERIMENTALES DE CARGA ORGANICA, VOLUMEN DE GAS PRODUCIDO, DQO CONSUMIDA Y PRODUCCION ESPECIFICA DE GASES

Corrida	Carga orgánica (gDQO/l·d)	Volumen de gas producido (l/d)	DQO consumida (g DQO/d)	Producción específica de gas (l prod/g DQO cms)
1	0.212	1.46	2.257	0.65
2	1.300	9.11	13.574	0.67
3	1.364	13.29	14.266	0.93
4	1.662	13.62	15.851	0.86
5	1.317	11.14	13.625	0.82
6	0.840	5.40	8.730	0.62

De la pendiente de la recta obtenida en la figura 7.6 se desprende que la producción específica de gases en el sistema al ser operado bajo diferentes condiciones se puede generalizar para dar 0.91 litros de gas producidos por cada gramo de DQO consumida. La producción específica de gases es independiente de las condiciones de operación, siempre y cuando el tiempo de retención hidráulica en el reactor sea suficiente para

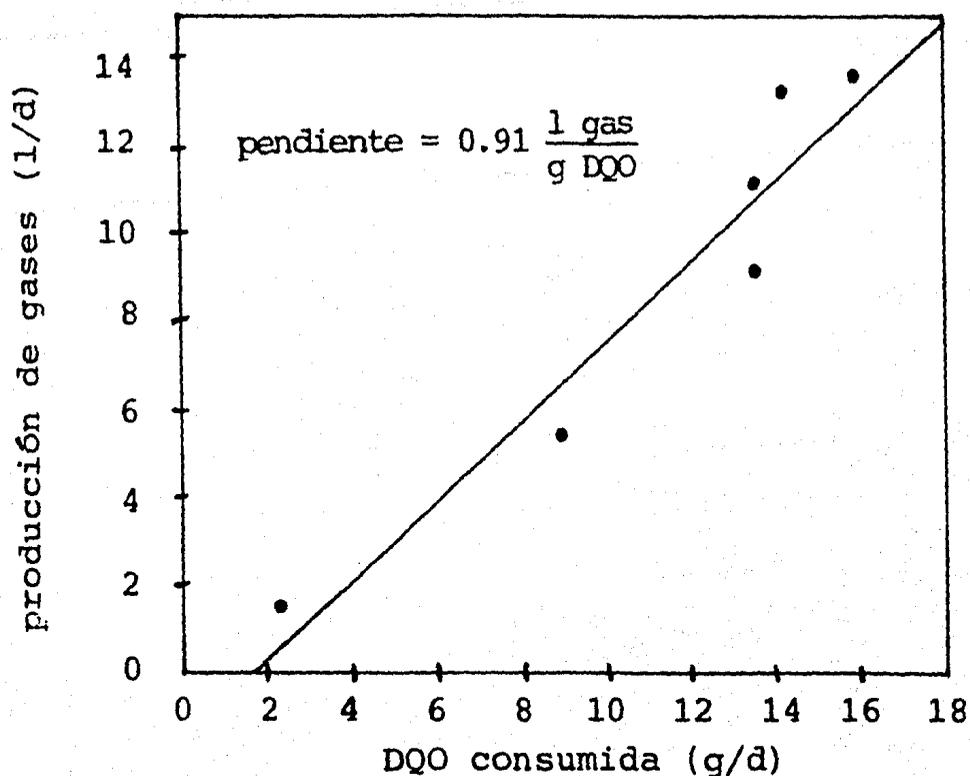


Figura 7.6 Relación entre la DQO consumida en todo el sistema y la producción de gases (cada punto representa una carga orgánica)

lograr una transformación máxima del material orgánico contenido en el nejayote (comparar la figura 7.2).

La Figura 7.7 muestra la relación existente entre la carga orgánica y la producción específica de gases. Puede observarse que al aumentar la carga orgánica aumenta la producción específica de gases. Con los resultados obtenidos en este estudio no es posible llegar a una explicación de dicho fenómeno. Sin embargo, el conocimiento de los procesos bioquímicos indica que al aumentar la carga orgánica disminuye el valor del pH en las primeras etapas del sistema, lo cual favorece el metabolismo de las bacterias acidogénicas y aumenta la produc-

ción específica de ácidos orgánicos volátiles (g ácidos/g DQO consumida). Al ser ligeramente mayor la producción de ácidos orgánicos bajo cargas orgánicas altas, la transformación de dichos ácidos en gases deberá aumentar el rendimiento de la producción de gases.

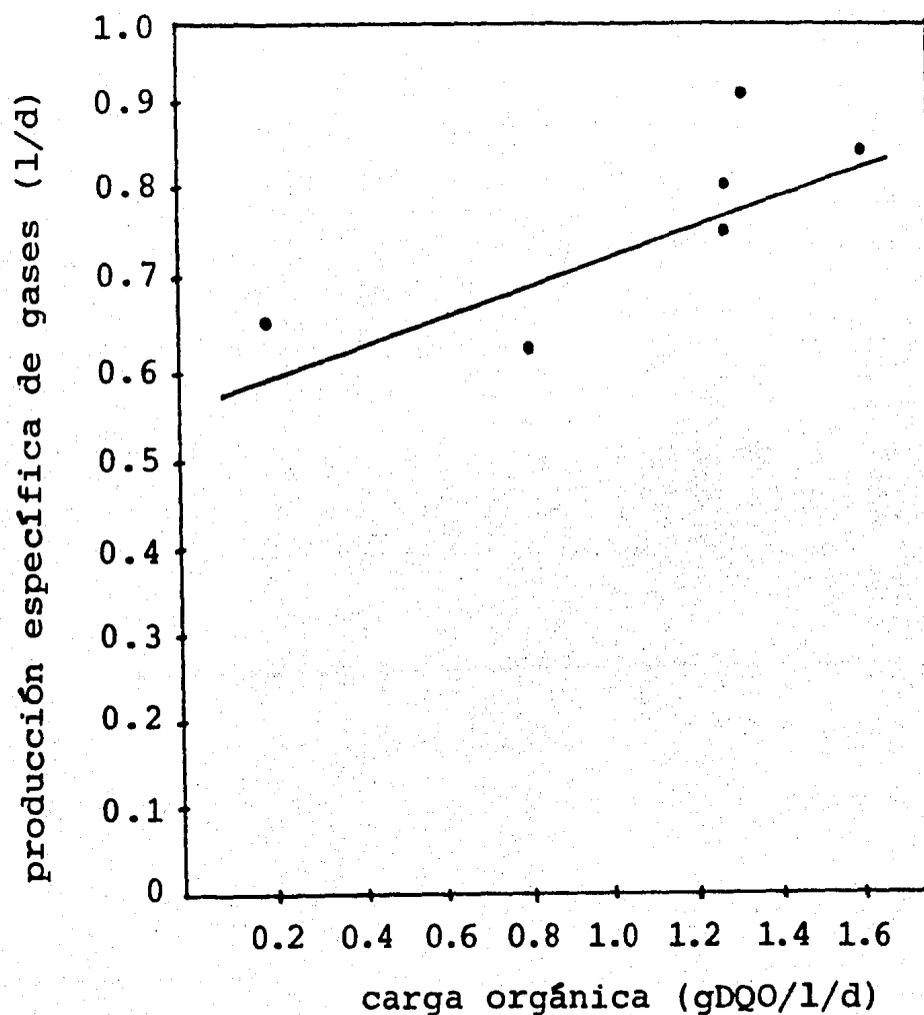


Figura 7.7 Relación entre la carga orgánica y la producción específica de gases

Por otro lado la Figura 7.8 indica que la composición de gases producidos no es afectada por las condiciones de operación del sistema. La composición promedio de los gases pro-

ducidos es de 60% CH_4 y 40% CO_2 , lo cual permite la combustión directa de los mismos.

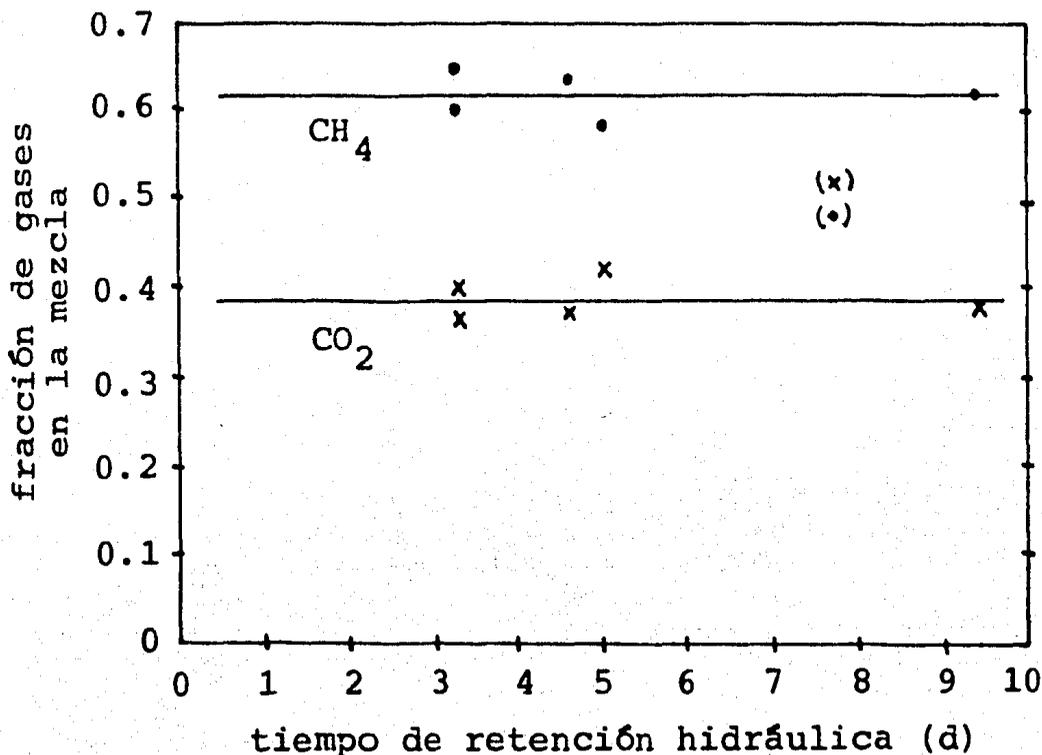


Figura 7.8 Contenido de CH_4 y CO_2 en la mezcla de gases en función del tiempo de retención hidráulica del sistema

El hecho de que no se encontrara hidrógeno en la mezcla de gases permite hacer la afirmación de que todo el hidrógeno producido durante las reacciones bioquímicas descritas en el capítulo 3 es utilizado como agente reductor del CO_2 para dar CH_4 . Se puede suponer que al existir una fuente adicional de hidrógeno en un sistema de digestión anaerobia es posible aumentar el porcentaje de metano originado por la reducción del CO_2 existente.

Al comparar la composición de los gases con los contenidos

de ácidos orgánicos a lo largo del reactor puede apreciarse una degradación secuencial de los ácidos orgánicos, degradándose preferentemente el ácido acético, después el propiónico y por último el butírico. Por otro lado el porcentaje de metano en la mezcla de gases aumenta a lo largo del reactor, con el tiempo de retención hidráulica (ver figura 7.9). Esto puede ser explicado analizando las reacciones bioquímicas descritas en el capítulo 3. En las primeras etapas la mayor parte de los gases proviene de la degradación de ácido acético, la cual produce una mezcla de gases 50% de CH_4 y 50% de CO_2 . Conforme se agota el ácido acético se degrada el ácido propiónico produciéndose mayor cantidad de CO_2 que de CH_4 , sucediendo lo mismo durante la degradación de ácido butírico. Se podría pensar que entonces la proporción de CO_2 será mayor que la de metano, lo cual no sucede, ya que una parte del bióxido de carbono será reducido para formar metano. Aparentemente la cantidad de CO_2 reducida a CH_4 no es mayor debido a la carencia de hidrógeno, el cual sirve como agente reductor. Esta suposición puede comprobarse al no aparecer hidrógeno en la mezcla gaseosa.

7.2.2.2 Productos de la acidogénesis

La Figura 7.10 es un cromatograma de la solución de calibración formada por una mezcla de ácidos orgánicos volátiles con una concentración de 10^{-3} M cada uno y el estándar interno.

La Figura 7.11 muestra un cromatograma de la mezcla de ácidos presentes en una de las muestras líquidas del reactor.

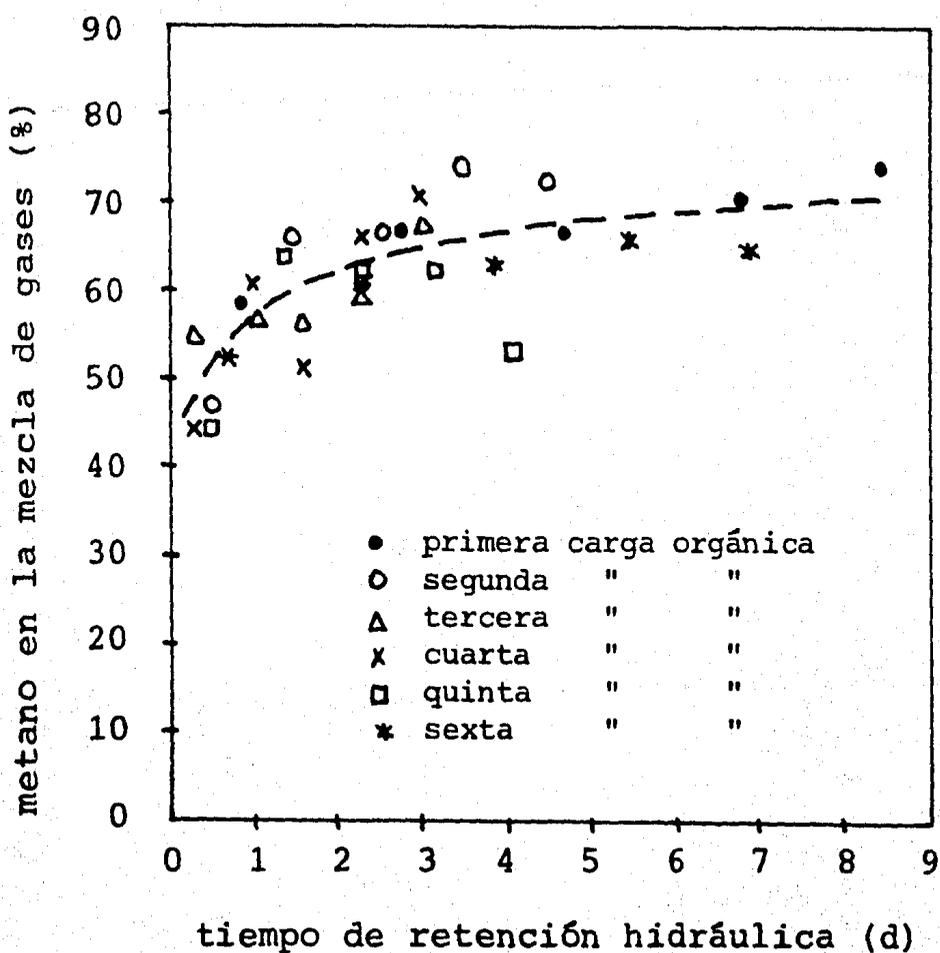


Figura 7.9 Contenido de metano en la mezcla de gases en cada uno de los reactores para las diferentes cargas orgánicas

Se determinó el contenido de ácidos orgánicos volátiles en la primera, segunda, tercera y cuarta cargas orgánicas (Tablas A-3, A-4 y A-5). En este informe no se reportan los contenidos de ácidos de la primera carga orgánica debido a que las concentraciones fueron inferiores a los límites de detección del método analítico. En la Figura 7.2 puede apreciarse que la degradación de contaminantes estaba prácticamente concluida antes de llegar al segundo punto de muestreo.

muestra	solución de calibración
atenuación	$16 \cdot 10^{-11}$
temperatura	a 60°C 2.5 min de 60°C a 140°C a 30°/min
gas de arrastre	nitrógeno
gasto	40ml/min
velocidad del papel	0.5 cm/min

- 2 ácido acético
- 3 ácido propiónico
- 4 ácido isobutírico
- 4' ácido butírico
- 5 ácido valérico

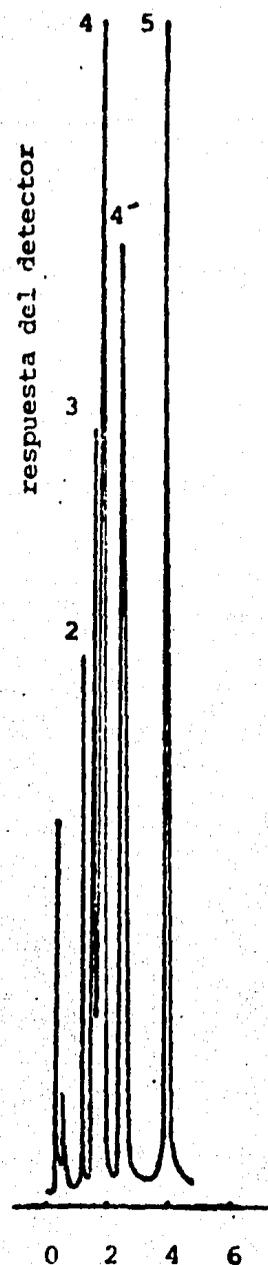


Figura 7.10 Cromatograma de la solución de calibración
(mezcla de ácidos 10^{-3} M + estándar interno)

En la Figura 7.12 puede observarse que el influente del reactor contenía ácido acético. Esto solo puede explicarse con la observación de que el valor del pH en el nejayote al cual no se le añadió $NaOH$ diluída bajaba hasta valores cercanos a

muestra	del reactor
atenuación	$8 \cdot 10^{-11}$
temperatura	a 60°C 2.5 min de 60°C a 140°C a $30^{\circ}/\text{min}$
gas de arrastre	nitrógeno
gasto	40 ml/min
velocidad del papel	0.5 cm/min

2	ácido acético
3	ácido propiónico
4	ácido isobutírico
4'	ácido butírico
5	ácido valérico

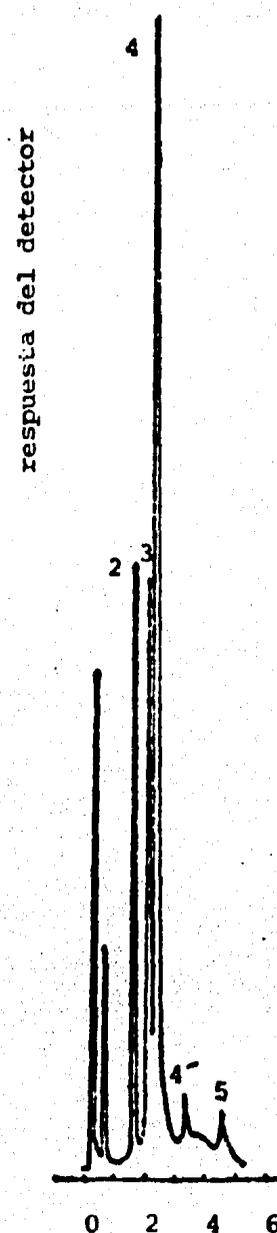


Figura 7.11 Cromatograma de una de las muestras del reactor más el estándar interno

6, a temperatura ambiente, en un período de 2 días. Al ser el nejayote fresco una solución acuosa alcalina se puede suponer que el CO_2 del aire será absorbido haciendo que el pH baje lo suficiente para permitir la colonización y reproducción de bacterias. De esta forma, los procesos bioquímicos

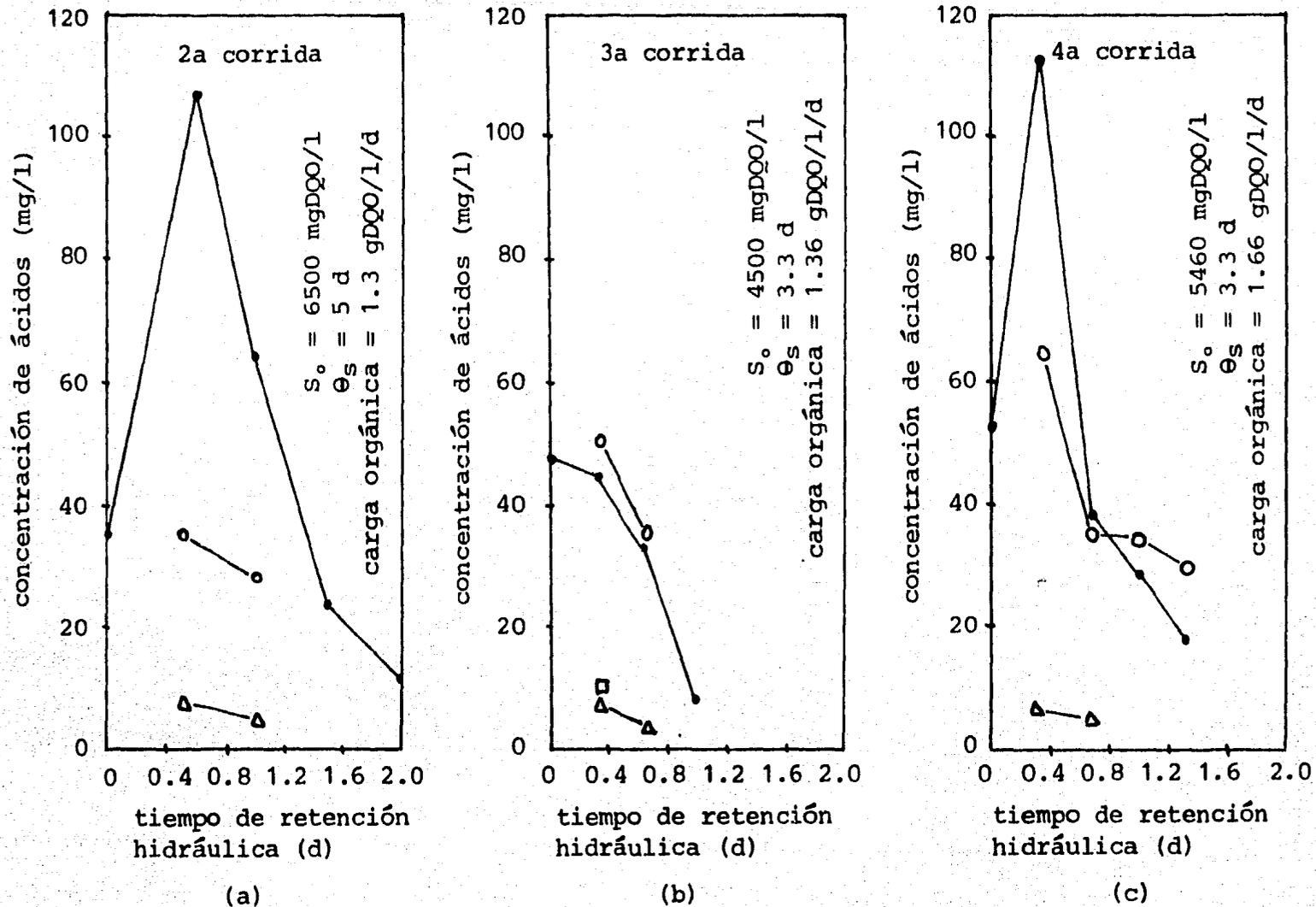
anaerobios comenzarán antes de que el nejayote sea introducido al reactor anaerobio.

La Figura 7.12 muestra la variación de las concentraciones de ácidos orgánicos con respecto al tiempo de retención hidráulica. Se puede observar que en las primeras etapas del reactor la producción de ácidos orgánicos es mayor que el consumo (aumento de la concentración). En etapas posteriores son consumidos los ácidos hasta su consumo total.

El consumo de ácido acético se lleva a cabo con mayor rapidez que los ácidos propiónico y butírico. Kuntz et al. (1983) y El-Shafie et al. (1973) afirman que la presencia de ácido propiónico inhibe la degradación de ácido acético por la flora metanogénica y que dicha degradación se lleva a cabo con mayor rapidez en ausencia de ácido propiónico. También demostraron que la degradación de ácidos con cadenas que contienen un número par de átomos de carbono se efectúa con mayor rapidez que la de ácidos con cadenas con números de carbono impar o ramificado.

Con los resultados obtenidos no es posible saber si los ácidos butírico y valérico son producidos en grandes cantidades o si son consumidos rápidamente.

No se pueden efectuar más observaciones con respecto al proceso



ácido orgánico	límite de detección
● acético	7 ppm
○ propiónico	17 ppm
△ butírico	3 ppm
□ valérico	4 ppm

Figura 7.12 Contenido de ácidos orgánicos volátiles en el sistema para tres corridas

so de degradación del ácido propiónico debido a que el límite de detección de este ácido es el más alto de los analizados. Este fenómeno se debe a que el pico del estándar interno interfiere y cubre en parte el pico del ácido propiónico (ver figura 7.10).

7.3 Características de la película biológica

El sistema estudiado se mantuvo en operación durante 18 meses. Los primeros 6 meses fue operado con cargas orgánicas bajas (0.2 g DQO/l/d) para permitir la formación de la película sobre los anillos Pall. Después del tiempo de adaptación el líquido del sistema fue extraído de tal forma que fuera posible cuantificar el volumen de los sedimentos dentro de los reactores.

La cantidad de sedimentos fue cuantificada cada 6 meses. Después de los primeros 6 meses de adaptación se pudo extraer una cantidad de aproximadamente 150 ml de sedimentos solamente del primer reactor; los otros 4 reactores no contenían sedimentos en cantidades significativas.

Los sedimentos acumulados durante el segundo período de 6 meses fueron extraídos del sistema sin ser cuantificados. Esta operación se llevó a cabo con objeto de limpiar el sistema.

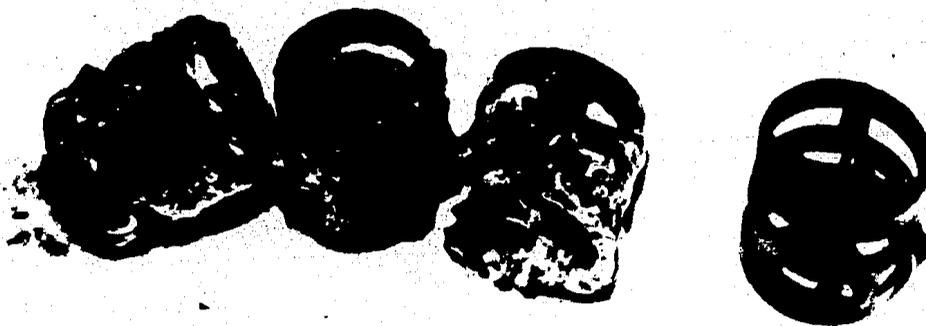
Las cantidades de sedimentos acumulados durante el tercer y último período de 6 meses fueron constituidas por un volumen en el fondo del primer reactor de aproximadamente 900 ml y en el segundo reactor de aproximadamente 100 ml.

En todos los casos los sedimentos estaban constituidos por flóculos no adheridos entre ellos que permitieron una fácil extracción. No se observó en ningún caso obstrucción del material de empaque.

Las Figuras 7.13, 7.14, 7.15, 7.16, 7.17 y 7.18 son fotografías del material de empaque en diferentes partes del sistema después de 18 meses de operación.

Se puede observar que la mayor densidad de microorganismos se encuentra en la parte superior del primer reactor, disminuyendo el espesor de la película a lo largo del sistema hasta hacerse casi imperceptible la película en las últimas etapas del sistema.

En el primer reactor la película era una aglomeración de microorganismos con coloración amarillo ocre, la cual cambiaba a gris en los restantes 4 reactores. El color gris se atribuye a la reducción de sulfatos a sulfuros con la consecuente formación de sulfuros de fierro.



1

Figura 7.13 Apariencia de los anillos Pall procedentes de la parte inferior del primer reactor después de un año de operación



Figura 7.14 Apariencia de los anillos Pall procedentes de la parte superior del primer reactor después de un año de operación



2

Figura 7.15 Apariencia de los anillos Pall procedentes de la parte media del segundo reactor después de un año de operación

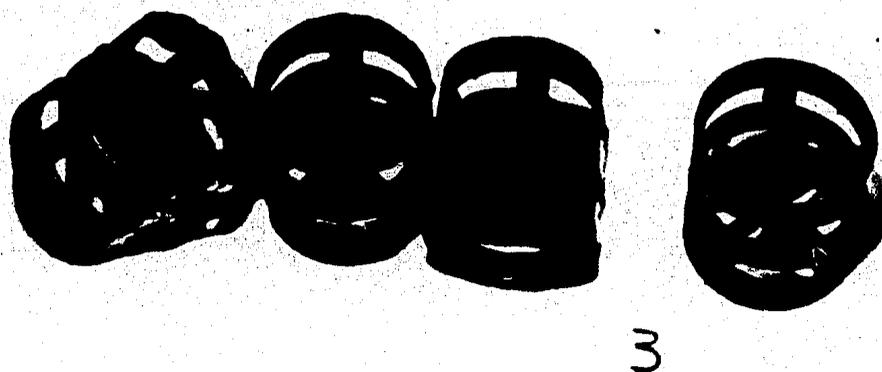


Figura 7.16 Apariencia de los anillos Pall procedentes de la parte inferior del tercer reactor después de un año de operación

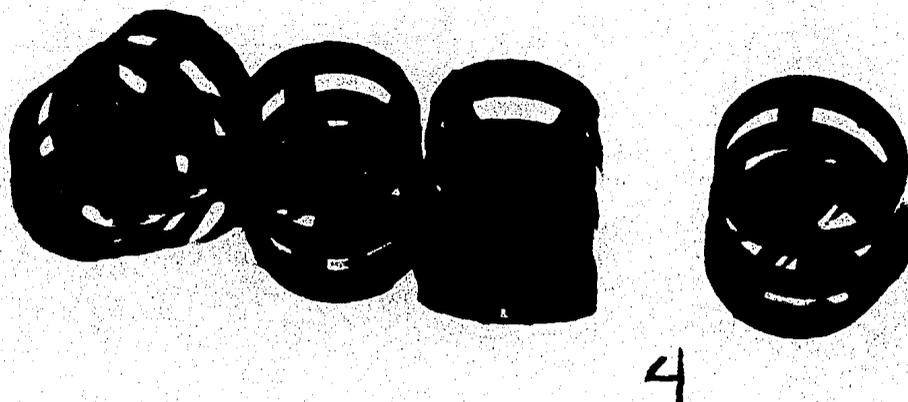


Figura 7.17 Apariencia de los anillos Pall procedentes de la parte inferior del cuarto reactor después de un año de operación

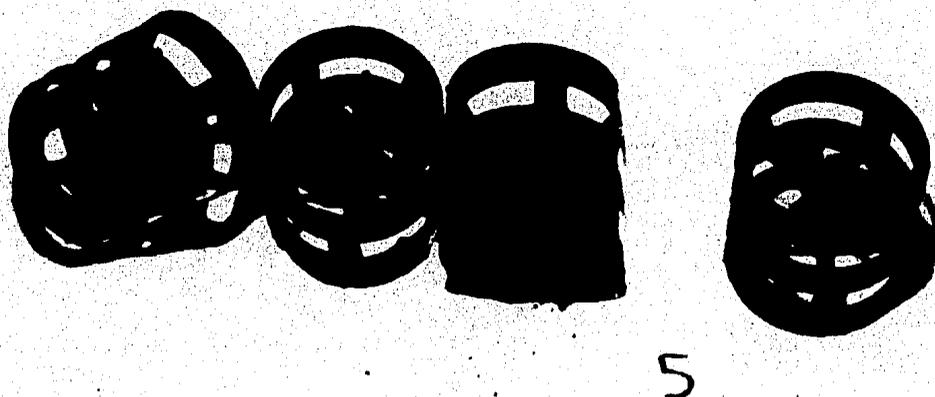


Figura 7.18 Apariencia de los anillos Pall procedentes de la parte superior del quinto reactor después de un año de operación

Estas observaciones permiten afirmar que la producción de biomasa en el sistema estudiado es despreciable si se compara con la cantidad de nejayote tratado en él. También se puede afirmar que casi la totalidad del material orgánico degradado en el sistema es transformado en gases.

8. EJEMPLO DE DISEÑO

A continuación se presenta un ejemplo de diseño utilizando el modelo propuesto por Young y Dahab (1982) y reportado en el capítulo 4 de este trabajo.

A partir de los datos experimentales obtenidos en el reactor anaerobio (Tablas A-2 hasta A-8), se determina el coeficiente de proporcionalidad θ_T utilizando la ecuación 4.1

$$E = 100 \left(1 - \frac{\theta_T}{T} \right) \quad (4.1)$$

Para determinar θ_T se grafica $E/100$ contra $1/T$; la pendiente de la recta obtenida es θ_T . Los datos utilizados se encuentran en la Tabla 8.1 y la gráfica correspondiente en la Figura 8.1.

TABLA 8.1 EFICIENCIAS Y TIEMPOS DE RETENCION HIDRAULICA PARA LAS DIFERENTES CORRIDAS

Corrida	Eficiencia (%/100)	Tiempo de retención hidráulica (d)	1/T (d ⁻¹)
1	0.91	9.4	0.11
2	0.91	5.0	0.20
3	0.91	3.3	0.30
4	0.83	3.3	0.30
5	0.90	4.6	0.22
6	0.90	7.7	0.13

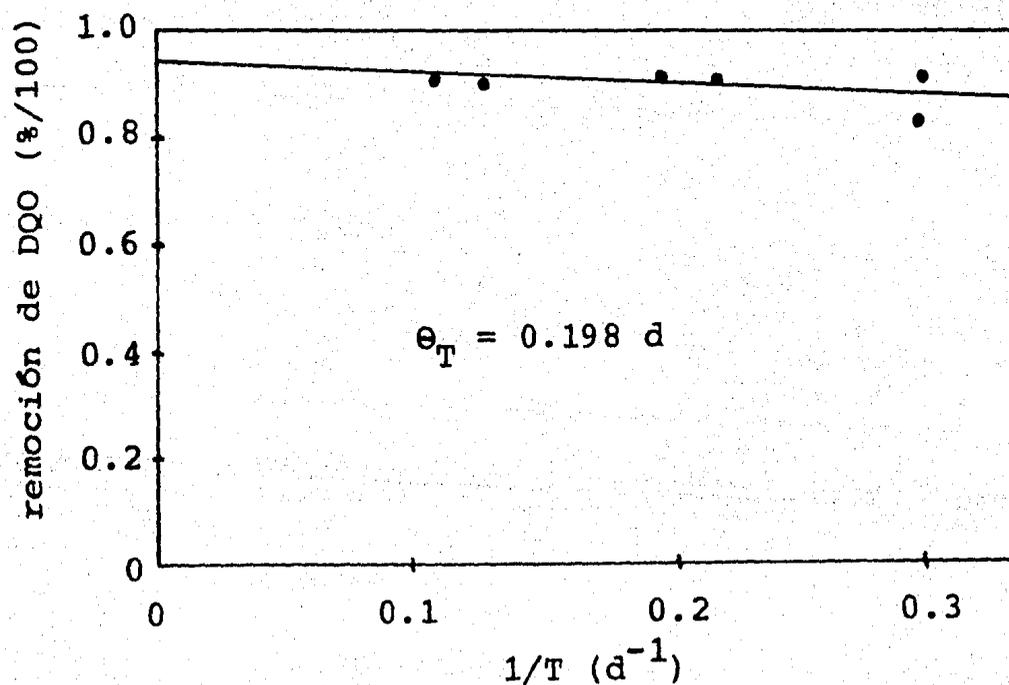


Figura 8.1 Gráfica para determinar el coeficiente de proporcionalidad θ_T

El coeficiente del reactor, θ , se obtiene utilizando la ecuación 4.2

$$E = 1 - \frac{Q\theta}{\alpha A} \quad (4.2)$$

Se grafica E contra $Q/\alpha A$ y la pendiente de la recta resultante es θ . Los valores utilizados se reportan en la Tabla 8.2 y la gráfica correspondiente en la Figura 8.2.

TABLA 8.2 DATOS UTILIZADOS PARA DETERMINAR EL COEFICIENTE DEL REACTOR θ . $A = 64 \text{ cm}^2$ Y $\alpha = 0.94$ (Porosidad para anillos Pall de 3.7 cm).

Corrida	E (%/100)	Q (cm^3/d)	Q/ αA (cm/d)
1	0.91	1223	20.97
2	0.91	2300	39.46
3	0.91	3484	59.81
4	0.83	3500	60.12
5	0.90	2500	41.97
6	0.90	1500	25.72

Con los valores de los parámetros cinéticos θ_T y θ se puede proceder al diseño de un reactor anaerobio empacado utilizando datos de diseño, tales como el gasto, porcentaje de remoción, concentración inicial como DQ_0 y porosidad del medio.

de empaque.

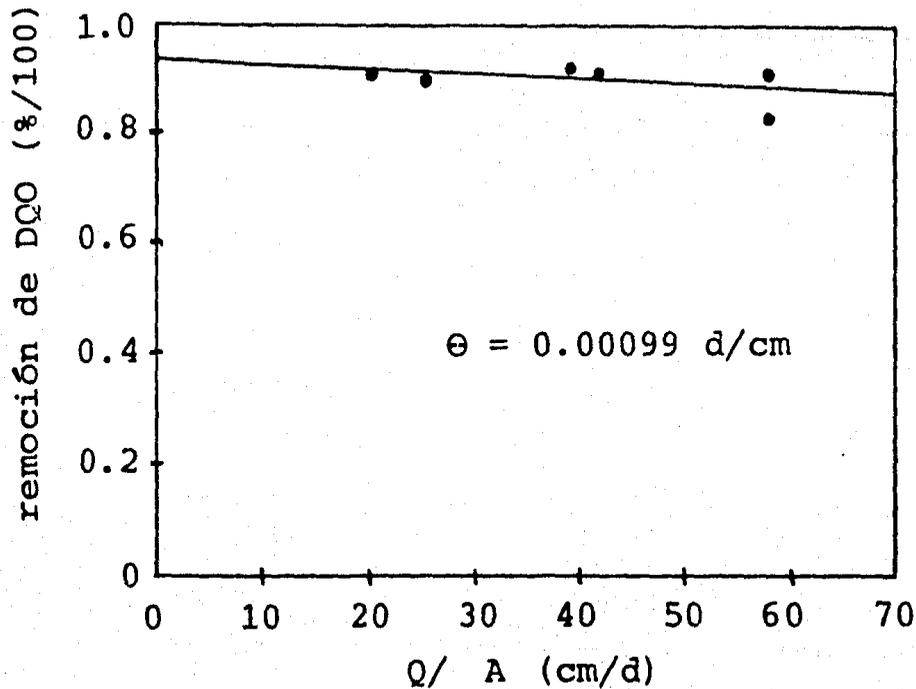


Figura 8.2 Gráfica para determinar el coeficiente del reactor θ

Tomando como ejemplo una fábrica de harina de maíz nixtamalizado que procesa 200 toneladas de maíz al día y produce 326 m^3 de nejayote al día con una concentración de DQO soluble de 6,150 mgO_2/l , los datos de diseño son

$$Q = 326 \text{ m}^3/\text{d}$$

$$S_0 = 6150 \text{ mg DQO/l}$$

$$\text{Remoción de DQO deseada} = 90\%$$

$$\theta_T = 0.198 \text{ d}$$

$$\theta = 0.00099 \text{ d/cm}$$

Empaque del reactor: anillos Pall de 9 cm

De acuerdo con la ecuación

$$\theta_T = H \theta$$

se determina la altura del reactor

$$H = \frac{\theta_T}{\theta} = \frac{0.198 (d)}{0.00099 (d/cm)} = 200 \text{ cm}$$

El área seccional del reactor se determina a partir de la ecuación 4.4

$$S_e = \frac{\theta Q S_0}{\alpha A} \quad (4.4)$$

despejando

$$A = \frac{\theta Q}{\alpha (S_e/S_0)} = \frac{(0.00099) (d/cm) (326 \times 10^6 \text{ cm}^3/d)}{0.94 (0.1)}$$

$$A = 3.43 \times 10^6 \text{ cm}^2 = 343 \text{ m}^2$$

Este valor corresponde a un cilindro con un diámetro de 21 m.

El tiempo de retención hidráulica se calcula con

$$T = \frac{\alpha AH}{Q} = \frac{(0.94) (343) (m^2) (2) (m)}{(326) (m^3/d)}$$

$$T = 1.98 \text{ días}$$

Si la cantidad de DQO consumida en un día es de 1804 Kg, la producción de gases se obtiene al multiplicar este valor por el coeficiente de producción específica de gases (0.91 l/gDQO consumida) (ver figura 7.6).

$$\text{Gases producidos} = 1642 \text{ m}^3/\text{d}$$

Al ser combustibles los gases producidos, este proceso puede ser atractivo desde el punto de vista económico al permitir la recuperación parcial de energía.

9. CONCLUSIONES

Las siguientes conclusiones son producto del estudio presentado en este trabajo.

- 1) A pesar de un bajo contenido en nitrógeno y fósforo, el nejayote permite su eficiente tratamiento en reactores anaerobios empacados, lográndose eficiencias de remoción del 91%, medida como *DQO*
- 2) La alta alcalinidad del nejayote no es suficiente para neutralizar los ácidos orgánicos volátiles producidos en las primeras etapas del sistema. Es necesario aumentar la alcalinidad de forma artificial antes de su introducción al reactor
- 3) El nejayote contiene material orgánico soluble que no es

susceptible de ser degradado en un reactor anaerobio em-
pacado (aproximadamente el 9%). Según Illecas (1943) di-
chas sustancias pueden ser celulosas y hemicelulosas

- 4) La determinación de la eficiencia de remoción y del com-
portamiento del sistema pueden efectuarse por medio de
DQO o de DBO_5 . El comportamiento de los dos parámetros
es similar a lo largo del reactor
- 5) La DBO_5 del efluente del sistema estudiado indica que
una parte del material soluble que abandona el reactor
es susceptible de ser tratada en sistemas aerobios, lo
cual mejoraría la calidad del nejayote tratado
- 6) Casi la totalidad de la materia orgánica degradada den-
tro del reactor es transformada en CH_4 y CO_2 . Esto se
comprueba al observar una acumulación de biomasa dentro
del reactor casi despreciable, aunado a un contenido de
sólidos suspendidos en el efluente muy difícil de deter-
minar por su baja concentración (medidos como la diferen-
cia entre DQO total y DQO soluble)
- 7) La composición de la mezcla de gases producidos es cons-
tante e independiente de las condiciones de operación
del sistema. Requisito indispensable es que el tiempo
de retención hidráulica sea suficiente para alcanzar el

90% de remoción de DQO

- 8) Las rapideces de producción y consumo de ácidos orgánicos volátiles son mayores para el ácido acético, después para el ácido propiónico y, por último, butírico. Solamente en una ocasión pudo detectarse ácido valérico y en muy bajas concentraciones
- 9) Todos los ácidos orgánicos producidos son transformados en CH_4 y CO_2 . Esto se comprueba al no encontrarse ácidos orgánicos volátiles en el efluente del sistema
- 10) La cantidad de biomasa producida puede considerarse despreciable comparada con la cantidad de material orgánico degradado
- 11) El modelo de diseño de Young y Dahab (1982) proporciona resultados que concuerdan con las características del reactor estudiado. Se recomienda su utilización para el diseño de unidades a nivel industrial partiendo de datos de laboratorio
- 12) La baja y casi despreciable producción de biomasa y la producción de gases combustibles permiten proponer al reactor anaerobio empacado como un sistema atractivo tanto desde el punto de vista económico como de la senci-

llez en su operación para el tratamiento del nejayote.

BIBLIOGRAFIA

1. American Public Health Association
"Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater", 15 th Edition, American Public Health Association, Washington D.C. 1981.
2. Benefield, L.D. and Randall, C.W.
"Biological Process Design for Wastewater Treatment"
Prentice-Hall, Englewood Cliffs, N.J. 1980
3. Crowther, R.F.; Harkness, N.
"Ecological Aspects of Used Water Treatment"
Academic Press, London, Volumen 1, 1975.
4. Dahab, M.F.; Young, J.C.
"Retention and Distribution of Biological Solids in Fixed-Bed Anaerobic Filters"
First International Conference on Fixed-Film Biological Processes, Kings Island, Ohio, April 20-23, 1982.
5. Day, R.A.; Underwood, A.L.
"Quantitative Analysis"
Englewood Cliffs, N.J. Prentice Hall, 1974.
6. Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung
Verlag Chemie, Weinheim, Deerfield, Florida, Basel, 1982.
7. El-Shafie, A.T.; Bloodgood, E.
"Anaerobic Treatment in a Multiple up flow filter System"
Journal WPCF 45 (1973) 2345-2357.

8. Ewing, G.W.
"Instrumental Methods of Chemical Analysis"
Mc Graw-Hill, Tokio, 1975.
9. Gaudy, A.; Gaudy, E.
"Microbiology for Environmental Scientists and Engineers"
Mc Graw Hill, Auckland, 1981.
10. Illescas, R.
"La teoría química de la Formación del Nixtamal"
Revista de la Sociedad Mexicana de Historia Natural,
4,34 (1943), 129-134.
11. Katz, S.H.; Hediger, M.L.; Valleroy, L.A.
"Traditional Maize Processing Technique in the New World"
Science 184 (1974) 765-773.
12. Kunst, S.; Mudrack, K.
"Untersuchungen zum anaeroben Abbau von Stärke unter
besonderer Berücksichtigung einer Optimierung der Hydro-
lyse und Versäuerungsstufe"
gwf-wasser/abwasser 124 (1983) 77-86.
13. Lettinga, G.; Zeeun, W.J. de; Hulshoff Pol, L.H.; Hubma,
S.W., Grin, P.C.; Wiegant, W.M., Van Velsen, A.F.M.; Kos-
ter, I.W.
"Anaerobic Wastewater Treatment Using de UASB Treatment
Process".
Simposio Avances en Digestion Anaerobia
Iztapalapa, D.F. México 25-27 octubre, 1982.
14. Mc Nair, H.M.
"Cromatografía de Gases"
Secretaría General de la Organización de los Estados Ame-
ricanos

Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico
Washington, D.C. 1981.

15. Peters, G.; Hayes, M.; Hiefje, M.
"Chemical Separations and Measurements Theory and Practice of Analytical Chemistry"
W.B. Saunders, Philadelphia, 1974.
16. Ramalho, R.S.
"Introduction to Wastewater Treatment"
Academic Press, New York, San Francisco, London, 1977.
17. Sanzin, W.D.
"Biochemische Reaktions-Mechanismen bei der anaeroben Schiammfaulung"
Wasser und Abwasser-Forschung, 6(1968) 246-50.
18. Sawyer, C.N.; Mc Carty, P.L.
"Chemistry for Environmental Engineering"
Mc Graw-Hill Kogakusha, Ltd., Tokyo, 1978.
19. Schlegel, H.G.
"Allgemeine Mikrobiologie"
Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1976.
20. Teerien, D.F.; Hatting, H.J.
"The Microbiology of Anaerobic Digestion"
Water Research, Pergamon Press, 3 (1968) 385-416.
21. Trejo-González, A.; Feria Morales, A.; Wild Altamirano, C.
"The Role of Lime in the Alkaline Treatment of Corn for the Tortilla Preparation"
Advances in Chemistry Series, 189 (1982) 242-263.

22. Wood, A.H.; Lindsay, R.C.
"Device for Saturating Gas Chromatographic Carrier Gas with Formic Acid for Free Fatty Acid and Barbiturate Analyses"
Journal of Chromatographic Science 18 (1980) 273-274.

23. Young, J.C.; Mc Carty, P.L.
"The anaerobic Filter for Waste Treatment"
Journal WPCF, 41 (1969) 5, R160-R173.

24. Young, J.C.; Dahab, M.F.
"Operational Characteristics of anaerobic Packed-Bed Reactors"
4th. Symposium on Biotechnology in Energy Production Conservation, Gatlinburg, Tennessee, mayo 11-14, 1982.

A N E X O

TABLA A.1. RESULTADOS DE LA CARACTERIZACION DEL NEJAYOTE PROVENIENTE DE DOS INDUSTRIAS

		pH	Conductividad (µmhos/cm)	Sólidos (mg/l)	Alcalinidad (mg CaCO ₃ /l)	Color (λ)	Turbiedad (UNT)	DBO ₅ (mg O ₂ /l)	DOO (mg O ₂ /l)	Nitrógeno-Kjeldahl (mg N/l)	NH ₄ ⁺ - N (mg N/l)	NO ₃ ⁻ - N (mg N/l)	Fósforo (mg P/l)	Calcio (mg Ca/l)	Sulfatos (mg SO ₄ ⁻ /l)
Gran Industria	Total	11.6	5100	13,310	3,260	570	380	6,190	13,650	118	-	-	27	301	-
	Soluble	11.6	5000	11,295	2,600	572	42	6,000	10,020	98	4	22	24	291	2401
	Suspendido	-	-	2,015	660	-	-	190	3,630	20	-	-	3	10	-
	Total	11.6	2100	3,100	900	560	240	940	3,960	42	-	-	7	290	-
	Soluble	11.6	2100	2,540	700	570	30	750	2,290	35	2	13	2	240	1886
	Suspendido	-	-	470	200	-	-	190	1,670	7	-	-	5	50	-
Pequeña Industria	Total	11.5	4050	19,490	2,720	569	260	7,875	21,280	291	-	-	178	320	-
	Soluble	11.5	4000	17,680	2,540	573	84	6,750	18,560	274	5	-	65	300	1199
	Suspendido	-	-	1,810	180	-	-	1,125	2,720	17	-	-	113	20	-

TABLA A.2. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES CORRESPONDIENTES A LA PRIMERA CARGA ORGANICA CON UN GASTO DE 1223 ml/d.

Reactor No.	Punto de muestreo	Volumen (l)	Tiempo de retención (d)	Superficie expuesta (m ²)	Carga Orgánica volumétrica (mgDQO/l d)	pH	DQO (mgO ₂ /l)	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /l)
	1	0	0	0		8.3	2057	353
1	2	1.15	0.94	0.288	2120	6.5	320	496
	3	2.30	1.88	0.456	1980	6.7	312	496
2	4	3.48	2.82	0.684	1696	6.8	280	476
	5	4.60	3.76	0.912	1884	6.8	248	496
3	6	5.75	4.70	1.140	1272	6.8	272	496
	7	6.90	5.64	1.368	1060	6.9	248	504
4	8	8.05	6.58	1.596	848	6.8	248	504
	9	9.20	7.52	1.824	636	6.9	240	516
5	10	10.35	8.46	2.052	424	6.9	216	536
	11	11.50	9.40	2.280	212	6.9	176	500

TABLA A.3. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES CORRESPONDIENTES A LA SEGUNDA CARGA ORGANICA CON UN GASTO DE 2300 ml/d.

Reactor No.	Punto de muestreo	Volumen (l)	Tiempo de retención (d)	Superficie expuesta (m ²)	Carga Orgánica volumétrica (mgDQO/l.d)	pH	DQO mgO ₂ /l	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /l)	Acético (mg/l)	Propiónico (mg/l)	Butírico (mg/l)	Valérico (mg/l)
	1	0	0	0	-	11	6500	1100	34	-	-	-
1	2	1.15	0.5	0.228	13000	5.2	4600	400	107	35	7	<4
	3	2.30	1.0	0.456	11700	5.9	3140	800	64	28	4	
2	4	3.45	1.5	0.684	10400	6.1	1960	1240	24	47	<3	
	5	4.60	2.0	0.912	9100	6.5	1080	1580	11			
3	6	5.75	2.5	1.140	7800	6.4	840	1640	<7			
	7	6.90	3.0	1.368	6500	6.6	720	1600				
4	8	8.05	3.5	1.596	5200	6.4	640	1640				
	9	9.20	4.0	1.824	3900	6.6	600	1620				
5	10	10.35	4.5	2.052	2600	6.6	600	1640				
	11	11.50	5.0	2.280	1300	6.8	600	1500				

TABLA A.4. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES CORRESPONDIENTES A LA TERCERA CARGA ORGANICA CON UN GASTO DE 3884 ml/d.

Reactor No.	Punto de muestreo	Volumen (l)	Tiempo de retención (d)	Superficie expuesta (m ²)	Carga Orgánica volumétrica (mgDQO/l.d)	pH	DQO (mgO ₂ /l)	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /l)	Acético (mg/l)	Propiónico (mg/l)	Butírico (mg/l)	Valérico (mg/l)
	1	0	0	0	-	11.9	4500	900	48	-	-	-
1	2	1.15	0.33	0.228	13636	6.7	2737	1000	45	50	7	10
	3	2.30	0.66	0.456	12272	6.7	1610	1075	33	34	3	<4
2	4	3.45	0.99	0.684	10909	6.9	678	1150	8	<17	<3	
	5	4.60	1.32	0.912	9545	7.0	508	1200	<7			
3	6	5.75	1.65	1.140	8182	7.0	466	1225				
	7	6.90	1.98	1.386	6818	7.1	466	1250				
4	8	8.05	2.31	1.596	6455	7.0	381	1225				
	9	9.20	2.64	1.824	4091	7.2	508	1225				
5	10	10.35	2.97	2.052	2727	7.3	339	1225				
	11	11.50	3.30	2.280	1364	7.0	424	1225				

TABLA A.5. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES CORRESPONDIENTES A LA CUARTA CARGA ORGANICA CON UN GASTO DE 3500 ml/d.

Reactor No.	Punto de muestreo	Volumen (l)	Tiempo de retención (d)	Superficie expuesta (m ²)	Carga Orgánica volumétrica (mgDQO/l.d)	pH	DQO (mgO ₂ /l)	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /l)	Acético (mg/l)	Propiónico (mg/l)	Butírico (mg/l)	Valérico (mg/l)
	1	0	0	0	-	11.6	5460	925	46	-	-	-
1	2	1.15	0.33	0.228	16617	6.1	2891	825	113	64	7	<4
	3	2.30	0.66	0.456	14956	6.5	2535	1000	38	35	5	
2	4	3.45	0.99	0.684	13294	6.7	1347	1125	29	34	<3	
	5	4.60	1.32	0.912	11632	6.8	1400	1250	18	30		
3	6	5.75	1.65	1.140	9970	7.1	1347	1300	<7	<17		
	7	6.90	1.98	1.368	8309	7.2	1069	1250				
4	8	8.05	2.31	1.596	6647	7.1	951	1300				
	9	9.20	2.64	1.824	4985	7.2	931	1325				
5	10	10.35	2.97	2.052	3323	7.2	931	1325				
	11	11.50	3.30	2.280	1662	7.2	931	1325				

TABLA A.6. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES CORRESPONDIENTES A LA QUINTA CARGA ORGANICA CON UN GASTO DE 2500 ml/d

Reactor No.	Punto de muestreo	Volumen (l)	Tiempo de retención (d)	Superficie expuesta (m ²)	Carga Orgánica volumétrica (mgDQO/l.d)	pH	DQO (mgO ₂ /l)	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /l)
	1	0	0	0	-	11.1	6060	1125
1	2	1.15	0.46	0.228	13174	6.6	3780	850
	3	2.30	0.92	0.456	11857	6.7	1770	1400
2	4	3.45	1.38	0.684	10599	6.8	1455	1375
	5	4.60	1.84	0.912	9222	6.8	1023	1450
3	6	5.75	2.30	1.140	7094	7.0	825	1450
	7	6.90	2.76	1.368	6587	7.0	630	1550
4	8	8.05	3.22	1.596	5270	7.0	610	1550
	9	9.20	3.68	1.824	3952	7.0	610	1625
5	10	10.35	4.14	2.052	2635	7.0	610	1625
	11	11.50	4.60	2.280	1317	7.1	610	1625

TABLA A.7. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES CORRESPONDIENTES A LA SEXTA CARGA ORGANICA CON UN GASTO DE 1500 ml/d.

Reactor No.	Punto de muestreo	Volumen (l)	Tiempo de retención (d)	Superficie expuesta (m ²)	Carga Orgánica volumétrica (mgDQO/l/d)	pH	DQO (mgO ₂ /l)	Alcalinidad (mgCaCO ₃ /l)
	1	0	0	0	-	10.4	6445	1200
1	2	1.15	0.77	0.228	8407	6.8	1910	1300
	3	2.30	1.54	0.456	7566	6.9	1600	1325
2	4	3.45	2.31	0.684	6725	7.1	820	1350
	5	4.60	3.08	0.912	5885	7.1	685	1350
3	6	5.75	3.85	1.140	5044	7.1	625	1375
	7	6.90	4.62	1.368	4203	7.1	625	1350
4	8	8.05	5.39	1.596	3363	7.1	625	1350
	9	9.20	6.16	1.824	2522	7.2	625	1375
5	10	10.35	6.93	2.052	1681	7.2	625	1375
	11	11.50	7.70	2.280	840	7.2	625	1375

TABLA A.8. RESULTADOS DE LAS MEDICIONES DE LA CANTIDAD Y COMPOSICION DE LOS GASES PRODUCIDOS

Reactor No.	PRIMERA CARGA ORGANICA			SEGUNDA CARGA ORGANICA			TERCERA CARGA ORGANICA		
	Volumen de gas (l/d)	% CH ₄	% CO ₂	Volumen de gas (l/d)	% CH ₄	% CO ₂	Volumen de gas (l/d)	% CH ₄	% CO ₂
1	1.4	58	42	2.88	47	53	2.98	55	45
2		67	33	3.36	66	34	6.96	57	43
3	0.06	67	33	1.79	66	34	1.38	56	44
4		70	30	0.75	74	26	0.66	59	41
5		74	26	0.33	72	28	0.31	67	33
TOTAL	1.46	62	38	9.11	58	42	13.29	60	40

Reactor No.	CUARTA CARGA ORGANICA			QUINTA CARGA ORGANICA			SEXTA CARGA ORGANICA		
	Volumen de gas (l/d)	% CH ₄	% CO ₂	Volumen de gas (l/d)	% CH ₄	% CO ₂	Volumen de gas (l/d)	% CH ₄	% CO ₂
1	5.40	44	56	5.28	44	56	4.8	52	48
2	3.60	61	39	4.08	64	36	0.36	60	40
3	2.40	51	49	1.20	62	38	0.12	63	37
4	1.50	66	34	0.58	62	38	0.12	65	35
5	0.72	70	30	-	53	47	-	64	36
TOTAL	13.62	64	36	11.14	63	37	5.40	49	51