



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**FACULTAD DE QUÍMICA**

---

---

**UNAM**

**Evaluación de la calidad del biogás producido en reactores  
anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente  
(RALLFA) a nivel laboratorio transformando el contenido  
carbonoso de vinazas azucareras a 45 y 55°C**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE**

**INGENIERO QUÍMICO**

**PRESENTA**

**DIEGO JOSUÉ CRUZ RODRÍGUEZ**

**Ciudad Universitaria, CDMX 2023**





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.

**Jurado asignado:**

	<b>Nombre</b>
<b>PRESIDENTE</b>	<b>M en A.I. Landy Irene Ramírez Burgos</b>
<b>VOCAL</b>	<b>M. en C. Rolando Salvador García Gómez</b>
<b>SECRETARIO</b>	<b>Dra. Marisela Bernal González</b>
<b>1er SUPLENTE</b>	<b>Dr. José Agustín García Reynoso</b>
<b>2do SUPLENTE</b>	<b>Dra. María del Carmen Durán Domínguez de Bazúa</b>

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

Laboratorios 301, 302 y 303 del Ingeniería Química Ambiental y de Química Ambiental, Departamento de Ingeniería Química de la Facultad de Química, UNAM, CDMX,

**Asesor del tema**

Dra. en Ing. Marisela Bernal González

\_\_\_\_\_

**Supervisor técnico**

Dr.-Ing. María del Carmen Durán Domínguez de Bazúa

\_\_\_\_\_

**Sustentante**

Diego Josué Cruz Rodríguez

\_\_\_\_\_

## **DECLARATORIA**

*Declaro conocer el Código de Ética de la Universidad Nacional Autónoma de México, plasmada en la Legislación Universitaria en las definiciones de integridad y honestidad ahí especificadas, aseguro mediante mi firma al calce que el presente trabajo es original y enteramente de mi autoría. Todas las citas de, o referencias a, la obra de otros autores aparece debida y adecuadamente señaladas, así como acreditadas mediante los recursos editoriales convencionales.*

---

*Diego Josué Cruz Rodríguez*  
*Sustentante*

## **Reconocimientos institucionales**

A la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA) de la UNAM: Los reactivos, consumibles y materiales empleados en esta investigación fueron adquiridos con el apoyo financiero parcial del Programa de Apoyo a Proyectos para la Innovación y Mejoramiento de la Enseñanza (PAPIME) “Innovación en docencia para la asignatura de estancia académica de Ingeniería Química ante la problemática del COVID-19: Creación de ejemplos para solucionar problemas reales mediante el empleo de paquetes de cómputo” Clave PE-101822

También contribuyó con recursos financieros parciales el Programa de Apoyo a la Investigación y el Posgrado de la Facultad de Química de la UNAM, PAIP, Clave 50009065

Se reconoce a los miembros designados para el jurado por sus valiosas sugerencias que enriquecieron el contenido de esta tesis

Finalmente, se reconoce el apoyo académico del Ing. Manuel Enríquez Poy, ya que con sus auspicios se obtiene la vinaza y se traslada desde su lugar de origen hasta los laboratorios de la Facultad de Química de la UNAM

## **Agradecimiento**

A todas las personas que me han rodeado a lo largo de mi vida, ya que por bondad o malicia me han brindado las experiencias necesarias para descubrir mi camino para seguir siempre adelante.

## RESUMEN

Las vinazas son un subproducto de la fermentación y destilación de las melazas usadas en la industria cañera-azucarera. Las vinazas se caracterizan por ser un líquido de color café oscuro con un pH ácido, olor dulce y alto contenido de materia orgánica disuelta y en suspensión. Hay diversos procesos para aprovechar este recurso, como los tratamientos anaerobios y, en específico, los reactores tipo RALLFA donde la vinaza pasa por un proceso degradativo para transformar la materia orgánica biodisponible para convertirse en biogás rico en metano. La presente investigación compara el funcionamiento de dos sistemas RALLFA operados a diferentes temperaturas: 45°C y 55°C, usando como principal parámetro de referencia la calidad del biogás producido por cada reactor. Ambos reactores fueron alimentados con un volumen equivalente a 1/8 de su volumen de operación con una mezcla compuesta por vinaza originaria de un ingenio alcoholero-azucarero cooperante (40%), una solución de  $\text{FeSO}_4$  1% (M/V) (10%) y agua corriente (50%). Esta investigación tuvo una duración de 24 semanas, donde las primeras 4 se utilizaron para acondicionar los reactores a las condiciones de operación descritas. De la semana 5 a la 17 se estabilizaron los sistemas y las últimas 6 semanas se utilizaron para la cuantificación del metano en el biogás producido por los RALLFA. Como parámetros de seguimiento se realizaron mediciones diarias de pH, conductividad eléctrica, temperatura y alcalinidad de los efluentes de los reactores y semanalmente se realizaron las determinaciones de DQO y sólidos, además de medir las concentraciones de los iones sulfuro ( $\text{S}^{-2}$ ) y sulfatos ( $\text{SO}_4^{-2}$ ). Estos parámetros se compararon entre los valores del influente y efluente de cada reactor para conocer su comportamiento durante el tratamiento anaerobio. El análisis del biogás producido por cada reactor se realizó por medio de un cromatógrafo de gases que determinó el contenido de metano de las muestras de biogás tomadas y ese valor se comparó con el determinado teóricamente por la remoción de DQO del sistema. Los resultados del cromatógrafo de gases indican que el biogás producido por el RALLFA operado a 55°C tiene una mejor calidad ya que contiene  $62 \pm 27\%$  de metano en comparación con el producido por el RALLFA de 45°C que presentó 41.13% de concentración de metano. El análisis de los valores teóricos contra los experimentales presenta diferencias significativas, por lo que se requiere un análisis más riguroso para determinar si se deben a errores experimentales o hay comportamientos no identificados en los parámetros analizados.

**Palabras clave:** Calidad del biogás, reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) a escala de laboratorio, vinazas azucareras, termofilia

# ÍNDICE TEMÁTICO

	Pág.
<b>Declaratoria</b>	2
<b>Reconocimientos institucionales</b>	3
<b>RESUMEN</b>	5
<b>Glosario y abreviaturas</b>	13
<b>CAPÍTULO I. PROBLEMÁTICA</b>	17
1.1. Antecedentes	17
1.2. Objetivos	21
1.2.1. Objetivo general	21
1.2.2. Objetivos particulares	21
<b>CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO</b>	22
2.1. Vinazas	22
2.2. Procesos anaerobios	25
2.3. Sistemas tipo RALLFA	27
2.4. Temperatura	31
2.5. Potencial de hidrógeno (pH)	33
2.6. Alcalinidad	34
2.7. Demanda química de oxígeno (DQO)	37
2.8. Sólidos	39
2.9. Sulfatos y sulfuros	41
2.10. Biogás	42
<b>CAPÍTULO III. METODOLOGÍA</b>	45
3.1. Muestreo de vinazas	45
3.2. Descripción del sistema de trabajo	46
3.3. Alimentación del sistema	48
3.4. Parámetros de seguimiento	48
3.4.1. Valor de pH, conductividad eléctrica y temperatura	49
3.4.2. Demanda química de oxígeno (DQO)	50
3.4.3. Alcalinidad	51
3.4.4. Sulfuros ( $S^{-2}$ )	52
3.4.5. Sulfato ( $SO_4^{-2}$ )	53
3.4.6. Sólidos	53
3.4.7. Determinación del metano en el biogás	56
3.5. Análisis estadísticos	56

---

	<b>Pág.</b>
<b>CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>58</b>
4.1	58
4.2.	59
4.3.	63
4.4.	65
4.5.	66
4.6.	69
4.7.	69
4.8.	73
4.9.	74
4.10.	75
4.11.	77
<b>CAPÍTULO V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>80</b>
5.1.	80
5.2.	82
<b>ANEXOS</b>	<b>84</b>
ANEXO I.	84
ANEXO II.	104
ANEXO III.	111
	113
<b>REFERENCIAS CONSULTADAS</b>	

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Pág.
2.1.	Proceso de producción de vinazas a partir de la caña de azúcar (Tomado de Parsaee et al., 2019)	23
2.2.	Fases de la degradación anaerobia. Los números 1, 2, 3, 4, 5 son las poblaciones o consorcios microbianos responsables de las degradaciones (Modificada de Castro-González, 2004)	26
2.3.	Esquematación del funcionamiento interno de los RALLFA (Tomado de Chernicharo, 2007)	28
2.4.	Arreglo experimental para la determinación de la actividad metanogénica específica, AME (Tomado de Torres-Lozada y Pérez, 2010)	30
2.5.	Dependencia de la constante de crecimiento con respecto a la temperatura (Tomado de van Lier et al., 1993)	32
2.6.	Comparación del balance de DQO en procesos de tratamiento de aguas aerobios y anaerobios (Tomado de Chernicharo, 2007)	38
3.1.	RALLFA a 45°C inoculado con 800 mL de biomasa (Rincón-Acelas, 2008)	46
3.2.	RALLFA alimentado en la parte inferior mediante una bomba peristáltica (Rincón-Acelas, 2008)	46
3.3.	RALLFA enchaquetado para evitar pérdidas de calor (Rincón-Acelas, 2008)	46
3.4.	Sistema de trabajo. Los elementos que se representan son: (A), Reactor tipo RALLFA; (B), Sistema de calentamiento de agua, se compone de una plancha de calentamiento ThermoScientific Mod. SP121325 y un matraz que contiene el agua de recirculación que por medio de agitación constante mantiene la temperatura de los reactores; (C), Termómetro del reactor, muestra la temperatura actual en el interior del RALLFA; (D), Bomba de recirculación del agua de calentamiento MasterFlex Mod. 7553-70	47
3.5.	Sistema utilizado para a determinación de alcalinidad	51
3.6.	Muestras de la curva de calibración de la técnica de azul de metileno para determinar sulfuros	52
3.7.	Filtración de las muestras líquidas por gravedad. Los crisoles 'gooch' tienen el filtro de fibra de vidrio previamente colocado al vacío	54
3.8.	Muestras al momento de salir de la estufa después del proceso de evaporación	54
3.9.	Determinación de sólidos de las muestras. Los sólidos totales ST se determinan a partir de la suma de los valores de los SDT y SST. Los sólidos volátiles se determinan a partir de la diferencia entre los ST y los STF	55
4.1.	Valores semanales promedio de Ph	60

<b>Figura</b>		<b>Pág.</b>
4.2.	Valores de conductividad eléctrica promedio a la semana	61
4.3.	Valores promedio registrados de temperatura semanal	62
4.4.	Valores registrados de alcalinidad promedio semanal	63
4.5.	Factor de alcalinidad ( $\alpha$ ) calculado para ambos sistemas de trabajo	64
4.6.	DQO determinada para las muestras tomadas durante el periodo experimental	65
4.7.	Concentraciones de sulfuros reportadas por la prueba de azul de metileno	66
4.8.	Mediciones de sulfuro realizadas con el electrodo combinado Ag/S <sup>-2</sup> ISE HANNA® HI 4115	67
4.9.	Concentración del ión SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup> reportada por la prueba turbidimetría	70
4.10.	Sólidos determinados en la alimentación de los RALLFA	71
4.11.	Sólidos determinados en el efluente del RALLFA operado a 45°C	72
4.12.	Sólidos determinados en el efluente del RALLFA operado a 55°C	72
4.13.	Remoción promedio de los sólidos por parte de los RALLFA	73
4.14.	Generación de biogás por parte de los RALLFA analizados	74
4.15.	Cuantificación del biogás a partir del análisis por CG	75
4.16.	Volumen teórico de biogás generado por los reactores tipo RALLFA	76
4.17.	Gráfico de cajas y bigotes para el análisis estadístico de la producción de biogás en el R45°C	78
4.18.	Gráfico de cajas y bigotes para el análisis estadístico de la producción de biogás en el R55°C	78
A2.1	Gráfico de cajas y bigotes resultado del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C	107
A2.2.	Gráfico de cajas y bigotes resultado del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C	110
A3.1.	Disposición controlada de los residuos generados en los experimentos	112

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla		Pág.
1.1.	Caracterización de la vinaza, comparación de varios autores (Tomado de Bernal-González et al., 2012)	18
3.1.	Metodologías empleadas en esta investigación	48
4.1.	Características de la vinaza empleada	59
4.2.	Análisis comparativo de los datos experimentales obtenidos por las dos técnicas usadas para la determinación del ión $S^{-2}$ [ $mg L^{-1}$ ] ( $p < 0.05$ )	68
4.3.	Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para la generación del ión sulfuro ( $S^{-2}$ ) determinado por ambas técnicas en el RALLFA a $45^{\circ}C$	69
4.4.	Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para la generación del ión sulfuro ( $S^{-2}$ ) determinado por ambas técnicas en el RALLFA a $55^{\circ}C$	69
4.5.	Comparación entre los resultados teóricos y experimentales de la cantidad de metano en el biogás obtenido	76
4.6.	Prueba de Kruskal-Wallis para el análisis del biogás producido por el $R45^{\circ}C$	77
4.7.	Prueba de Kruskal-Wallis para el análisis del biogás producido por el $R55^{\circ}C$	79
A1.1.	Valores registrados promedio de pH por semana de trabajo	85
A1.2.	Valores registrados promedio de conductividad eléctrica [ $mS cm^{-1}$ ] por semana de trabajo	86
A1.3.	Valores registrados promedio de temperatura [ $^{\circ}C$ ] por semana de trabajo	87
A1.4.	Valores registrados promedio del volumen utilizado para la determinación del factor de alcalinidad [ $mL$ ] por semana de trabajo	88
A1.5.	Valores registrados promedio de la alcalinidad por semana de trabajo	89
A1.6.	Valores registrados del volumen de biogás generado [ $L sem^{-1}$ ] por semana de trabajo	90
A1.7.	Valores registrados de DQO [ $mg-DQO L^{-1}$ ] determinados por semana de trabajo	91
A1.8.	Valores registrados promedio de remoción de DQO [ $g-DQO L^{-1}$ ] por semana de trabajo	92
A1.9.	Valores registrados determinados para la concentración del ión sulfuro ( $S^{-2}$ ) [ $mg-S^{-2} L^{-1}$ ] empleando la técnica de azul de metileno por semana de trabajo	93
A1.10.	Valores registrados determinados para la concentración del ión sulfuro ( $S^{-2}$ ) [ $mg-S^{-2} L^{-1}$ ] por medio del electrodo combinado de ión selectivo (ISE) para plata/sulfuro HANNA ® HI4115 por semana de trabajo	94
A1.11.	Valores registrados promedio de acumulación de la concentración del ión sulfuro ( $S^{-2}$ ) [ $mg-S^{-2} L^{-1}$ ] por semana de	95

<b>Tabla</b>		<b>Pág.</b>
	trabajo	
A1.12.	Valores registrados determinados para la concentración del ión sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) [ $\text{mg- SO}_4^{2-} \text{ L}^{-1}$ ] por semana de trabajo	96
A1.13.	Valores de la concentración del ión sulfato removido ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) [ $\text{mg- SO}_4^{2-} \text{ L}^{-1}$ ] registrados por semana de trabajo	97
A1.14.	Valores determinados de sólidos [ $\text{mg L}^{-1}$ ] en la alimentación	98
A1.15.	Valores determinados de sólidos [ $\text{mg L}^{-1}$ ] en el efluente del $\text{R45}^\circ\text{C}$	99
A1.16.	Valores determinados de sólidos [ $\text{mg L}^{-1}$ ] en el efluente del $\text{R55}^\circ\text{C}$	100
A1.17.	Remoción de SVT [ $\text{mg L}^{-1}$ ] en los RALLFA	101
A1.18.	Cuantificación del metano contenido en el biogás producido [ $\text{L-CH}_4 \text{ sem}^{-1}$ ] por semana de trabajo	102
A1.19.	Valores calculados para la estimación teórica del biogás generado [ $\text{L-CH}_4 \text{ sem}^{-1}$ ] registrados por semana de trabajo	103
A2.1.	Resumen estadístico del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R45}^\circ\text{C}$	105
A2.2.	Coeficientes de variación obtenidos del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R45}^\circ\text{C}$	105
A2.3.	Sesgo estadístico obtenido del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R45}^\circ\text{C}$	105
A2.4.	Análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R45}^\circ\text{C}$	106
A2.5.	Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R45}^\circ\text{C}$	106
A2.6.	Prueba de Kruskal-Wallis del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R45}^\circ\text{C}$	107
A2.7.	Resumen estadístico del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R55}^\circ\text{C}$	108
A2.8.	Coeficientes de variación obtenidos del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R55}^\circ\text{C}$	108
A2.9.	Sesgo estadístico obtenido del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R55}^\circ\text{C}$	108
A2.10.	Análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R55}^\circ\text{C}$	109
A2.11.	Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R55}^\circ\text{C}$	109
A2.12.	Prueba de Kruskal-Wallis del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el $\text{R55}^\circ\text{C}$	110

## ÍNDICE DE ECUACIONES

<b>Ecuación</b>		<b>Pág.</b>
2.1.	Factor de alcalinidad ( $\alpha$ )	35
2.2.	Determinación de alcalinidad en mg-CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup>	36
2.3.	Reacción de oxidación con balance de materia para CH <sub>4</sub>	38
2.4.	Determinación teórica del metano producido por remoción de DQO por el tratamiento anaerobio	38
2.5.	Factor de corrección para la determinación teórica del metano producido por remoción de DQO por el tratamiento anaerobio	38
3.1.	Cuantificación de los sólidos disueltos totales (SDT)	54
3.2.	Cuantificación de los sólidos suspendidos totales (SST)	55
3.3.	Cuantificación de los sólidos totales (ST)	55
3.4.	Cuantificación de los sólidos fijos totales (STF)	55
3.5.	Cuantificación de los sólidos volátiles totales (STV)	55

## GLOSARIO Y ABREVIATURAS

Términos	Definiciones
$\alpha$	Factor de alcalinidad <i>alfa</i>
AGV	Ácidos grasos volátiles
AME	Actividad metanogénica específica
$\text{atm L mol}^{-1} \text{K}^{-1}$	Relación atmosfera o atmósfera litro por mol grado Kelvin
<i>Buffer</i>	Capacidad amortiguadora de pH del sistema en inglés
$\text{Ca}^{2+}$	Ión calcio 2+
CaO	Óxido de calcio
CG	Cromatógrafo de gases
$\text{CH}_4$	Metano
cm	Centímetro
$\text{CO}_2$	Dióxido de carbono
d.i.	Diámetro interno
DQO	Demanda química de oxígeno
$\text{DQO}_{\text{CH}_4}$	Demanda química de oxígeno asociada al metano
$[\text{DQO} / (\text{SO}_4^{-2})]$	Relación en masa de la DQO y del ión sulfato
$\text{E}_{45^\circ\text{C}}$	Efluente del RALLFA operado a $45^\circ\text{C}$
$\text{E}_{55^\circ\text{C}}$	Efluente del RALLFA operado a $55^\circ\text{C}$
$\text{Fe}^{2+}$	Ión hierro 2+
g	Gramos
$\text{g L}^{-1}$	Relación gramo por litro
g-DQO	Gramos de DQO determinados
g-DQO/g-SSV	Relación en masa de DQO por masa de sólidos suspendidos volátiles
<i>Gooch</i>	<i>Gooch crucible, named after Frank Austin Gooch, is a <b>filtration device for laboratory use</b> (and was also called a Gooch filter). It is convenient for collecting a precipitate directly within the vessel in which it is to be dried, possibly ashed, and finally weighed in gravimetric analysis / Crisol de Gooch, llamado así por Frank Austin Gooch, es un dispositivo de filtración para su uso en el laboratorio (y también llamado filtro de Gooch). Es conveniente para recolectar un precipitado directamente dentro del recipiente en el que se secará y, posiblemente, se reducirá a cenizas y, finalmente se pesará para su análisis gravimétrico</i>
$\text{H}_2$	Hidrógeno
$\text{H}_2\text{O}$	Agua
$\text{H}_2\text{S}$	Sulfuro de hidrógeno
$\text{H}_2\text{SO}_4$	Ácido sulfúrico
$\text{HCO}_3^-$	Ión bicarbonato
$\text{HCO}_3^-/\text{H}_2\text{CO}_3^*$	Par redox bicarbonato-ácido carbónico
<i>ISE</i>	<i>Ion selective electrode. Siglas en ingles para referirse a los electrodos de ión selectivo, en este experimento específicamente para el electrodo selectivo usado para la medición del ion sulfuro (<math>\text{S}^{-2}</math>)</i>

<b>Términos</b>	<b>Definiciones</b>
K(t)	Factor de corrección para la determinación teórica del metano a partir de la DQO removida del sistema con respecto de las condiciones de operación del sistema
K <sub>1</sub>	Relación másica entre la DQO removida y el metano generado (64 g-DQO removido corresponden a 1 mol de metano producido)
KARBE	Acrónimo de Kilogramos de Azúcar Recuperable Base Estándar que pueden obtenerse de la caña de azúcar
KOH	Hidróxido de potasio
kPa	Kilopascales
L	Litros
λ	Longitud de onda
LSD	Siglas en inglés para diferencia mínima significativa de Fisher
M/V	Relación masa por volumen
m <sub>0</sub> -cápsula	Masa de la cápsula de porcelana seca
m <sub>0</sub> -crisol	Masa de crisol seco
m <sub>1</sub> -cápsula	Masa de la cápsula de porcelana seca más la muestra para la determinación de sólidos obtenida por evaporación del agua
m <sub>1</sub> -crisol	Masa del crisol seco más la muestra para la determinación de sólidos obtenida por evaporación del agua
m <sub>2</sub> -cápsula	Masa de la cápsula de porcelana seca más la muestra para la determinación de sólidos obtenida por calcinación
m <sub>2</sub> -crisol	Masa del crisol seco más la muestra para la determinación de sólidos obtenida por calcinación
mg L <sup>-1</sup>	Relación miligramos por litro
mg-CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup>	Miligramos de carbonato de calcio por litro
mg-CH <sub>4</sub> /g-SV	Relación de miligramos de metano por gramo de sólidos volátiles
mg-DQO L <sup>-1</sup>	Relación de miligramos de DQO por litro
Mg	En el SI equivalente a una tonelada que corresponde a 1x10 <sup>6</sup> g
Mg ha <sup>-1</sup>	Mega gramo por hectárea
Mg-CN	Mega gramo de azúcar de la masa de caña neta
mL	Mililitros
μL	Microlitros
μm	Micrómetros
N	Normalidad del ácido utilizado
Na <sub>2</sub> S	Sulfuro de sodio
NaCl	Cloruro de sodio
NaHCO <sub>3</sub>	Bicarbonato de sodio
NaOH	Hidróxido de sodio
NH <sub>3</sub>	Amoníaco
NH <sub>4</sub> HCO <sub>3</sub>	Bicarbonato de amonio
OH <sup>-</sup>	Ión hidroxilo
P	Presión atmosférica
pH	Potencial de hidrógeno
R	Constante universal de los gases ideales (0.082 atm L mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
RALLFA	Siglas en español de Reactor anaerobio de lecho de lodos de flujo ascendente

Términos	Definiciones
SDT	Sólidos disueltos totales
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	Ión sulfato
S <sup>-2</sup>	Ión sulfuro
SST	Sólidos suspendidos totales
ST	Sólidos totales
STF	Sólidos totales fijos
STV	Sólidos totales volátiles
T	Temperatura
Termofilia	Termo- del griego <i>θερμο- thermo-</i> . 1. elemento compositivo. Significa 'calor'. <i>Termodinámica</i> . 2. Elemento compositivo. Significa 'temperatura'. <i>Termómetro</i> ( <a href="https://dle.rae.es/termo-?m=form">https://dle.rae.es/termo-?m=form</a> ). Y de filia del del griego <i>φιλία philía</i> . 1. femenino. Afición o amor a algo ( <a href="https://dle.rae.es/filia?m=form">https://dle.rae.es/filia?m=form</a> )
TRC	Tiempo de retención celular
TRH	Tiempo de residencia hidráulico
UASB	Siglas en inglés para <i>Up-Flow Anaerobic Sludge Blanket</i> , equivalente a RALLFA en español
V <sub>4.3</sub>	Volumen de agente titulante gastado hasta pH=4.3
V <sub>5.75</sub>	Volumen de agente titulante gastado hasta pH=5.75
V <sub>CH4</sub>	Volumen de metano
V <sub>T</sub>	Volumen de agente titulante gastado desde el pH inicial hasta pH = 4.3 ( $V_T = V_{5.75} + V_{4.3}$ )
Vortex	<i>Vortex mixer, or vortexer, is a simple device used commonly in laboratories to mix small vials of liquid. It consists of an electric motor with the drive shaft oriented vertically and attached to a cupped rubber piece mounted slightly off-center</i> / El mezclador Vortex o vortexer es un dispositivo simple que se usa comúnmente en los laboratorios para mezclar pequeños viales de líquido. Consiste en un motor eléctrico con el eje de transmisión orientado verticalmente y unido a una pieza de goma ahuecada montada ligeramente descentrada

## SÍMBOLOS

°C	Grado centígrado
-	Guion
=	Igual
+	Mas
±	Mas/Menos
≤	Mayor o igual que
x	Multiplicación
%	Porcentaje
s.u.	Sin unidades

### Notas:

Esta tesis usa el punto decimal de acuerdo con la Norma Oficial Mexicana correspondiente (DOF, 2009).

Las abreviaturas derivadas de las locuciones latinas *et cetera* y *et altere*, etc. y et al. van sin cursivas por su uso frecuente.

Los números van junto a los símbolos para grados y para porcentaje.

# CAPÍTULO I. PROBLEMÁTICA

## 1.1. Antecedentes

Las vinazas son un subproducto de la fermentación y destilación de las melazas usadas en la industria cañera-azucarera. Las vinazas se caracterizan por ser un líquido de color café oscuro con un pH ácido, olor dulce y alto contenido de materia orgánica disuelta y en suspensión. Su composición química varía de acuerdo con el origen del mosto del cual provienen. Se estima que por cada litro de alcohol etílico se obtienen cerca de 12 a 15 litros de vinazas, mismas que en la mayoría de los casos son vertidas en suelos o cuerpos de agua sin ningún tratamiento previo causando daño sobre el ecosistema afectado (CONADESUCA, 2017). Este gran volumen se debe a que desde tiempos remotos se usaba una columna agotadora como primera parte para eliminar las levaduras muertas y los subproductos de la fermentación, seguida de columnas rectificadoras para enriquecer el contenido de etanol recuperando otros subproductos (Durán-Domínguez-de-Bazúa, 2022).

Debe mencionarse que el alcohol producido es un producto metabólico de las levaduras alcoholeras (*Saccharomyces cerevisiae*) y, por ello, su sensibilidad a ese metabolito a concentraciones superiores al 9% de alcohol las mata impidiendo que continúen produciendo más etanol (Parsaee et al., 2019). Se han desarrollado cepas hiperproductoras de etanol para evitar este problema (Bazúa y Wilke, 1977).

Hay propuestas de volver esa primera columna también rectificadora para reducir este enorme volumen de vinazas generado (Martínez Arellano, 2022).

Investigaciones previas han analizado los parámetros fisicoquímicos de las vinazas. Los resultados de esos estudios se presentan en la Tabla 1.1.

Tabla 1.1 Caracterización de la vinaza, comparación de varios autores (Tomado de Bernal-González et al., 2012)

Parámetro	País	pH	DQO (g/L)	DBO (g/L)	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (g/L)	ST (g/L)	SST (g/L)	AGV (g/L)	α	SV (g/L)	N (g/L)	K <sub>2</sub> O (g/L)	CaO (g/L)	Cl <sup>-</sup> (g/L)	Referencia (Ver cita original)
Vinaza (melaza)	Colombia	4.4	52.4	n. d.	3.73	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	7.7	6	2.45	n. d.	Quintero et al., 2008
Vinaza (café)	Cuba	4.2-4.7	762.7-112.5	n. d.	n. d.	5.0-7.0	4.50-7.30	2.2-6.3	0.7-5.0	n. d.	n. d.	3.2	0.106	n. d.	Bermúdez et al., 2004
Vinaza (miel final de caña)	Cuba	4.2-4.6	45-73.6	13-48.2	n. d.	n. d.	38.6-80.9	n. d.	n. d.	29.14-60	n. d.	n. d.	0.106	0.81	Bermúdez et al., 2000
Vinazas (caña de azúcar)	México	4.2-7.0	69-128	31.5	3.1-5.8	n. d.	69-90	n. d.	5.8	n. d.	1.2-1.6	8.1	n. d.	n. d.	Bautista-Zuñiga et al., 2000a
Vinazas (vino)	Venezuela	4.5-5.2	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	0.12-0.56	n. d.	0.04-0.84	0.10-0.14	Santos et al., 2001
Vinazas (caña de azúcar)	México	4.5-5.0	59	24	33.75	n. d.	53.9	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	63.44	17.11	n. d.	García y Rojas, 2006
Vinazas (melaza)	Cuba	n. d.	80-105	36-42	4-10	n. d.	4.0-10	n. d.	4.0-5.0	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	Del Toro, 2001
Vinazas (caña de azúcar)	México	4-5.5	12.2-63.5	1.20-1.28	n. d.	15.54-42.3	n. d.	n. d.	n. d.	1.23-3.82	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	Del Real et al., 2007
Vinazas (caña de azúcar)	México	4.34	0.1-0.428	n. d.	n. d.	58.45	4.3	n. d.	n. d.	47.25	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	Castro-González y Durán-de-Bazúa, 2001
Vinazas (caña de azúcar)	México	4.2-7.0	69-128	31.5	n. d.	69-90	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	Aguilar, 2008

DQO: Demanda química de oxígeno; DBO: Demanda bioquímica de oxígeno; SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>: Sulfatos; ST: Sólidos totales; SST: Sólidos suspendidos totales; AGV: Ácidos grasos volátiles; α: Alcalinidad; SV: Sólidos volátiles; N: Nitrógeno; K<sub>2</sub>O: Óxido de potasio; CaO: Óxido de calcio; Cl<sup>-</sup>: Cloruros; n.d.: no determinado.

Algunos de los efectos contaminantes de una mala disposición de las vinazas son la disminución de la luminosidad de las aguas, la reducción de la actividad fotosintética y del oxígeno disuelto promoviendo el aumento de poblaciones de insectos y otros vectores que, de manera indirecta, aumentan el posible desarrollo de enfermedades (CONADESUCA, 2017).

Se han instrumentado diversas opciones para su reaprovechamiento, entre las que destaca la fertiirrigación, técnica que consiste en añadir vinazas percoladas al agua de riego para transferir los nutrientes a las plantas de forma directa. Esta técnica permite ahorros en la compra de fertilizantes químicos y aumenta los niveles de fósforo y potasio en el suelo; sin embargo, se ha corroborado que un exceso en la cantidad de vinaza utilizada conlleva a problemas de eutrofización de cuerpos de aguas aledaños, generando pérdidas en los cultivos, cambios en el pH del suelo, aumento de agentes fitotóxicos y la liberación de aromas sulfurosos (Rodrigues-Reis y Hu, 2017). Otra iniciativa de valor agregado está en la recuperación de su contenido carbonoso a través de tratamientos aerobios y anaerobios. Estos últimos se han convertido en una opción viable para la generación de energía, ya que más del 90% de la energía disponible por oxidación directa se transforma en metano, consumiéndose sólo un 10% de la energía en el desarrollo de biomasa anaerobia con respecto del 50% consumido en un sistema aerobio (SADER, 2016).

Para poder aprovechar esta energía se puede hacer uso de reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA). Este tipo de reactor fue desarrollado en Holanda (ahora Países Bajos) por Lettinga y sus colaboradores en los años 80 del siglo XX (Lettinga et al., 1980, 1982). Estos consisten en una zona de reacción en la parte inferior, en la que se acumula la biomasa de mejor sedimentabilidad y encima los lodos<sup>1</sup> más ligeros, formando el lecho de reacción. En este tipo de reactores, la materia orgánica carbonosa contenida en las vinazas se transforma por la acción de consorcios microbianos que se adaptan a condiciones favorables de temperatura y

---

<sup>1</sup> Término usado en el léxico técnico para denominar a la biomasa en los sistemas de tratamiento de aguas residuales [nota de la supervisora técnica]

disponibilidad de nutrientes en biogás rico en metano. Se ha supuesto desde hace casi 100 años que el rompimiento enzimático de las moléculas orgánicas ocurre de manera global considerando cuatro grandes grupos de reacciones de bioconversión: Hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis, siendo la más importante esta última debido a la formación de biogás rico en metano (Bernal-González et al., 2012; Castro-González, 2004; Rincón-Acelas, 2008).

El biogás es una mezcla formada principalmente por metano y dióxido de carbono. Cuando el biogás tiene un contenido de metano superior al 45% ya es inflamable. Desafortunadamente, también contiene diversas impurezas, especialmente el ácido sulfhídrico<sup>2</sup> que reducen su potencial energético. La composición del biogás depende del material digerido y del funcionamiento del proceso (FAO, 2011).

Este combustible, generado de la materia orgánica biodegradable disponible en la vinaza, se ha convertido en un recurso renovable, que puede cubrir parte de la demanda energética que la población mundial requiere. Además, los proyectos de generación de biogás requieren una menor inversión de capital comparado con otras energías renovables como la energía hidráulica, la solar o la eólica (Parsaee et al., 2019).

De acuerdo con la Agencia Internacional de Energía, la energía proveniente de fuentes renovables constituye una parte creciente del consumo de energía primaria. Lo anterior es consecuencia, entre otras cosas, del apoyo que han otorgado los diferentes gobiernos para su producción y uso, la reducción de los costos para su aprovechamiento y los compromisos firmados por diversos países para reducir las emisiones de dióxido de carbono (SENER, 2017).

---

<sup>2</sup> El azufre proviene de otra práctica usada en la industria alcoholera tradicional. Como los biorreactores usados para fermentar las mieles diluidas de azúcar no se encuentran en condiciones asépticas, para evitar que el acceso de otros microorganismos impida a las levaduras usar la glucosa para convertirla a etanol se adiciona ácido sulfúrico para que se tengan valores de pH en el líquido menores de 3 que solamente permiten la proliferación de las levaduras siendo este el origen de los valores ácidos de las vinazas y la producción de ácido sulfhídrico o sulfuro de hidrógeno en los biorreactores anaerobios [nota de la supervisora técnica]

## **1.2. Objetivos**

### **1.2.1. Objetivo general**

Evaluar la calidad del biogás producido por reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) a escala de laboratorio operados a 45 y 55°C dosificados con vinazas azucareras-alcoholeras mediante cromatografía de gases para determinar si el gas resultante del tratamiento cumple con un porcentaje de metano aceptable para poder ser aprovechado como recurso energético.

### **1.2.2. Objetivos particulares**

- Caracterizar las vinazas que llegan de una empresa productora cooperante de alcohol etílico que procesa melazas de ingenios azucareros determinando su contenido de material carbonoso como demanda química de oxígeno (DQO) para su uso en reactores anaerobios termofílicos y su valor de pH
- Realizar la caracterización de los influentes diluidos con agua de la llave y los efluentes tratados en los dos reactores anaerobios operando a diferente temperatura midiendo el contenido de material orgánico como demanda química de oxígeno (DQO) así como su alcalinidad y el pH e identificando la mejor temperatura de trabajo de los dos reactores anaerobios en estudio midiendo la producción de metano producido en los RALLFA por desplazamiento del líquido y comparándolo con los valores teóricos de la producción de biogás y de su contenido de metano.

En el siguiente capítulo se presentan los fundamentos que sustentan esta tesis.

## CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO

### 2.1. Vinazas

La industria de la caña de azúcar es una de más importantes a nivel nacional. En 2019 se cultivaron 809,212 ha de caña de azúcar, con un rendimiento de 63.17 Mg ha<sup>-1</sup> y una producción de azúcar de 5,771,680 Mg. Esto es un rendimiento de 11.29 toneladas de azúcar por cada 100 Mg de caña de azúcar procesada. Para 2022, se industrializaron 799,774 hectáreas, con una molienda de 54,680,830 Mg de caña bruta para obtener una producción de azúcar física de 6,185,050 Mg. El precio de referencia del azúcar base estándar para el pago de la caña de azúcar, calculado con cifras al 31 de mayo del 2022 fue de 14,618.15 pesos por Mg (MX\$/Mg) con un KARBE promedio nacional por Mg de caña neta de 119.344 kg/Mg-CN; con lo que se obtuvo un valor de la caña como insumo para la producción de azúcar, promedio nacional de 994.415 MX\$/Mg, siendo el mejor precio en términos nominales, en las últimas 14 zafra<sup>3</sup> (CONADESUCA, 2022).

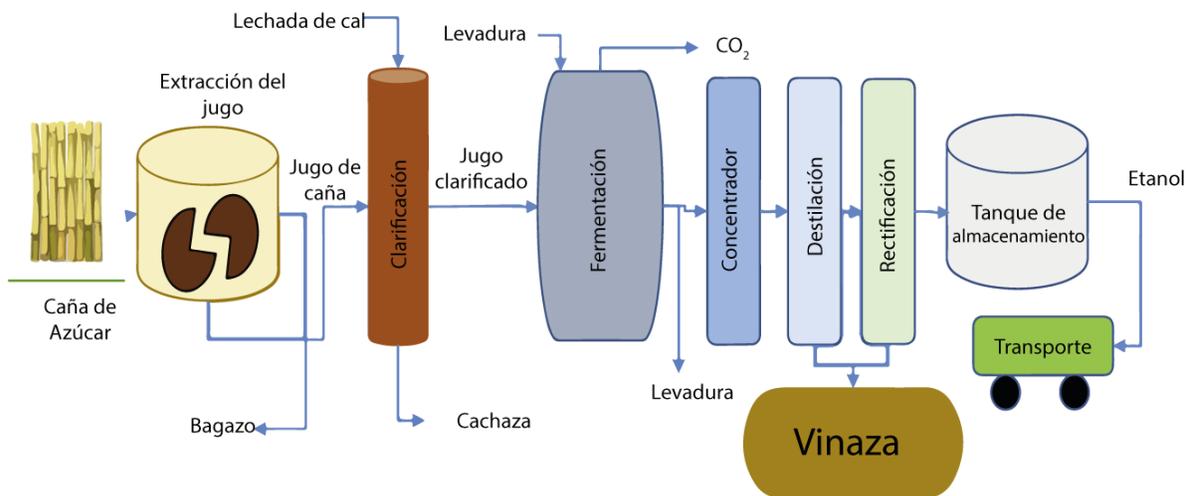
Una industria paralela a la producción de azúcar es la del etanol, ya que este puede ser producido a partir de diversas materias primas con un alto contenido de carbohidratos. Se ha observado que la vinaza de caña de azúcar tiene un contenido carbonoso más alto en comparación con la vinaza obtenida de otros materiales como la remolacha azucarera, el sorgo dulce, la uva y el agave (Parsaee et al., 2019). Por ello, cerca del 40% de todo el etanol producido en el mundo proviene de los subproductos del procesamiento de la caña de azúcar como el jugo clarificado, la meladura y la miel final o incristalizable (FAO, 2011).

La producción de etanol es un proceso biotecnológico en el cual la glucosa contenida en las materias primas es convertida por la levadura cervecera en etanol y gas carbónico (nombre común del bióxido de carbono). El mosto fermentado o vino que

---

<sup>3</sup> Al periodo de tiempo correspondiente a la cosecha de la caña de azúcar hasta la producción del azúcar se le conoce como zafra [Nota de la asesora]

sale del fermentador, contiene alcohol diluido en agua y levadura, además de todos los compuestos que vengan en ese mosto con excepción de la glucosa que fue transformada en etanol y CO<sub>2</sub>. Se lleva a un tanque sedimentador donde la levadura se separa, saliendo por el fondo y se envía al tanque de reaprovechamiento de levadura, mientras el líquido, conocido como vino, es enviado a las torres de destilación. Los vapores obtenidos en la primera columna de destilación contienen aproximadamente 45% de alcohol y por el fondo sale la corriente conocida como vinaza (Castro-González, 2004). Los vapores ricos en etanol finalmente son enviados a la columna rectificadora, de la cual, por la parte superior, se obtiene alcohol rectificado que contiene 95% de etanol. Por el fondo, sale agua con algunas trazas de alcohol, subproducto conocido como flemaza (Figura 2.1).



**Figura 2.1. Proceso de producción de vinazas a partir de la caña de azúcar (Tomado de Parsaee et al., 2019)**

En el año 2019 México produjo cantidades incipientes de etanol, 144 millones de litros, de los cuales 54 millones fueron de biocombustible, es decir 37 por ciento. El consumo de México, por otra parte, fue de 320 millones de litros, de los cuales 171 millones correspondieron a biocombustible de etanol (CEDRSSA, 2020). Tomando en cuenta que, en promedio, se producen 10 L de agua residual (vinaza) por cada litro de etanol producido (Rojas-Zamudio, 2018), para ese año se generaron 1440 millones de litros de vinazas en México, lo que implica un gran impacto ambiental y

un enorme desaprovechamiento de este caudal líquido potencialmente aprovechable (Gaspar-Mendoza, 2022).

Las vinazas se caracterizan por ser un líquido de color café oscuro con un pH ácido, olor dulce y alto contenido de materia orgánica disuelta y en suspensión. Su composición química varía de acuerdo con el origen del mosto del cual provienen y éste de las condiciones del proceso integral (CONADESUCA, 2019). Investigaciones previas sugieren que los principales componentes orgánicos de la vinaza de caña de azúcar son el glicerol, el ácido láctico, el etanol y el ácido acético. Los principales ácidos orgánicos encontrados son oxalato, lactato, acetato y malato y otros compuestos alcohólicos y contiene, además, compuestos fitotóxicos, antibacterianos y agentes recalcitrantes como los fenoles y polifenoles, así como metales pesados (Contreras-Contreras, 2019; España-Gamboa et al., 2011; Gaspar-Mendoza, 2022; Parsaee et al., 2019).

Los sistemas convencionales para el tratamiento de aguas residuales no se recomiendan para la reutilización de los componentes de las vinazas ya que estos difícilmente pueden removerlos de manera global (Correa-López, 2022; Hernández-González, 2017). Se han examinado diferentes técnicas para el tratamiento de las vinazas, tales como los procesos fisicoquímicos como la adsorción, coagulación-floculación, ozonización, oxidación y coagulación electroquímica; sin embargo, todos estos requieren de pretratamientos o postratamientos para ser efectivos (Correa-López, 2022; España-Gamboa et al., 2011).

Uno de los procesos más utilizados para el tratamiento de vinazas son los reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA, por sus siglas en español y *UASB reactors*, en inglés). Este sistema tiene como fin obtener biogás que pueda ser utilizado como fuente de energía (metano). En el caso de la industria azucarera-alcoholera se podría producir vapor de agua para la fase de destilación en la producción del etanol, logrando así un ahorro significativo de combustible y, de

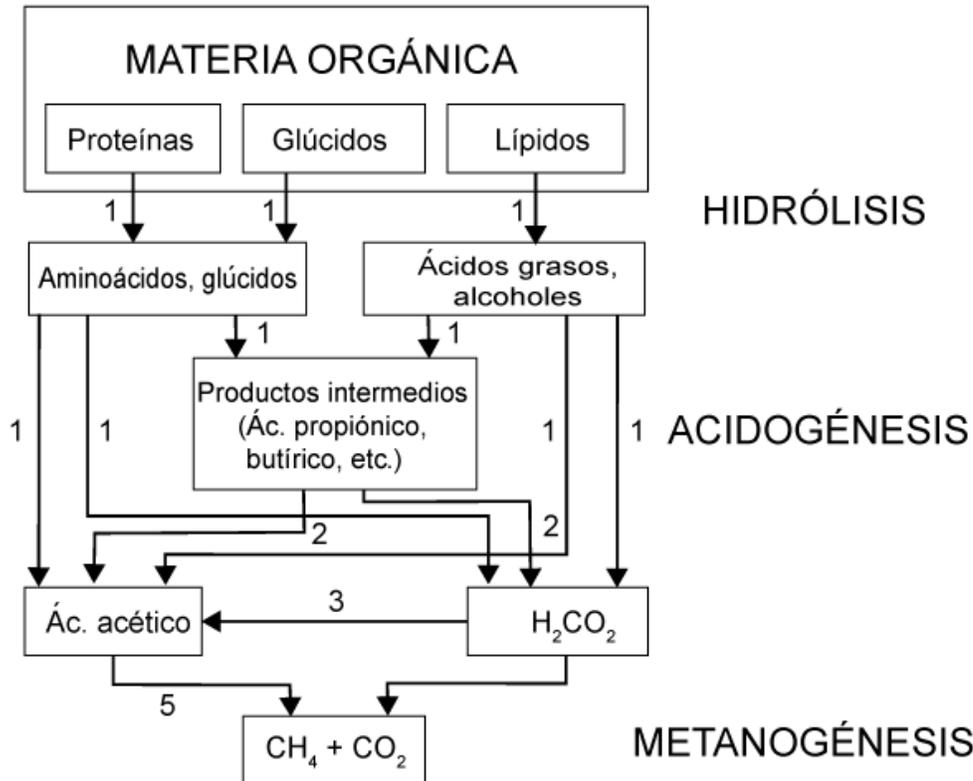
esta manera, disminuir el impacto ambiental que una destilería genera (Bailey y Ollis, 1986; Gaspar-Mendoza et al., 2022; Lettinga et al., 1982; Rincón-Acelas, 2008). Además, es posible abatir los costos energéticos que ésta requiere y ser, por tanto, un buen incentivo para que las industrias alcohólicas reaprovechen sus vinazas.

## **2.2. Procesos anaerobios**

El tratamiento anaerobio es un proceso biológico complejo y degradativo en el cual parte de los materiales orgánicos de un sustrato (que puede ser desde residuos animales y vegetales hasta materiales disueltos en un medio acuoso) son convertidos en biogás (Contreras-Contreras, 2019). Se puede considerar que este proceso se lleva a cabo por un ecosistema donde grandes grupos de microorganismos trabajan en sinergia para convertir la compleja materia orgánica en productos de menor masa molecular como metano ( $\text{CH}_4$ ), dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ), sulfuro de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{S}$ ), amoníaco ( $\text{NH}_3$ ), agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ) y nuevas células bacterianas (Chernicharo, 2007). El alto contenido de materia orgánica en las vinazas hace que los tratamientos anaerobios sean más atractivos que los procesos aerobios, debido al alto consumo de energía para la aireación y enfriamiento del proceso y que más del 50% de la DQO se convierte en lodos residuales (España-Gamboa et al., 2011).

A diferencia los sistemas aerobios, anaerobio aprovecha la materia carbonosa biodegradable para la formación de biogás rico en metano, un combustible renovable con una producción de lodos muy baja (España-Gamboa et al., 2011). Además, hablando en términos económicos, la aplicación de esta tecnología es viable ya que es un sistema de bajo costo, a diferencia de los sistemas fisicoquímicos (CONADESUCA, 2017) donde durante el tratamiento anaerobio más del 90% de la energía disponible por oxidación directa se transforma en metano, consumiéndose sólo un 10% de esta en dicho tratamiento (Contreras-Contreras, 2019). Otro aspecto económico importante reside en las temperaturas que se alcanzan en la etapa del

proceso donde se obtiene la vinaza, donde la descarga del fondo de la columna de destilación es cercana a los 80°C. Esto dificulta un tratamiento convencional aerobio ya que los microorganismos en dichos procesos se encuentran en un régimen térmico mesófilo, por lo que necesitan una temperatura entre 25 y 35°C. Por lo tanto, se debe considerar un tratamiento anaerobio termofílico (45 a 65°C), para la degradación del efluente resultando ser una opción más atractiva (Bernal-González et al., 2012). La degradación anaerobia como ya se mencionó, para su estudio se ha dividido en tres o incluso cuatro fases importantes, las cuales son la hidrólisis, la acidogénesis, la acetogénesis (que puede incluirse en la fase anterior) y la metanogénesis (Fig. 2.2).



**Figura 2.2. Fases de la degradación anaerobia. Los números 1, 2, 3,4, 5 son las diferentes poblaciones o consorcios microbianos responsables de las degradaciones (Modificada de Castro-González, 2004)**

En esas fases intervienen diferentes consorcios de microorganismos, que se caracterizan por sus velocidades de reproducción específicas, así como su sensibilidad a los compuestos generados en el propio sistema y que pueden actuar

como inhibidores de algunas de ellas. Por tanto, se requieren controlar las condiciones ambientales y fisicoquímicas del sistema (Bernal-González et al., 2012).

Utilizando procesos anaerobios se puede estabilizar la materia orgánica y producir biogás rico en metano para generar energía que pueda aprovecharse en algún proceso de la planta, como en el secado de la levadura y la producción de vapor para las torres de destilación haciendo el proceso viable energética y monetariamente (Bailey y Ollis, 1986).

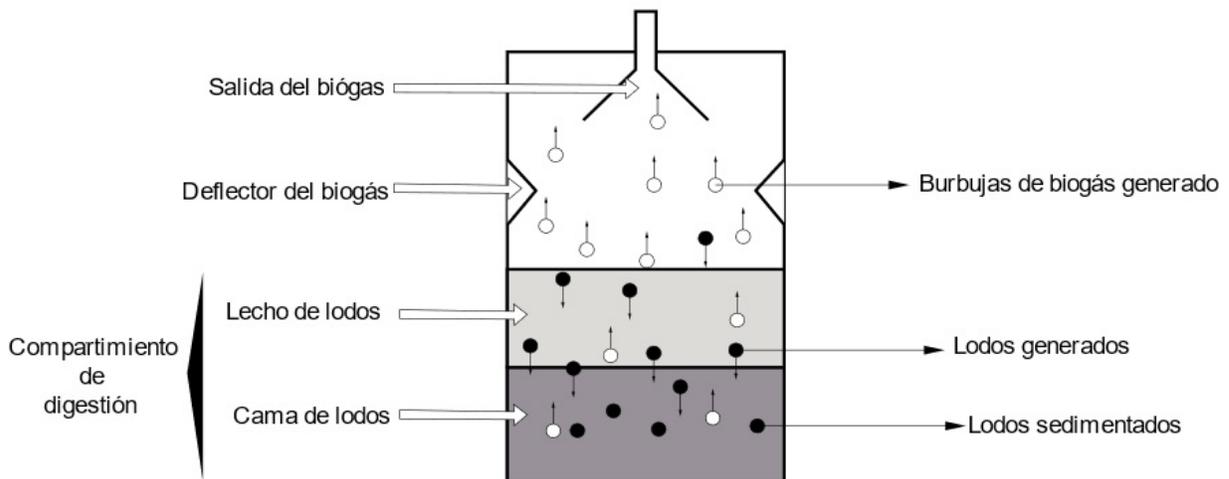
Otra ventaja que ofrece el tratamiento anaerobio es la presencia de bacterias sulfato-reductoras que favorecen la remoción de sulfatos y su conversión a sulfuros, logrando alcanzar concentraciones menores al 1% de azufre en la vinaza tratada (Parsaee et al., 2019).

### **2.3. Sistemas tipo RALLFA**

Como ya se mencionó, los reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) fueron desarrollados en Holanda por Lettinga y sus colaboradores en los años 80 del siglo XX (1980, 1982). Dentro de este tipo de reactor, siguiendo lo señalado en el inciso anterior, la materia orgánica se degrada por diferentes consorcios microbianos contenidos en la biomasa interna del sistema. El primer consorcio, responsable de la hidrólisis, se denomina hidrolítico. El segundo, que lleva a cabo la acidogénesis, se denomina acidogénico y estos organismos generan ácidos orgánicos conocidos como ácidos grasos volátiles (AGV). Al tercer grupo lo componen los consorcios acetogénicos que producen el acetato que será consumido por el cuarto grupo denominado arqueas metanogénicas, que se enfocan en realizar la metanogénesis (Hernández-González, 2019).

El proceso completo es homogeneizado por las burbujas de biogás que se generan, por lo que no se requiere de agitadores mecánicos para esta tarea. En la parte

superior del reactor se encuentra una campana o embudo invertido que funciona como un separador trifásico. En este separador, la fase acuosa es separada de los sólidos del lodo y del biogás generado, ayudando a la recuperación de las fases líquida y gaseosa, mientras la sólida se mantiene dentro del reactor precipitando como lodos que precipitan al fondo del reactor (Rojas-Zamudio, 2018).



**Figura 2.3. Esquemización del funcionamiento interno de los RALLFA  
(Tomado de Chernicharo, 2007)**

En los RALLFA, la velocidad del flujo ascendente del líquido será la responsable de aplicar cierta presión sobre los microorganismos, lo que comenzará a adherirlos entre sí para formar gránulos de lodos activos que presenten una buena sedimentabilidad (Fig. 2.3). Estos gránulos suelen tener un aspecto bien definido y pueden medir varios milímetros de diámetro, siendo este un parámetro de gran importancia desde el aspecto ingenieril (Chernicharo, 2007).

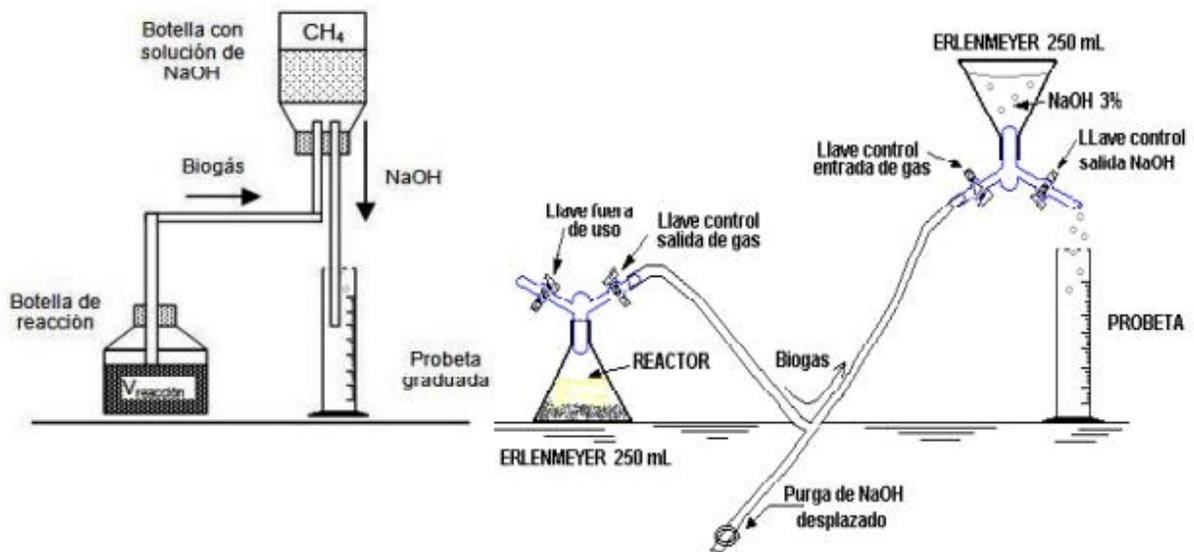
La granulación es un proceso complejo que involucra diferentes grupos bacterianos tróficos, donde sus interacciones fisicoquímicas y microbiológicas hacen que al madurar el gránulo se formen conglomerados compactos que pueden generar un ecosistema que contenga las condiciones óptimas para el desarrollo bacteriano.

Experimentos realizados por Vlyssides et al. (2006) han comprobado que, para facilitar la formación de estos conglomerados, iones de metales divalentes como  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Fe}^{2+}$  ayudan a la formación de estos gránulos, ya que pueden interactuar de forma quelada para formar complejos más estables. En el tratamiento de vinazas se han observado altas tasas de remoción de sulfatos, generando una alta concentración de sulfuros en el medio, los cuales pueden precipitar parte de estos iones en el compuesto correspondiente. Por ello, es recomendable añadir a la mezcla de alimentación de los digestores una solución de cloruro de hierro 2% (M/V) para compensar la pérdida ocasionada por estas reacciones denominadas “parásitas” por Parsaee et al. (2019).

Para los sistemas en estudio, se ha identificado la presencia de una mayor proliferación de organismos metanogénicos en comparación con los sulfato-reductores. Experimentos realizados por España-Gamboa et al. (2012), sobre la genotipificación de microorganismos en sistemas RALLFA modificados para el tratamiento de vinazas concluyen que los mejores microorganismos metanogénicos para la generación de biogás son aquellos del orden *Methanobacteriales* y *Methanosarcinales*, siendo los primeros más resistentes a las sustancias tóxicas y recalitrantes que contiene la vinaza que los segundos (Parsaee et al., 2019). Los organismos metanogénicos presentes en los sistemas de trabajo son *Methanobacterium formicum*, organismos predominantes en ambos sistemas operados a 45 y 55°C y *Methanobacterium wolfeii* que solamente prolifera en el RALLFA que opera a 55°C (Vergara-Salgado, 2010).

La calidad del biogás generado por el sistema anaerobio es de gran importancia y es por ello que, en los últimos años, se han realizado diversas investigaciones en bioquímica y microbiología para maximizar su eficiencia, enfocándose a la calidad del inóculo utilizado. Derivado de esto, se ha descubierto que el aspecto fundamental en la producción del biogás reside en tener una biomasa adaptada con una alta actividad metanogénica específica (AME). Esta se define como la máxima capacidad de producción de metano por un grupo de microorganismos anaerobios en

condiciones controladas de laboratorio, lo que permite la máxima conversión del sustrato orgánico biodegradable a metano. Una metodología sencilla para dar seguimiento a pequeña escala de la AME consiste en la medición del volumen de biogás generado por el digestor en un periodo de tiempo prolongado y analizar su calidad (Chernicharo, 2007; Torres-Lozada y Pérez, 2010). La Figura 2.4 presenta el esquema experimental propuesto por estos autores adaptado de Field (1987), Pérez y Cajigas (2002) y el propio Chernicharo (2007).



**Figura 2.4. Arreglo experimental para la determinación de la actividad metanogénica específica, AME (Tomado de Torres-Lozada y Pérez, 2010)**

El análisis de la AME ayuda a establecer el nivel de biodegradabilidad de los sustratos que se alimentan al digestor, medir cambios en la actividad de los lodos, evaluar el comportamiento de la biomasa bajo el efecto de sustancias inhibitoras y evaluar los parámetros cinéticos del proceso (CONAGUA, 2019). Este parámetro, a pesar de ser de gran utilidad para el seguimiento y evaluación del desempeño de un reactor anaerobio, aún no se reconoce internacionalmente, ya que no hay un estándar que lo regule y los resultados dependen mucho de las condiciones de trabajo establecidas, como son: La calidad del inóculo utilizado en el reactor, la temperatura de operación del sistema, la biomasa utilizada en el digestor, entre otros, lo que la convierte en una AME relativa (Chernicharo, 2007). Parsee et al.

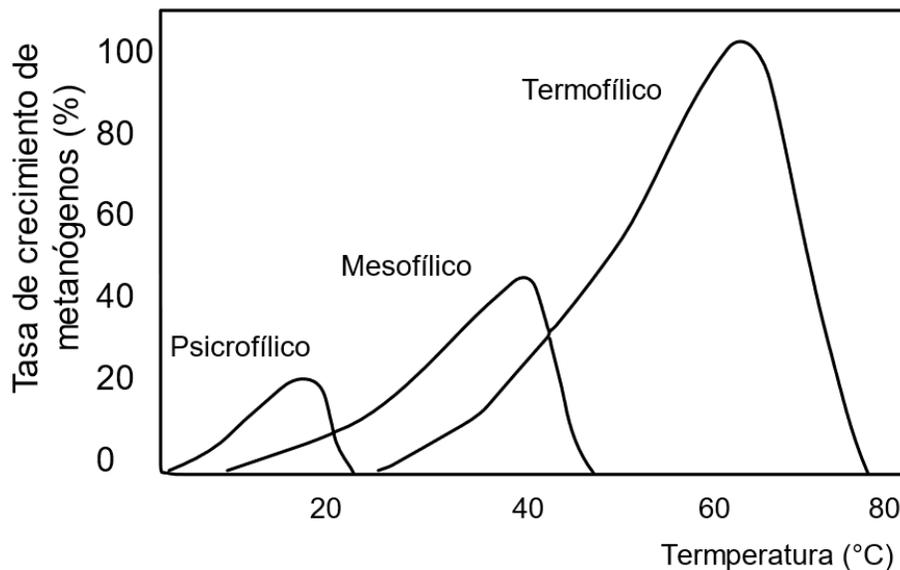
(2019), reportan que la AME de organismos metanogénicos en el tratamiento de vinazas en reactores mesófilos es de 2.3 mg-CH<sub>4</sub>/g-SV, mientras que para reactores termófilos reportan 1.32 mg-CH<sub>4</sub>/g-SV. Para esta investigación, en vez de la AME, se consideró el análisis cinético realizado por Rincón-Acelas (2008) para los RALLFA en estudio, que correlaciona a la DQO con los sólidos suspendidos volátiles como sigue: 0.239 g-DQO/g-SSV. A futuro sería interesante montar la metodología de la AME.

El uso de reactores tipo RALLFA se ha visto aventajado con respecto de otros tratamientos anaerobios en los últimos años, ya que presentan algunas ventajas, especialmente en zonas con climas cálidos. Entre estas ventajas destaca que son sistemas compactos, de bajo costo de construcción, operación y mantenimiento que pueden realizar remociones de la DQO alrededor del 65-70%. Sin embargo, como desventajas destacan los malos olores que pueden generar si el sulfuro de hidrogeno no se contiene en alguna trampa, una baja resistencia a componentes tóxicos y la necesidad de requerir un postratamiento de los efluentes (CONAGUA, 2019; Chernicharo, 2007), entre otros.

## **2.4. Temperatura**

La temperatura de operación de los reactores tipo RALLFA es considerada como un parámetro fundamental de diseño, debido a su influencia dentro de la transformación anaerobia. Existen tres intervalos de temperatura en los que pueden trabajar los microorganismos anaerobios: Psicrófilos (por debajo de 25°C), mesófilos (entre 25 - 45°C) y termófilos (entre 45 - 65°C). Cada régimen tiene tres intervalos de operación: El primero, donde el crecimiento de los microorganismos es constante; el segundo el crecimiento es exponencial y el tercero comienza el proceso de decaimiento o muerte de los microorganismos (Chernicharo, 2007). Los intervalos se presentan en la Figura 2.5. En la naturaleza, los procesos anaerobios pueden llevarse a cabo desde una temperatura de 0°C hasta una de 97°C. Sin embargo, la eficiencia del proceso es muy diferente en función de este parámetro. Para la formación de

arqueas metanogénicas se recomiendan intervalos mesofílicos y termofílicos. En la experiencia del grupo de investigación donde se desarrolla esta tesis, se ha visto que el régimen termofílico no ha logrado ser estabilizado (Contreras-Contreras, 2019) por problemas técnicos. Tal vez a escala mayor en una planta piloto operando con vinazas reales sea posible lograrlo. Y, si los beneficios económicos y ambientales superan a las desventajas, destacando el gasto energético necesario para mantener la temperatura del digestor y otros problemas como la presencia de nitrógeno amoniacal o los ácidos grasos de cadena larga, pudiendo conseguir una mayor velocidad del proceso y un aumento en la eliminación de organismos patógenos, sería interesante considerarlos (Chernicharo, 2007; FAO, 2011).



**Figura 2.5. Dependencia de la constante de crecimiento con respecto a la temperatura (Tomado de van Lier et al., 1993)**

La elección de un régimen térmico también se ve reflejado en los parámetros fisicoquímicos del proceso, por ejemplo, en el caso de la transferencia líquido-gas se aprecia que a una temperatura elevada se favorece la separación de gases como el  $H_2$ ,  $NH_3$  y  $H_2S$ , que resultan tóxicos para algunos organismos metanogénicos. También disminuye la concentración de  $CO_2$  que es muy importante para mantener un valor de pH constante pudiendo llevar al sistema a una acidificación. Otro factor importante es la solubilidad de los sólidos en el efluente, pues al aumentar la

temperatura se tiene una mayor concentración de materia orgánica disuelta en el medio, pero también los agentes tóxicos se dispersarán con mayor facilidad inhibiendo el sistema (FAO, 2011; Parsaee et al., 2019).

## **2.5. Potencial de hidrógeno (pH)**

La medición del pH del agua es muy importante. Los valores ácidos y básicos de pH son tóxicos para los organismos acuáticos. Este es el parámetro más importante utilizado en la evaluación de las propiedades corrosivas del ambiente acuático. Asimismo, es importante para el funcionamiento efectivo de los procesos de tratamiento de aguas y su control (DOF, 2011a).

En un proceso anaerobio, los valores óptimos se encuentran cercanos a la neutralidad. Un ejemplo de ello es la acidificación provocada por desequilibrios en la producción y consumo de ácidos orgánicos volátiles. La acumulación de éstos provoca un descenso en el pH, que será más o menos reflejado en función de la alcalinidad del medio. Una de las consecuencias derivadas de un descenso del pH a valores inferiores a 6 es que el biogás generado es muy pobre en metano y, por tanto, presenta malas cualidades energéticas (Hernández-González, 2017; Parsaee et al., 2019).

Cualquier cambio en el pH es resultado de la fase acidogénica del proceso anaerobio, debido a la formación de los AGV. Estos cambios no son percibidos por el efecto amortiguador de sales disueltas en el medio y compuestos formados en la etapa metanogénica (Rojas, 1987). Se recomienda que, para evitar cualquier desequilibrio en el pH del sistema anaerobio se utilice bicarbonato de sodio o hidróxido de sodio para regular este cambio a partir de la alcalinidad del medio (CONAGUA, 2019).

## 2.6. Alcalinidad

La alcalinidad se refiere a la presencia de sustancias hidrolizables en agua y que, como producto de hidrólisis, generan el ión hidroxilo ( $\text{OH}^-$ ), como son las bases fuertes y los hidróxidos de los metales alcalinotérreos. Contribuyen también en forma importante a la alcalinidad los carbonatos y los fosfatos (DOF, 2001). Sin esta capacidad de amortiguamiento, se presentarían cambios súbitos de pH. Por ello, resulta esencial tener una alcalinidad suficiente para el control apropiado del pH en las vinazas a tratar (Contreras-Contreras, 2019).

Las principales especies que contribuyen a la alcalinidad en los sistemas de tratamiento anaerobio son los carbonatos, los bicarbonatos, y los ácidos grasos volátiles no protonados (Contreras-Contreras, 2019). Para el intervalo de pH entre 6.0 a 7.6 la capacidad amortiguadora del sistema anaerobio depende completamente del equilibrio generado por el  $\text{CO}_2$  disuelto en el medio, dando origen al sistema bicarbonato/ácido carbónico ( $\text{HCO}_3^-/\text{H}_2\text{CO}_3^*$ ). Los AGV generan un sistema amortiguado en el medio en los intervalos de pH de 3.75 a 5.75, que resulta de poca importancia, ya que no se maneja este pH en el tratamiento, pero que debe ser considerado ya que se pierde parte del bicarbonato disponible en la interacción con los AGV (Chernicharo, 2007; Rojas, 1987). Para una operación eficiente de un reactor anaerobio metanogénico, como los estudiados en esta investigación, se debe cuidar que el pH se encuentre en un intervalo de 6.8 a 7.4.

Una forma de tener un parámetro de control en los reactores anaerobios es mediante el factor de alcalinidad ( $\alpha$ ). Representa la relación entre el ión bicarbonato y la alcalinidad total (Contreras-Contreras, 2019).

La determinación se realiza mediante una titulación con una solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 N a dos intervalos de pH, el primero desde el valor inicial hasta un valor de pH = 5.75 y, posteriormente, desde este punto hasta un valor de pH = 4.3. En estos intervalos se mide la capacidad amortiguadora de los bicarbonatos del sistema con respecto de la

disociación de todos los ácidos débiles involucrados, destacando entre estos a los AGV (Chernicharo, 2007; Jenkins et al, 1983). Este valor se calcula a partir de la siguiente ecuación:

$$\alpha = \frac{V_{4.3}}{V_{4.3} + V_{5.75}} \quad \text{Ec. 2.1}$$

donde:

$\alpha$  = Factor de alcalinidad [=] s.u. (sin unidades)

$V_{5.75}$  = Volumen de agente titulante gastado hasta pH=5.75 [=] mL

$V_{4.3}$  = Volumen de agente titulante gastado desde pH=5.75 hasta pH=4.3 [=] mL

El valor de pH correspondiente a 5.75 indica la capacidad amortiguadora útil del sistema, representada como alcalinidad bicarbonática, donde aproximadamente el 80% de los iones  $\text{HCO}_3^-$  presentes en el medio han reaccionado con el ácido usado en la titulación. Mientras tanto, el valor de pH correspondiente a 4.3 representa la capacidad amortiguadora no útil o de los AGV del medio (Rojas, 1987).

Para considerar un proceso estable el factor de alcalinidad debe encontrarse en un intervalo de 0.2 a 0.4 unidades. Cuando el factor de alcalinidad se encuentra arriba de este intervalo, significa que existe una alta concentración de AGV debido a que estos reaccionan con los iones bicarbonato, disminuyendo la capacidad de amortiguamiento del efluente. Por el contrario, cuando el factor de alcalinidad es menor a 0.2 unidades significa que hay una acumulación de iones bicarbonato y, por ende, una baja producción de AGV (Contreras-Contreras, 2019).

Visto desde el punto de vista operacional del reactor es conveniente tener altos niveles de alcalinidad total en el reactor, ya que ayuda a evitar una situación de acidificación por parte de los AGV. Para determinarla, se considera el volumen total

de la titulación y se utiliza la ecuación 2.2 (DOF, 2001), en donde la alcalinidad total del sistema se expresa en [mg-CaCO<sub>3</sub> L<sup>-1</sup>]:

$$\text{Alcalinidad en } \frac{\text{mg CaCO}_3}{\text{L}} = \frac{V_T \times N}{M} \times 50 \times 1000 \quad \text{Ec.2.2}$$

donde:

V<sub>T</sub> = Volumen total utilizado en la titulación del efluente desde su pH inicial hasta pH = 4.3 [=] mL

N = Normalidad valorada del ácido utilizado [=] N

M = Volumen de la muestra titulado [=] mL

50 = Factor de conversión correspondiente a la masa<sup>4</sup> equivalente de CaCO<sub>3</sub> [=] g-mol eq<sup>-1</sup>

1000 = Factor de conversión de gramos a miligramos [=] s.u.

Se recomienda para un buen funcionamiento de los reactores tipo RALLFA, que este valor se encuentre en el intervalo de 1,500 a 5,000 mg-CaCO<sub>3</sub> L<sup>-1</sup> (Chernicharo, 2007; CONAGUA, 2019).

En caso de un desequilibrio en el sistema se pueden usar algunas especies químicas para poder regular la capacidad amortiguadora del proceso anaerobio. Estas se dividen en dos grupos: El primero es el de aquellas sustancias que aportan directamente a la alcalinidad bicarbonática como los bicarbonatos de sodio (NaHCO<sub>3</sub>) o amonio (NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>) y el segundo grupo incluye a especies que reaccionan con el CO<sub>2</sub> del medio para formar iones bicarbonato, como la cal (CaO) y el ión amonio (NH<sub>3</sub>). El uso de estos compuestos estará determinado por los aspectos técnicos o económicos que el proceso requiera (Chernicharo, 2007).

---

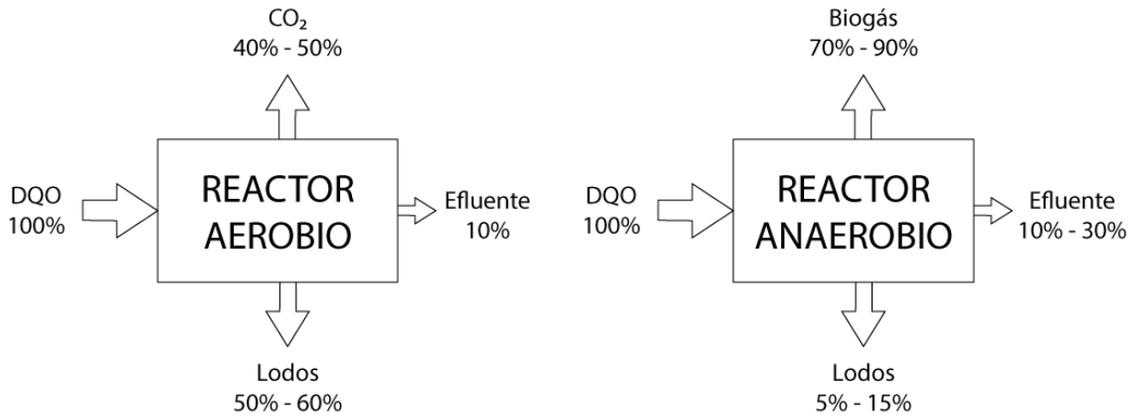
<sup>4</sup> La masa y el peso NO son sinónimos. La masa es una propiedad de los cuerpos y se mide en kg mientras que el peso es una fuerza aplicada a los cuerpos y se mide en Newtons [Nota de la supervisora técnica]

## 2.7. Demanda química de oxígeno (DQO)

La demanda química de oxígeno (DQO) es un parámetro que indica la cantidad de oxidante químico requerida para oxidar la materia orgánica e inorgánica soluble o en suspensión de una muestra de agua. La DQO es importante para evaluar la calidad del agua, debido a que proporciona un indicio para evaluar el efecto que las aguas residuales podrían presentar al descargarlas en un medio receptor. Los niveles altos de DQO indican que existe una gran cantidad de materia orgánica e inorgánica en la muestra y, de esta manera, los niveles de oxígeno disuelto se ven disminuidos, lo cual es perjudicial para los organismos acuáticos (Contreras-Contreras, 2019).

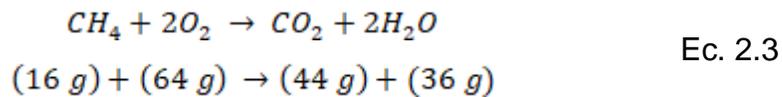
Para un sistema anaerobio, esta variable puede considerarse un parámetro conservativo, es decir, la suma de las DQO de entrada debe ser igual a la suma de las DQO de salida. Con esto, se puede realizar un balance de DQO (utilizando el parámetro teórico como base), donde la pérdida o disminución de DQO en el efluente del proceso (material digerido) con respecto del influente alimentado, se puede cuantificar teóricamente y se debe considerar la producción de metano que se cuantifica en el biogás (Hernández-González, 2017).

En la Figura 2.6 se muestra una concepción visual de este balance presentado por Chernicharo (2007), donde compara los procesos aerobios vs. los anaerobios. Se aprecia una notable diferencia en la producción de gas metano y una baja producción de lodos anaerobios en el sistema anaerobio, mientras que en el aerobio aproximadamente del 40 al 50% de la DQO disponible se convierte en  $\text{CO}_2$ , además de la alta producción de lodos que deben ser purgados constantemente del sistema y estabilizados.



**Figura 2.6. Comparación del balance de DQO en procesos de tratamiento de aguas aerobios y anaerobios (Tomado de Chernicharo, 2007)**

Teóricamente es posible determinar la producción de metano a partir de la remoción de DQO y, para ello, es necesario considerar la reacción representada mediante la Ec. 2.3:



En la Ec. 2.3 se indica que, por cada mol de metano producido, se requieren 2 moles de oxígeno para su completa oxidación. Por lo tanto, por cada 16 g de metano producido y perdidos a la atmósfera o atmósfera corresponden 64 g de DQO removidos en el agua tratada. En condiciones normales de temperatura y presión, esto corresponde a 350 mL de CH<sub>4</sub> por cada gramo de DQO degradado (Chernicharo, 2007).

Con estas consideraciones se puede evaluar el volumen teórico del biogás generado convertido en un 100% en metano con la Ec. 2.4 y el ajuste presentado en la Ec. 2.5, debido a las condiciones de operación del sistema (Torres-Lozada y Pérez, 2010):

$$V_{CH_4} = \frac{DQO_{CH_4}}{K(t)} \quad \text{Ec. 2.4}; \quad K(t) = \frac{K_1 \cdot P}{R(273.5 + T)} \quad \text{Ec. 2.5}$$

donde:

$V_{CH_4}$  = volumen teórico de  $CH_4$  liberado [=] L

$DQO_{CH_4}$  = DQO convertida en metano [=] g-DQO removido

$K(t)$  = factor de corrección [=] (g-DQO  $L^{-1}$ )

$K_1$  = gramos DQO por 1 mol de  $CH_4$  [=] (64 g-DQO/mol  $CH_4$ )

$P$  = presión atmosférica [=] atm

$T$  = temperatura de operación del reactor [=] °C

$R$  = constante general de los gases (0.08206 atm L mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

Otro de los productos del tratamiento anaerobio es el sulfuro de hidrógeno. Este compuesto consume reactivos de los empleados en la determinación de la DQO disponible en el medio para su formación, generando una competitividad entre los microorganismos sulfato reductores y las arqueas metanogénicas por los sustratos disponibles. Existe una forma de medir esta competitividad y verificar que no afecte el proceso de metanogénesis, la cual consiste en analizar la relación de la DQO disponible y la concentración del ión sulfato ( $SO_4^{-2}$ ) en la alimentación. Cuando la relación  $[DQO / (SO_4^{-2})]$  es mayor a 0.67, la metanogénesis será favorecida. Para valores menores habrá que tener consideraciones especiales para desplazar el equilibrio hacia los sistemas metanogénicos. Se estima que por cada 96 g del ión ( $SO_4^{-2}$ ) reducido se consumen 64 g-DQO removida en el tratamiento (Chernicharo, 2007).

## 2.8. Sólidos

Todas las aguas contienen sustancias que, dependiendo de su origen, tendrán algunas características fisicoquímicas diferentes y éstas ya disueltas pueden afectar adversamente la calidad de un cuerpo de agua, un efluente o un proceso de varias formas. En plantas potabilizadoras, por ejemplo, el análisis de sólidos disueltos es importante como indicador de la efectividad del proceso de potabilización del agua

(DOF, 2015). Una deficiencia en la operación puede deberse a varias razones, siendo una de ellas el tiempo que los sólidos permanecen dentro del reactor (TRC<sup>5</sup>). Un tiempo de residencia hidráulica (TRH) bajo afectará el proceso teniendo sólidos deficientemente digeridos (CONAGUA, 2019). Para la presente investigación es importante destacar que alrededor del 75% de los sólidos contenidos en las vinazas son materia orgánica disuelta, tanto biodegradable como no biodegradable, y en una menor cantidad hay minerales resultantes de su concentración durante la destilación del etanol y otros compuestos volátiles, destacando el potasio y el calcio que vienen con la caña de azúcar (Parsaee et al., 2019).

Los sólidos se clasifican en (DOF, 2015):

- a. Sólidos disueltos totales (SDT). Es el material soluble constituido por materia inorgánica y orgánica que permanece como residuo después de evaporar y secar una muestra previamente filtrada a través de un filtro de fibra de vidrio con poro de 1.5  $\mu\text{m}$  a una temperatura de  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- b. Sólidos suspendidos totales (SST). Es el material constituido por los sólidos sedimentables, los sólidos suspendidos y coloidales que son retenidos por un filtro de fibra de vidrio con poro de 1.5  $\mu\text{m}$  secado y llevado a masa constante a una temperatura de  $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$
- c. Sólidos totales (ST). Es el residuo que permanece en una cápsula después de evaporar y secar una muestra a una temperatura de  $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$
- d. Sólidos totales fijos (STF). Cantidad de materia final después de calcinar a  $550 \pm 50^{\circ}\text{C}$  la muestra problema
- e. Sólidos totales volátiles (STV). Cantidad de materia orgánica e inorgánica que se volatiliza por el efecto de la calcinación a  $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$  y se obtiene por diferencia de la masa seca de los ST y los STF.

---

<sup>5</sup> Al tiempo que permanece un fluido en un sistema se le llama tiempo de residencia y como usualmente el fluido es agua se le llama tiempo de residencia hidráulico, TRH. Cuando se consideran sólidos en suspensión que permanecen en un sistema se le llama tiempo de retención de los sólidos, TRS, o si son células de organismos se le llama tiempo de retención celular, TRC. Esto se acordó en un evento internacional organizado en Europa en 1981 [Nota de la supervisora técnica]

La producción de metano depende directamente del porcentaje de sólidos volátiles removidos, ya que se supone es el material orgánico biodegradable. Por lo tanto, también está relacionada directamente con la eficiencia del proceso. En promedio, un tratamiento de remoción de sólidos orgánicos tiene eficiencias de hasta el 45% (Ramírez-Martínez et al., 2020). Otro aspecto importante relacionado con la eficacia del proceso depende de la cantidad de sólidos que se alimentan al reactor, ya que una alta cantidad de estos limitarán la movilidad de los organismos metanogénicos y de las burbujas de gas. Experimentalmente se ha demostrado que la carga en digestores semicontinuos no debe tener más de un 8 a un 12% de sólidos totales para un buen funcionamiento del proceso, a diferencia de los digestores intermitentes, que pueden operar con concentraciones de entre un 40 y 60% de sólidos totales (FAO, 2011).

## **2.9. Sulfatos y sulfuros**

Todas las aguas residuales tienen alguna proporción de sulfatos o sulfuros disueltos en el medio (FAO, 2011). Los sulfatos ( $\text{SO}_4^{-2}$ ) están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales, en concentraciones que varían desde pocos hasta miles de miligramos por litro (DOF, 2014). En el caso de las vinazas, hay una concentración alta como consecuencia del proceso, ya que se añade ácido sulfúrico en la etapa fermentativa para poder “catalizar” esta biorreacción (Parsaee et al., 2019).

Por otra parte, los sulfuros ( $\text{S}^{-2}$ ) son inhibidores de los consorcios microbianos, especialmente de los metanogénicos. La forma más tóxica es la que se presenta como sulfuro de hidrógeno. Este se produce por los microorganismos sulfato-reductores presentes. Los sulfuros ocasionan importantes problemas al ambiente como los olores desagradables, la corrosión y la toxicidad (Castro-González, 2004).

A pesar de estos aspectos técnicos, se ha observado que los compuestos de azufre son requeridos por las bacterias metanogénicas para su desarrollo. Antes se pensaba que solamente las especies con azufre reducido, como en la cisteína y metionina, por ejemplo, eran las únicas adecuadas como fuentes de azufre. Sin embargo, experimentos realizados por Singh et al. (1999), han corroborado que los organismos metanogénicos son capaces de asimilar el azufre en diferentes estados de oxidación, como en el sulfato, el tiosulfato y el sulfito.

Para un buen funcionamiento de los reactores se debe tener una concentración de sulfuros en el intervalo de 20 a 50 mg L<sup>-1</sup>. Concentraciones mayores a este intervalo provocan una reducción en la actividad de los organismos metanogénicos (CONAGUA, 2019).

El contenido de especies de azufre en las vinazas presenta un gran reto, debido a que en ocasiones este elemento se encuentra en concentraciones de 4 a 10 veces más altas de las recomendadas para el tratamiento anaerobio, lo que puede generar competitividad entre los consorcios metanogénicos y los sulfato-reductores, siendo el segundo consorcio favorecido por presentar ventajas termodinámicas y cinéticas con respecto de los primeros; lo que influye negativamente en la disponibilidad de las trazas de elementos en los reactores. La presencia de sulfatos por sí sola es inofensiva, pero puede acarrear graves problemas si los efluentes que los contienen son vertidos en cuerpos receptores contaminados por materia orgánica, debido a que se favorece la reducción de sulfatos a sulfuros (Contreras-Contreras, 2019; Parsaee et al., 2019).

## **2.10. Biogás**

El biogás producto de un proceso anaerobio es una mezcla gaseosa formada principalmente de metano en un 55-70% (CH<sub>4</sub>) y dióxido de carbono en un 30-45% (CO<sub>2</sub>), pero también contiene diversas impurezas destacando el sulfuro de hidrógeno

(H<sub>2</sub>S). Su composición final depende del material digerido y el funcionamiento del proceso. Para que este biogás sea inflamable deberá de contener una composición mayor al 45%. Para lograr ese nivel de concentración se requieren técnicas de purificación que eliminen el exceso de CO<sub>2</sub> y agua arrastrada por el proceso. Al hacer esto, se puede aprovechar como recurso energético mediante su combustión en motores, turbinas o calderas, pudiendo ser utilizado solo o mezclado con otro combustible (FAO, 2011; Parsaee et al., 2019).

Parsaee et al. (2019) sugieren que la mayor cantidad de biogás que logra generar un reactor tipo RALLFA se puede alcanzar cuando el influente del reactor, en este caso las vinazas azucareras-alcoholeras, se encuentre con una concentración de 37,409 mg-DQO L<sup>-1</sup>, un pH entre 6.8 a 8.2 y un tiempo de residencia hidráulico de 10 a 40 días, a un régimen mesófilo cuya temperatura es de 35 a 55°C. Además, con estas condiciones se puede obtener una reducción de la concentración de materia orgánica de un 80%.

Para la purificación del biogás existen diversos métodos. El más sencillo y económico consiste en burbujear este producto en un recipiente lleno de un líquido que pueda ser desplazado por la presión generada. Se sugiere utilizar una solución de NaOH o KOH en una concentración de 15 - 20 g L<sup>-1</sup> en solución, ya que poseen la propiedad de reaccionar con el CO<sub>2</sub> generado, permitiendo así una medición más aproximada del volumen real de metano generado. Se recomienda verificar el pH regularmente y que este sea superior a 12 unidades para asegurar esta separación (Torres-Lozada y Pérez, 2010). Este tipo de trampas además de eliminar la mayor parte del CO<sub>2</sub> también ayudan a eliminar el H<sub>2</sub>S. Este se debe de eliminar ya que a concentraciones mayores a 100 mg L<sup>-1</sup> se convierte en un componente muy tóxico. La eliminación se lleva a cabo mediante la reacción del sulfuro y el agua del medio y para formar ácido sulfhídrico, que a su vez reacciona con alguna traza del medio para formar el sulfuro correspondiente (FAO, 2011).

La producción de biogás a partir de vinazas azucareras-alcoholeras presenta una gran cantidad de ventajas tanto para la industria como para el sector energético. Entre las más importantes está la disminución del uso de combustibles fósiles para la generación de energía, reduciendo de esta manera hasta el 90% de los gases tóxicos que se producen por su uso (Parsaee et al., 2019). Aunque las rutas individuales involucradas en la formación de metano aún no están completamente establecidas, se ha logrado un progreso sustancial en su comprensión en las últimas décadas (Chernicharo, 2007).

A continuación, en el siguiente capítulo, se presenta la metodología seguida en esta investigación experimental.

## CAPÍTULO 3. METODOLOGÍA

El control en la operación de los RALLFA es muy importante para determinar un funcionamiento en condiciones estables. Es por ello que se realizó el seguimiento en forma periódica de ciertos parámetros que están estrechamente vinculados con la producción del biogás. Se utilizaron las normas mexicanas vigentes y, en algunos casos, se hicieron adecuaciones recomendadas por el manual *Métodos Normalizados para Análisis de Aguas Potables y Residuales* (APHA-AWWA-WEF, 2012).

### 3.1. Muestreo de vinazas

La vinaza proviene del proceso de destilación de etanol de una empresa cooperante localizada en el estado de Veracruz, México, siendo transportada en contenedores plásticos de 200 litros de capacidad a los Laboratorios 301, 302 y 303 del Conjunto E de la Facultad de Química, sin refrigeración. Una vez en los Laboratorios se mantiene en refrigeración a 4°C hasta su uso.

Diariamente se tomaba una porción de vinaza para la alimentación de los reactores y con esta misma muestra se medían los parámetros de seguimiento diarios (pH, conductividad eléctrica, temperatura de almacenamiento). Para completar su caracterización se medían semanalmente los siguientes parámetros (DQO, concentraciones de los iones sulfato,  $\text{SO}_4^{2-}$  y sulfuro,  $\text{S}^2$ ). Los datos obtenidos se promediaron para reportar las características de la vinaza empleada para esta investigación experimental.

## 3.2. Descripción del sistema de trabajo

Para desarrollar los objetivos planteados se utilizaron dos sistemas tipo RALLFA a escala de laboratorio: El primero opera a 45°C y tiene aproximadamente 3 L de volumen total. Está construido de vidrio con dos tubos concéntricos, uno con una altura de 65 cm y diámetro interno, d.i., de 7.27 cm y el otro de la misma altura con un diámetro de 3.7 cm. Entre ambos tubos se hace pasar agua caliente para mantener la temperatura constante en el interior del reactor mediante una plancha de calentamiento Thermo Scientific Mod. SP121325. El volumen de operación es de 2.4 L y fue originalmente inoculado con 800 mL de lodo anaerobio (Fig. 3.1). En el extremo inferior del reactor se tiene una forma cónica por donde se lleva a cabo la alimentación mediante una bomba peristáltica MasterFlex Mod. 7553-70 (Fig. 3.2) y en la parte superior fue construido un separador de tres fases con un embudo invertido para permitir la separación sólido-líquido-gas. El sistema se encuentra aislado desde su arranque mediante una chaqueta como se presenta en la Figura 3.3 (Bernal-González et al., 2012).



**Figura 3.1. RALLFA a 45°C inoculado con 800 mL de biomasa (Rincón-Acelas, 2008)**



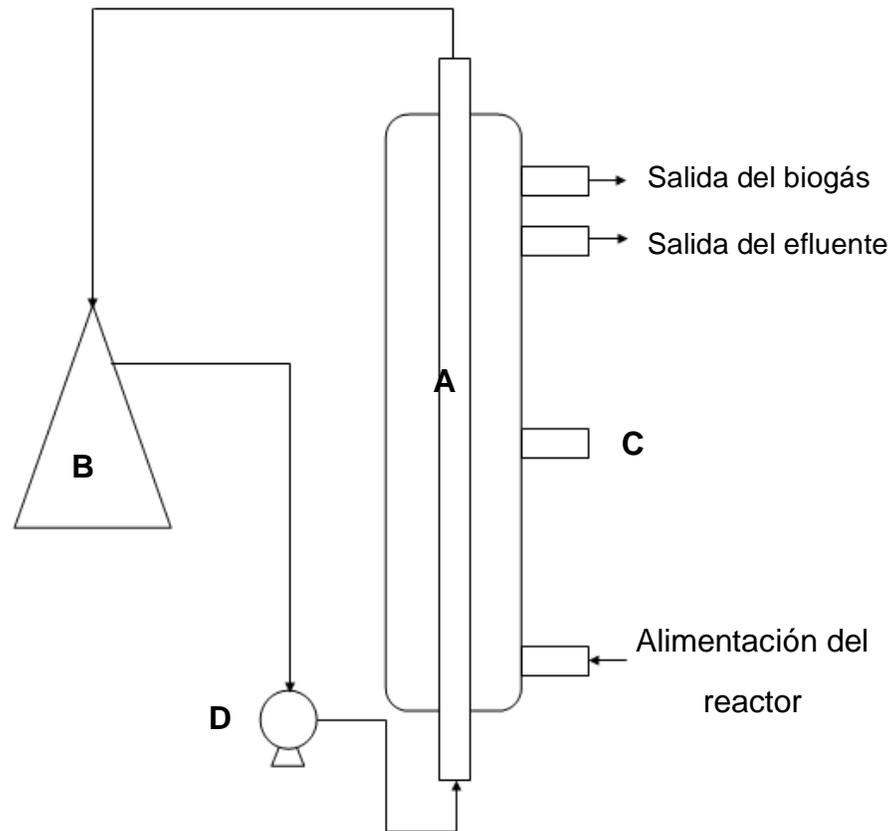
**Figura 3.2. RALLFA alimentado en la parte inferior mediante una bomba peristáltica (Rincón-Acelas, 2008)**



**Figura 3.3. RALLFA enchaquetado para evitar pérdidas de calor (Rincón-Acelas, 2008)**

El segundo sistema que opera a 55°C cuenta con un volumen total de 2.3 L, 2 L de volumen de operación y una altura de 67 cm. Tiene un tubo de vidrio exterior con

7.27 cm de d.i. y un tubo concéntrico de 4.0 cm de d.i., mediante el cual se realiza una recirculación de agua previamente calentada en una plancha de calentamiento Thermo Scientific Mod. SP121325. El sistema contuvo inicialmente el 37% de inóculo equivalente a 740 mL de lodos anaerobios. En la Figura 3.4 se presenta un esquema del funcionamiento de los reactores. Se observa la dirección del flujo de agua de calentamiento y la función de los puertos de muestreo ubicados en el costado de cada reactor.



**Figura 3.4. Sistema de trabajo. Los elementos que se representan son: (A) Reactor tipo RALLFA; (B) Sistema de calentamiento de agua, se compone de una plancha de calentamiento ThermoScientific Mod. SP121325 y un matraz que contiene agua destilada para recirculación que por medio de agitación constante mantiene la temperatura de los reactores; (C) Termómetro del reactor, muestra la temperatura actual en el interior del RALLFA; (D), Bomba de recirculación del agua de calentamiento MasterFlex Mod. 7553-70**

### 3.3. Alimentación del sistema

Ambos reactores han sido alimentados diariamente con un volumen correspondiente a un octavo del volumen de operación del reactor (RALLFA 45°C = 300 mL, RALLFA 55°C = 250 mL) con una mezcla en una proporción 4:1:5 de vinaza de caña de azúcar, solución de FeSO<sub>4</sub> 1% utilizada como micronutriente y agua corriente, respectivamente.

La mezcla descrita se genera al momento de la alimentación y es calentada en una plancha de calentamiento hasta alcanzar una temperatura 5°C mayor a la temperatura de operación del sistema. Posteriormente se alimenta esta mezcla por medio de una bomba peristáltica (MasterFlex Mod. 7553-70) a un flujo de 15 mL/min, para evitar ingresar burbujas de aire al reactor.

### 3.4. Parámetros de seguimiento

La estabilidad de los RALLFA fue determinada por el seguimiento de: Temperatura, pH y DQO, principalmente. Sin embargo, para poder conocer la calidad del biogás obtenido y que este sea rico en metano se requiere del seguimiento de otros parámetros. El listado de todas las pruebas realizadas se encuentra en la Tabla 3.1.

En ella se indica la norma mexicana que se siguió para realizar las determinaciones y, posteriormente, se explicita la técnica empleada a detalle incluyendo las adecuaciones que se realizaron. Para el biogás se usó una metodología adaptada en los laboratorios.

**Tabla 3.1. Metodologías empleadas en esta investigación**

<b>Norma mexicana</b>	<b>Parámetro</b>	<b>Método usado</b>	<b>Periodicidad</b>
NMX-AA-007-SFCI-2013 (DOF, 2013)	Control de la temperatura	Medición directa	Diario
NMX-AA-008-SCFI-2011 (DOF, 2011a)	Determinación de pH	Potenciométrico	Diario

NMX-AA-030/1-SCFI-2012 (DOF, 2011b)	Determinación de la demanda química de oxígeno (DQO)	Digestión ácida y colorimetría	Semanal
NMX-AA-034-1982 (DOF, 1982)	Determinación de sulfuros	1. Espectrofotometría, Azul de Metileno 2. Electrodo de ión selectivo ( <i>ISE</i> )	Semanal Semanal
NMX-AA-034-SCFI-2015 (DOF, 2015)	Determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y tratadas	Gravimétrico	Semanal
NMX-AA-036-SCFI-2001 (DOF, 2001)	Determinación de alcalinidad	Valoración de la muestra	Diario
NMX-AA-074-SCFI-2014 (DOF, 2014)	Determinación del ión sulfato	Turbidimetría, precipitación de sulfato de bario ( $\text{BaSO}_4$ )	Semanal
Bernal-González et al. (2012)	Concentración de metano en el biogás	Cromatografía de gases con detector de ionización de flama (CG-DIF)	Diario

### 3.4.1. Valor de pH, conductividad eléctrica y temperatura

El seguimiento del pH y temperatura se llevó a cabo por medio de la medición directa del efluente al momento de ser retirado del reactor. Para esta tarea se utilizó el medidor de mesa HANNA® HI4522 auxiliado por las sondas para medición de pH HANNA® HI1131b: Electrodo de pH combinado, rellenable y con conector BNC. Para la conductividad eléctrica se empleó la sonda HANNA® HI76310: Sonda de platino de conductividad/TDS de 4 anillos. Para medición de temperatura se usó la sonda HANNA® HI 7662-T.

El procedimiento para la medición de pH está descrito en la norma mexicana NMX-AA-008-SCFI-2011 (DOF, 2011a). Para la medición de temperatura y de conductividad eléctrica se realizaron de manera directa con las sondas descritas en el párrafo anterior. Para los tres parámetros se tomó una muestra de vinaza cruda, vinaza preparada para la alimentación (ver sección 3.3) y del efluente de cada reactor. A cada una de las muestras se le introdujeron las sondas correspondientes.

Posteriormente se colocaron en agitación constante hasta que el potenciómetro indicó mediciones estables.

### **3.4.2. Demanda química de oxígeno (DQO)**

La DQO se determinó de manera semanal y por duplicado por medio de la técnica descrita en la norma mexicana NMX-AA-030/2-SCFI-2012 (DOF, 2012), método de tubo sellado a pequeña escala. La norma indica que el procedimiento es útil para valores de DQO menores a 1000 mg L<sup>-1</sup>, por tal motivo las muestras se diluyeron 1:50 con agua destilada para poder aplicar la técnica.

Para llevar a cabo la determinación se utilizó una alícuota de 2 mL de la dilución 1:50, adicionándole los reactivos correspondientes previamente preparados: 1 mL de la solución premezclada para digestión de materia orgánica que contiene dicromato de potasio, sulfato de mercurio y ácido sulfúrico en agua. Posteriormente se agregan 3 mL de sulfato de plata disuelto en ácido sulfúrico concentrado. Esta mezcla se lleva a cabo en tubos de ensayo roscados con tapas de baquelita, agitando mediante un 'vortex' (Scientific Industries Mod. GENIE 2) que se calentaron a reflujo en el horno FELISA® FE-293A a 165°C por 20 minutos.

Una vez transcurrido el tiempo, se dejaron enfriar a temperatura ambiente para, finalmente, medir la absorbancia a  $\lambda$  de 600 nm por medio de un espectrofotómetro UV-Vis Rayleigh® UV-1800.

Las concentraciones se calcularon a partir de las absorbancias registradas en el espectrofotómetro mediante una curva de calibración que va de 0 a 1000 mg L<sup>-1</sup>.

### 3.4.3. Alcalinidad

Las mediciones de alcalinidad se realizaron todos los días en cuanto la temperatura del efluente obtenido de los dos RALLFA que operaron a 45 y 55°C alcanzaba la temperatura ambiente. Previo a esto, las muestras estaban aisladas mediante una tapa de película plástica adherente hasta el momento de la medición, para reducir al máximo las pérdidas por evaporación del CO<sub>2</sub> disuelto. El procedimiento se describe en la norma mexicana NMX-AA-036-SCFI-2001 (DOF, 2001). Para la determinación, se utilizó el sistema mostrado en la Figura 3.5.



**Figura 3.5. Sistema utilizado para a determinación de alcalinidad**

Consta del equipo de mesa HANNA® HI4522 equipado con la sonda HI1311b para la medición de pH, una plancha de agitación (Thermo Scientific Mod. SP131325) y una bureta (KIMAX 50mL). Las muestras de 50 mL del efluente de cada reactor se fueron titulando con ayuda del equipo de medición de pH ya descrito, hasta los valores de pH = 5.75 (primer volumen  $V_{5.75}$ ) y pH = 4.3 (segundo volumen  $V_{4.3}$ ) con una disolución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1N, previamente estandarizada usando como patrón primario carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) e indicador anaranjado de metilo. Los volúmenes  $V_{5.75}$  y  $V_{4.3}$  registrados se usaron para la medición del factor de alcalinidad y el volumen total

que es la suma de ambos  $V_T$  para calcular la alcalinidad total del efluente reportada en mg de  $\text{CaCO}_3 \text{ L}^{-1}$ .

#### 3.4.4. Sulfuros ( $\text{S}^{2-}$ )

La concentración de sulfuros se midió de manera semanal mediante dos técnicas. La primera está descrita en la norma mexicana NMX-AA-084-1982 (DOF, 1982), donde se sigue el procedimiento para la medición vía azul de metileno, diluyendo la muestra problema 1:50 en agua destilada y tomando una alícuota de 7.5 mL a la cual se le añadieron 0.5 mL de una solución de ácido amino sulfúrico y 0.15 mL de la solución de cloruro férrico, agitando vigorosamente y después de 5 minutos adicionando 1.6 mL de una solución de  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ . La muestra se agitó nuevamente y se analizó en el espectrofotómetro UV-Vis midiendo la absorbancia a una  $\lambda$  de 664 nm. Las muestras tomaban tonalidades de acuerdo con su concentración de rosado a azul (Fig. 3.6).



**Figura 3.6. Muestras de la curva de calibración de la técnica de azul de metileno para determinar sulfuros**

La segunda técnica usada, fue por medio del potenciómetro antes descrito y el electrodo combinado de ión selectivo (*ISE*) para plata/sulfuro HANNA® HI4115. Para realizar la determinación de la concentración del ión sulfuro por este medio se toma una muestra de 5 mL a la que se le adicionan 5 mL de una solución amortiguadora (*buffer* en inglés) para eliminar la fuerza iónica de la solución, SAOB HANNA® HI

4015-00, se introduce la sonda y la medición queda reportada en el potenciómetro en ppm.

En ambos casos se diluyó la muestra problema 1:50 para poder hacer las mediciones comparativas y poder estar dentro de los intervalos de confianza de la técnica de azul de metileno.

#### **3.4.5. Sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ )**

La medición del ión sulfato se realizó de manera semanal a partir de la adaptación de la técnica a nivel de laboratorio descrita en la norma mexicana NMX-AA-074-SCFI-2015 (DOF, 2015). Se analizaron 5 mL de la muestra diluida 1:50, a la que se le agregó 1 mL de la solución amortiguadora descrita en la norma y  $0.015 \pm 0.005$  g de  $\text{BaCl}_2$ , agitando de manera vigorosa y dejando reposar por  $5.0 \pm 0.2$  min para analizar la absorbancia en el espectrofotómetro ya descrito a una  $\lambda$  de 420 nm.

#### **3.4.6. Sólidos**

La determinación de sólidos en la muestra se realizó de acuerdo con el procedimiento descrito en la norma mexicana NMX-AA-034-SCFI-2001 (DOF, 2001). Para esta determinación se utilizaron cápsulas de porcelana y crisoles 'gooch' de porcelana, previamente secados a masa constante; además de filtros de fibra de vidrio GE® Whatman™ 934-AH de 21 mm de diámetro CAT. No.1827-021. Para la primera parte se colocaron los filtros en los crisoles 'gooch' para introducirlos a una mufla con todo el material de porcelana a calcinar a  $450 \pm 50^\circ\text{C}$  por 20 minutos, realizando el ciclo de secado que se usó durante toda la técnica: Se colocó el material dentro del horno FELISA® FE-293A a  $110 \pm 5^\circ\text{C}$  por 1 hora. Transcurrido el tiempo se trasladó el material a un secador para alcanzar la temperatura ambiente sin absorber humedad del medio. Se pesaron las cápsulas y crisoles en una balanza

analítica OHAUS® Mod. AG245, registrando la masa medida y repitiendo el proceso de secado, reportando el valor de masa cuando no alcanzara una variación  $\leq 0.0005$  g. La masa del material seco se registró como  $m_{0\text{-crisol}}$  y  $m_{0\text{-cápsula}}$ . Con el material seco a masa constante, se tomó una alícuota de 5 mL de cada muestra a analizar y se puso a filtrar por gravedad (Fig. 3.7) por 12 horas. La fase filtrada se colocó en las cápsulas para seguir el ciclo de secado ya descrito (Fig. 3.8). Las masas registradas se denominaron  $m_{1\text{-crisol}}$  y  $m_{1\text{-cápsula}}$ .



**Figura 3.7. Filtración de las muestras líquidas por gravedad. Los crisoles 'gouch' tienen un filtro de fibra de vidrio previamente colocado al vacío**



**Figura 3.8. Muestras al momento de salir de la estufa después del proceso de evaporación**

Una vez alcanzada la masa constante, las muestras se calcinaron a  $450 \pm 50^\circ\text{C}$  en la mufla Lindbergh Tipo 51894 por 20 minutos, repitiendo el proceso de enfriamiento y secado hasta alcanzar masas constantes. A estas masas se les nombró como  $m_{2\text{-crisol}}$  y  $m_{2\text{-cápsula}}$ . La determinación de sólidos se reportó en  $\text{mg L}^{-1}$  de muestra. En la Figura 3.9 se presenta una esquematización de cómo identificar las muestras de acuerdo con el procedimiento empleado en cada etapa y para la determinación de cada uno de ellos se realizaron los siguientes cálculos:

- a. La cuantificación de los sólidos disueltos totales (SDT) se realizó mediante la Ec. 3.1:

$$SDT = \frac{(m_{1\text{-cápsula}} - m_{0\text{-cápsula}})}{V} * 1\,000\,000 \quad \text{Ec. 3.1}$$

b. La cuantificación de los sólidos suspendidos totales (SST) se realizó mediante la Ec.3.2:

$$SST = \frac{(m_1 - m_{\text{crisol}} - m_0 - m_{\text{crisol}})}{v} * 1\,000\,000 \quad \text{Ec. 3.2}$$

c. La cuantificación de los sólidos totales\* (ST) se realizó mediante la Ec.3.3:

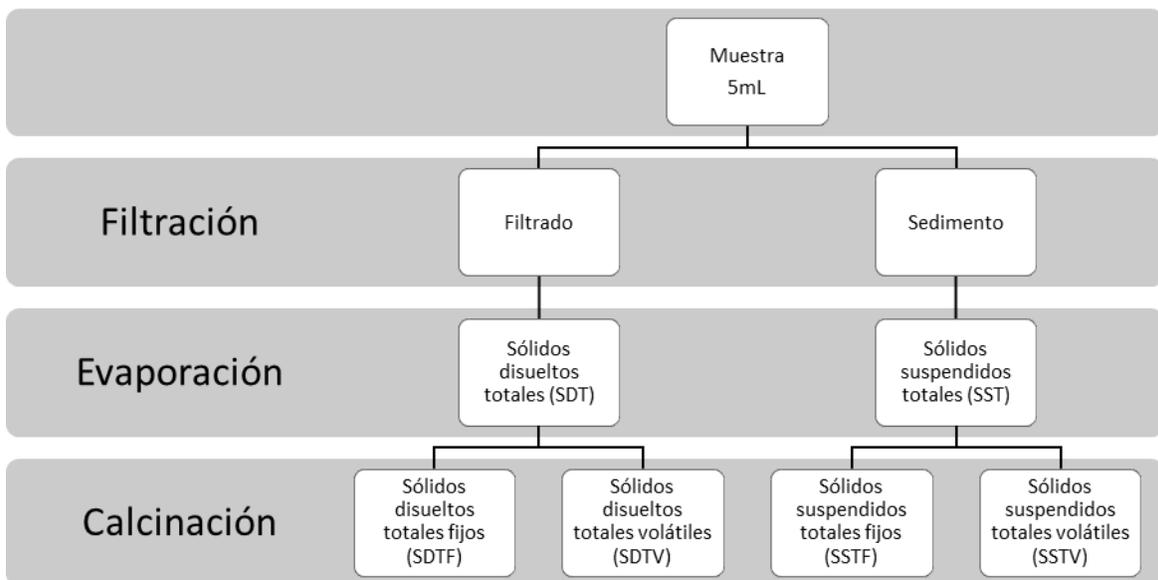
$$ST = \frac{(m_1 - m_0)}{v} * 1\,000\,000 \quad \text{Ec. 3.3}$$

d. La cuantificación de los sólidos fijos totales\* (STF) se hizo mediante la Ec.3.4:

$$STF = \frac{(m_2 - m_0)}{v} * 1\,000\,000 \quad \text{Ec. 3.4}$$

e. La cuantificación de los sólidos volátiles totales<sup>6</sup> (STV) se hizo mediante la Ec.3.5:

$$STV = \frac{(m_1 - m_2)}{v} * 1\,000\,000 \quad \text{Ec. 3.5}$$



**Figura 3.9. Determinación de sólidos de las muestras. Los sólidos totales ST se determinan a partir de la suma de los valores de los SDT y SST y se corroboran evaporando a sequedad una muestra original. Los sólidos volátiles se determinan a partir de la diferencia entre los ST y los STF**

<sup>6</sup> En las determinaciones de sólidos totales (ST, STF, STV) se considera la suma del crisol y cápsula asociados con la muestra analizada

### 3.4.7. Determinación del metano en el biogás

La determinación de biogás se realizó por medio de la técnica descrita en el artículo *Ahorro de energía: Uso de reactores anaerobios termofílicos para la obtención de metano a partir de vinazas de ingenios azucareros-alcoholeros. Efecto de la temperatura en el desempeño de las biocomunidades anaerobias* (Bernal-González et al., 2012). De manera diaria se tomaba una muestra de biogás del tanque recolector y se lavaba con una solución HCl:NaCl saturada 1:10 con rojo de metilo como indicador. Se analizaba en el cromatógrafo de gases Perkin Elmer con un detector de ionización de flama (temperatura de columna de 170°C con incremento de 10°C min<sup>-1</sup> y del detector, 150°C; gas acarreador nitrógeno a 200 kPa). Se tomaron 5 µL de la muestra de biogás y se analizaron por triplicado; los datos registrados de área bajo la curva se cuantificaron con una curva de calibración para obtener los resultados como volumen de metano.

### 3.5. Análisis estadísticos

Los datos de producción de biogás fueron analizados estadísticamente usando la paquetería STATGRAPHICS CENTURION 19 X64-Español. Con este software se realizó un análisis de varianza, andeva (ANOVA por sus siglas en inglés) para determinar cuál reactor tuvo la mayor producción de metano a partir de los tres valores determinados durante el experimento:

1. Volumen desplazado de la trampa de biogás
2. Volumen teórico determinado a partir de la remoción de la DQO de la alimentación
3. Volumen determinado por medio del análisis de CG-DIF

Las mediciones para determinar si existen diferencias significativas en los conjuntos de datos consideran un intervalo de confianza del 95% ( $p < 0.05$ ). En caso de

determinar una diferencia significativa, los grupos son analizados por la prueba de Kruskal-Wallis para determinar si las medianas de los grupos de análisis pertenecen al mismo grupo.

En el siguiente capítulo se presentan los resultados y se discuten en el marco de los objetivos buscados.

## **CAPÍTULO 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

Los resultados presentados corresponden a 24 semanas de trabajo experimental. Debido a que algunas pruebas solamente se realizaban de manera semanal, se realizaron promedios de los datos de pH, alcalinidad y conductividad de la semana para poder compararlos directamente. Estas semanas se dividieron en tres etapas; la primera, de la semana 1 a la 4 donde se acondicionaron los RALLFA a las condiciones de operación buscadas; la segunda etapa correspondió a las semanas de la 5 a la 17, periodo de estabilización de los reactores y, finalmente, la etapa de análisis de biogás de la semana 18 a la 24, donde se tomaron muestras del biogás generado y se analizaron por cromatografía de gases para conocer su concentración de metano. Con esta información se compararon con el valor determinado teóricamente a partir del dato obtenido de la remoción de DQO reportada en el sistema. Las segunda y tercera etapas están determinadas por la repetibilidad de los datos semanales. Se consideraron principalmente los parámetros de remoción de DQO, remoción de sulfatos y generación de sulfuros para que fueran constantes o con variaciones de  $\pm 10\%$ . También se estableció que durante este lapso siempre hubiese generación de biogás en ambos sistemas.

### **4.1. Caracterización de la vinaza**

La vinaza se caracterizó junto con las otras pruebas experimentales determinando de sulfuros, sulfatos y DQO mediante diluciones 1:50 para poder analizarlas con las técnicas descritas. El resto de los análisis se realizaron de forma directa.

La vinaza utilizada es de aroma dulce y color marrón intenso, resultado de la degradación de la melaza y la formación de compuestos fenólicos que pueden presentar características antioxidantes reduciendo o incluso inhibiendo la actividad

microbiológica (Caputo, 2020). Los datos de caracterización fisicoquímica se reportan en la Tabla 4.1.

**Tabla 4.1. Características de la vinaza empleada**

<b>Característica</b>	<b>Valor</b>	<b>Característica</b>	<b>Valor</b>
pH (u.pH)	4.6 ± 0.1	ST (mg/L)	76,200 ± 7,000
Conductividad eléctrica (mS/cm)	29.1 ± 0.8	SDT (mg/L)	64,700 ± 8,200
Temperatura de muestreo (°C)	13.5 ± 4.6	SST (mg/L)	11,500 ± 4,700
DQO (mg/L)	51,131 ± 8,966	STV (mg/L)	52,200 ± 5,000
Sulfuros (mg/L)	24.5 ± 1.2	STF (mg/L)	24,000 ± 3,500
Sulfatos (mg/L)	4,271 ± 1,185		

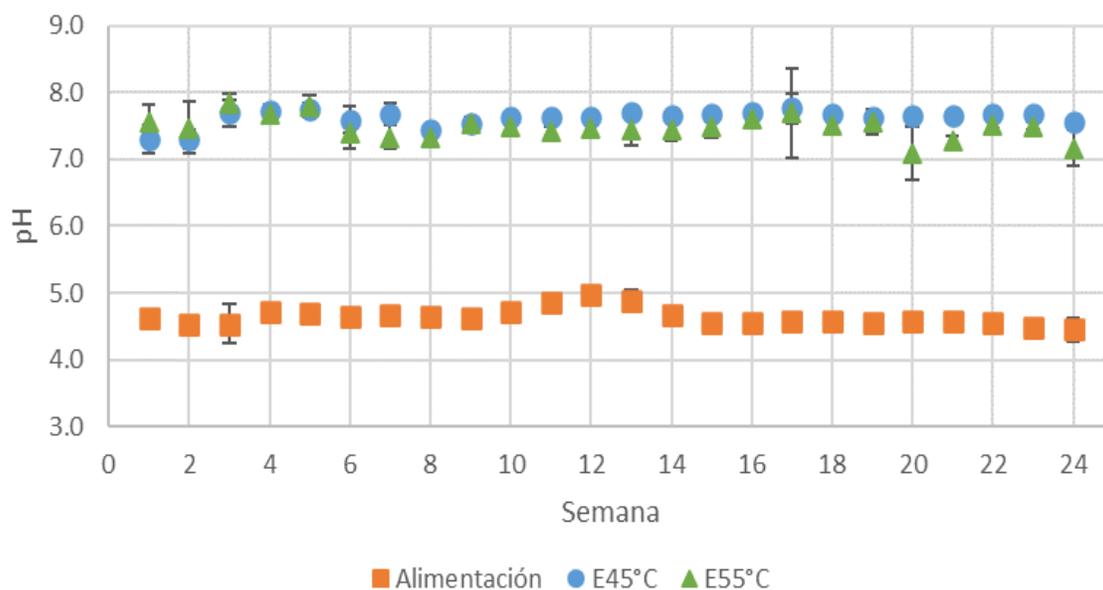
La caracterización de la vinaza sirve para conocer las propiedades del influente que se alimenta el reactor. En este caso, puede verse que la vinaza utilizada para esta investigación tiene valores de pH, DQO y ST cercanos a los ya reportados en otras investigaciones (Tabla 1.1), en donde las medias son de pH =  $4.84 \pm 0.93$ , DQO =  $76,707 \pm 33,823$  mg-DQO L<sup>-1</sup> y ST =  $64,937 \pm 19,993$  mg L<sup>-1</sup> en comparación con los valores determinados de pH =  $4.6 \pm 0.14$ , DQO =  $51,131 \pm 8,966$  mg-DQO L<sup>-1</sup> y ST =  $76,200 \pm 7,000$  mg L<sup>-1</sup> los dos primeros datos se encuentran dentro de los mismos intervalos de confianza y solamente los sólidos totales están elevados en esta investigación con respecto de la DQO (que debiera recogerlos en su valor).

Sin embargo, tomando la misma referencia como recurso de comparación, podría apreciarse una concentración menor del ión sulfato. En los valores ya reportados se tiene una concentración media de  $10,063.33 \pm 10.833$  mg-S<sup>-2</sup> L<sup>-1</sup> en comparación con la determinada que es de  $4,271.8 \pm 1,185.4$  mg-S<sup>-2</sup> L<sup>-1</sup>.

## **4.2. Valor de pH, conductividad eléctrica y temperatura**

Estos parámetros fueron medidos de manera diaria al momento de preparar la alimentación y al momento de extraer los efluentes de los reactores y, en esta sección, se presentan los promedios semanales.

Los valores promedio de pH se presentan en la Figura 4.1. Estos se comportaron de forma regular durante todo el tiempo de análisis. El valor de pH registrado de los efluentes es de  $R45^{\circ}\text{C} = 7.6 \pm 0.12$  y  $R55^{\circ}\text{C} = 7.5 \pm 0.17$ . Ambos se encuentran en los intervalos de confianza reportados por Rojas (1987) de 6.0 a 7.6 y el de Parsaee y colaboradores (2019) de 6.8 a 8.2.



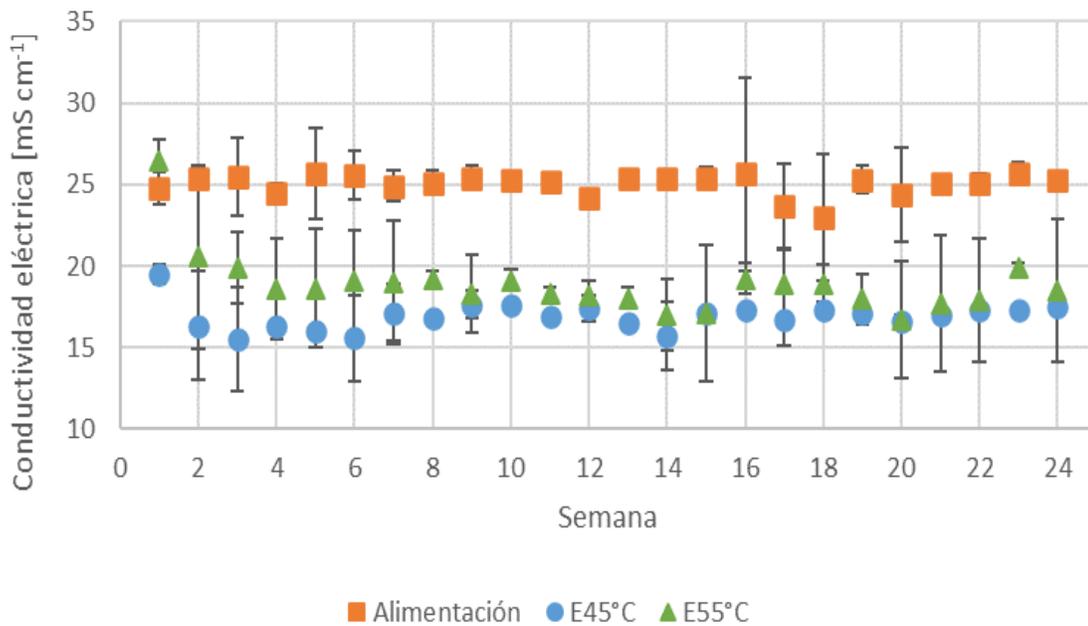
**Figura 4.1. Valores semanales promedio de pH**

Se puede ver una leve variación en el pH alrededor de la semana 20 en el efluente del  $R55^{\circ}\text{C}$  de -0.4 unidades, pero no es de gran relevancia ya que se mantiene dentro de los parámetros de estabilidad.

Hay una buena respuesta por parte de ambos reactores para neutralizar la alimentación ácida, pudiendo atribuirse a la capacidad amortiguadora del sistema. Esto se analizará más adelante.

La conductividad eléctrica mide la cantidad de iones en solución en las vinazas. En la Figura 4.2 se presentan los valores promedio semanales. Hay un comportamiento

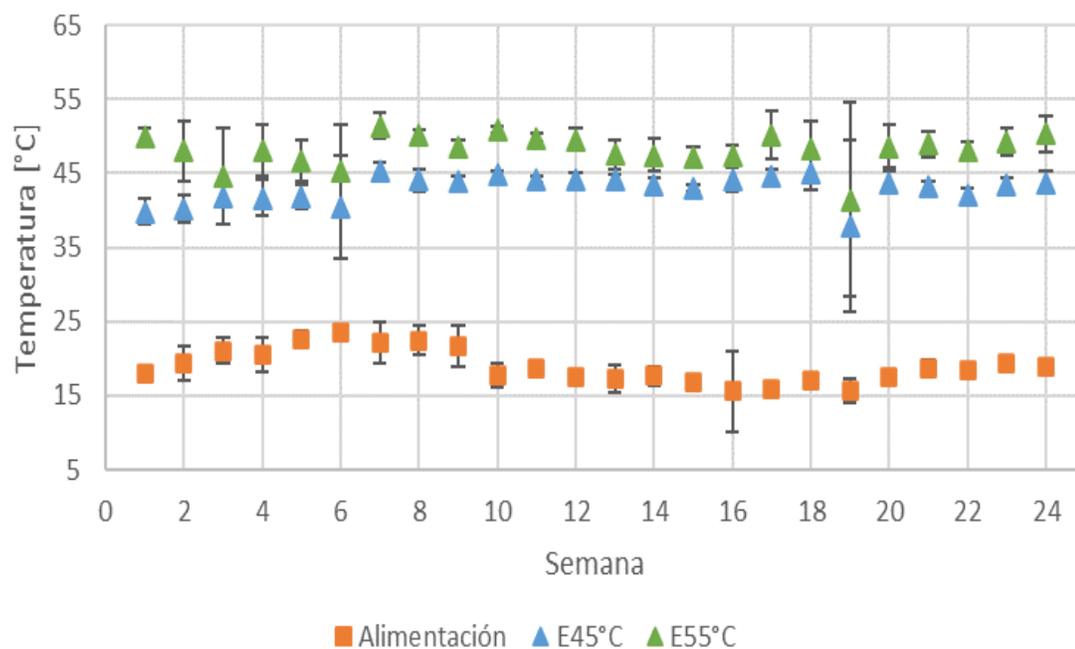
regular a partir de la semana 6, ya que todos los valores se encuentran dentro del mismo intervalo de confianza. Los valores determinados de conductividad son para  $R45^{\circ}\text{C} = 16.9 \pm 0.82 \text{ mS cm}^{-1}$  y para  $R55^{\circ}\text{C} = 18.9 \pm 1.82 \text{ mS cm}^{-1}$ . Se aprecia una reducción de este parámetro con respecto de la alimentación que es de  $25 \pm 0.64 \text{ mS cm}^{-1}$ . Se podría asociar esta disminución a una menor concentración del ión sulfato por la formación de sulfuro de hidrógeno debido al tratamiento anaerobio. Sin embargo, no se puede concluir que este comportamiento esté relacionado, ya que la formación de sulfuros fue similar en ambos reactores y la concentración de sulfuros en los efluentes hace descartar esta aseveración, requiriendo más información para concluir algo relacionado con este parámetro.



**Figura 4.2. Valores de conductividad eléctrica promedio a la semana**

Las mediciones de la temperatura se reportan en la Figura 4.3. Estas se realizaron al momento de la extracción de los efluentes y al preparar la alimentación, Hay un comportamiento estable durante todo el experimento a excepción de la semana 19 donde hubo una disminución de alrededor de  $4^{\circ}\text{C}$ , sin embargo, esto no es de relevancia, ya que esta medición se encuentra dentro del intervalo del régimen mesofílico.

Las mediciones indican que las temperaturas de los efluentes se encuentran en  $R45^{\circ}\text{C} = 43.0 \pm 1.85^{\circ}\text{C}$  y para  $R55^{\circ}\text{C} = 48.2 \pm 2.14^{\circ}\text{C}$ ; estos dos valores son menores a los esperados, ya que hay una diferencia de  $-2^{\circ}\text{C}$  para  $R45^{\circ}\text{C}$  y de  $-7^{\circ}\text{C}$  para  $R55^{\circ}\text{C}$ . Esto podría atribuirse a dos factores, el primero, un error técnico donde las mediciones de temperatura se realizaban después de un periodo largo de tiempo desde el momento de la extracción de los efluentes hasta la medición con el potenciómetro; el segundo, a un sistema de aislamiento relativamente efectivo, lo que estaría generando perfiles de temperatura en el reactor. Cada sistema tiene su propio termómetro y estos indicaban que la temperatura de operación era correcta.



**Figura 4.3. Valores promedio registrados de temperatura semanal**

Se iniciará el reforzamiento del sistema de aislamiento para garantizar que la temperatura se mantenga constante ya que afecta la actividad microbiana e influye en la tasa de transferencia de gases y la sedimentación de los sólidos biológicos (CONAGUA, 2019).

### 4.3. Alcalinidad

La alcalinidad se calculó de manera diaria y, al igual que las mediciones de pH, se promediaron los datos semanales para poder comparar esta con las demás pruebas realizadas.

En la Figura 4.4 se reportan los valores promedio de alcalinidad en  $\text{mg CaCO}_3 \text{ L}^{-1}$ , pudiendo identificarse un comportamiento estable a partir de la semana 6 hasta la semana 22 donde, aunque se observa un incremento de alrededor de  $1000 \text{ mg-CaCO}_3 \text{ L}^{-1}$ , los valores determinados se encuentran en el mismo intervalo de confianza de las mediciones promedio de cada reactor, que son para  $R_{45^\circ\text{C}} = 6,645 \pm 545 \text{ mg-CaCO}_3 \text{ L}^{-1}$  y para  $R_{55^\circ\text{C}} = 6,802 \pm 946 \text{ mg-CaCO}_3 \text{ L}^{-1}$ .

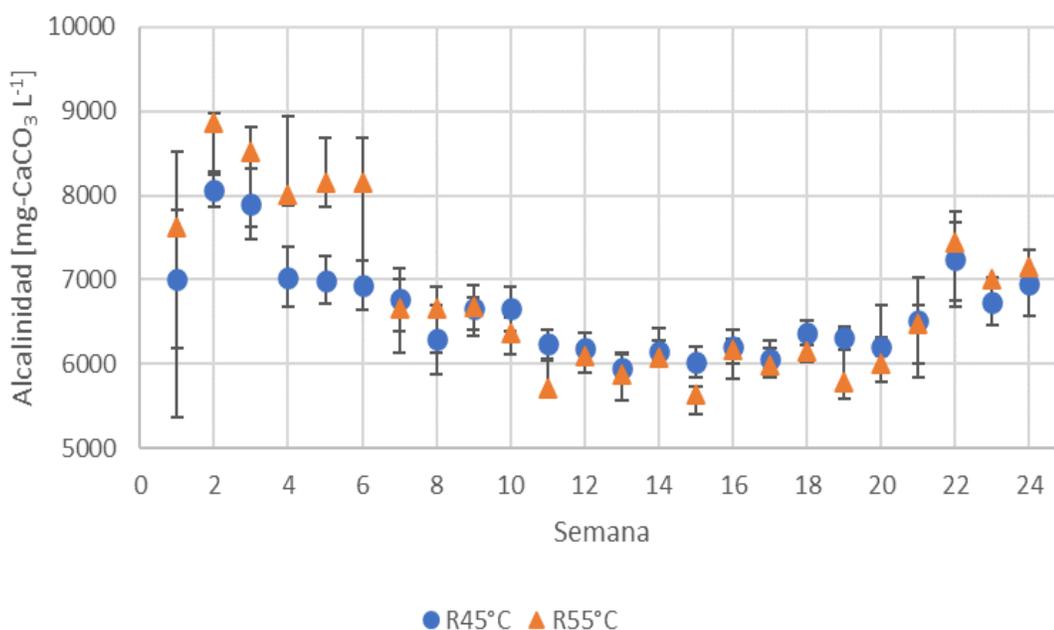
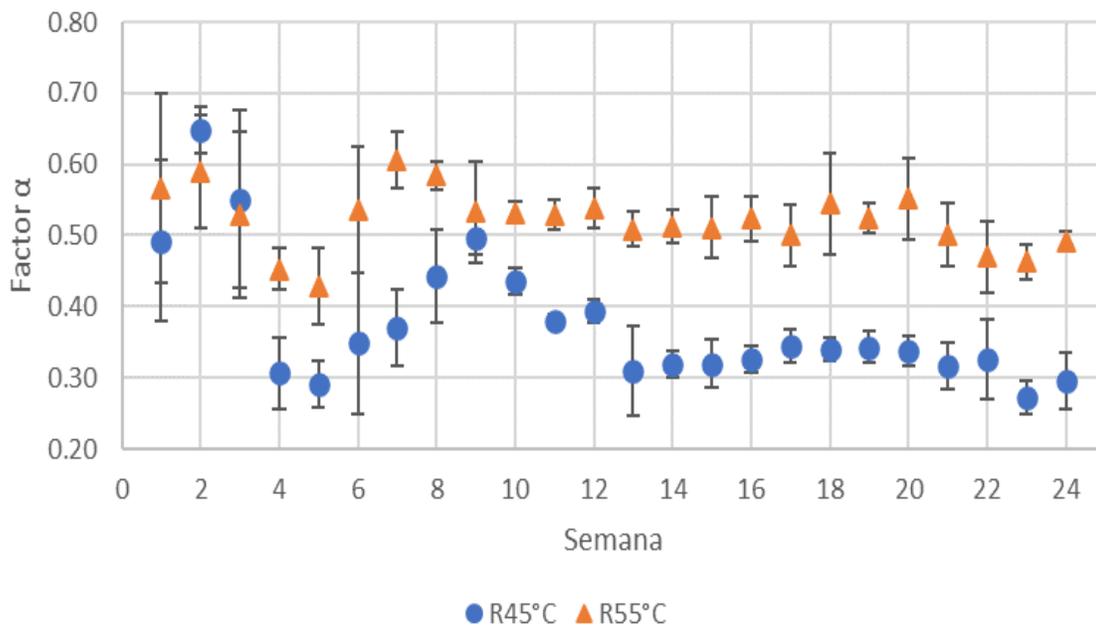


Figura 4.4. Valores registrados de alcalinidad promedio semanal

En ambos casos se presentan valores de alcalinidad sobre el intervalo recomendado por Chernicharo (2007) de  $1,500$  a  $5,000 \text{ mg-CaCO}_3 \text{ L}^{-1}$ . Sin embargo, este dato proporciona una ventaja operativa, ya que la alimentación ácida reacciona con esta capacidad excedente, evitando la acumulación de AGV en el sistema. Se puede

concluir que dentro de las temperaturas de operación indicadas este parámetro no presenta diferencias significativas.

El factor alfa ( $\alpha$ ) sirve para tener un indicativo del buen funcionamiento de los RALLFA. En la Figura 4.5 puede verse que hubo un comportamiento estable en ambos reactores.

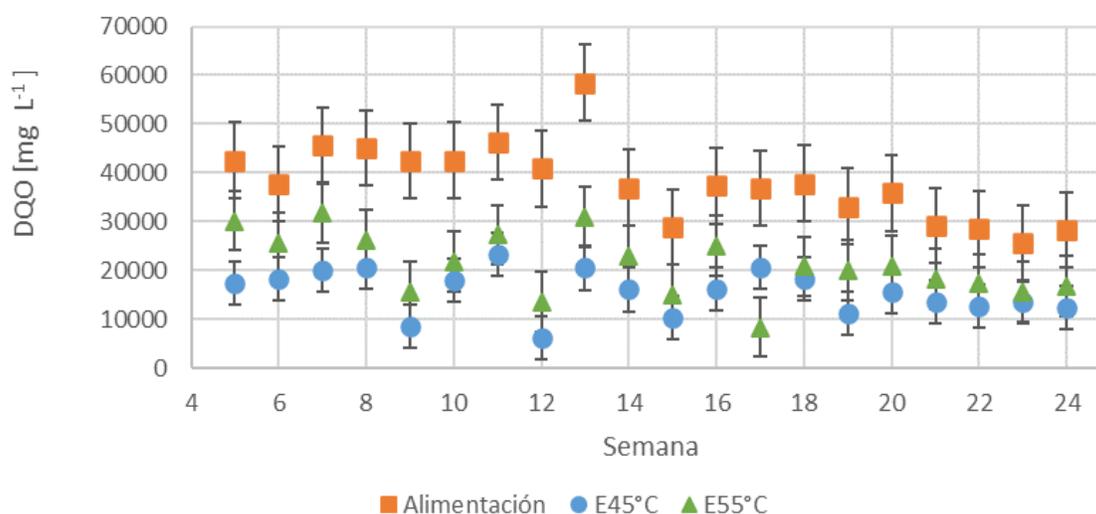


**Figura 4.5. Factor de alcalinidad ( $\alpha$ ) calculado para ambos sistemas de trabajo**

Especialmente el R45°C tuvo un comportamiento dentro de los parámetros de estabilidad indicados en la investigación de Rojas (1987), con un valor de  $\alpha = 0.4 \pm 0.09$ . El R55°C tiene un valor ligeramente alto de  $\alpha = 0.5 \pm 0.04$ , aunque no se han presentado problemas de acidificación. Podría sugerirse que este aumento está relacionado con la cantidad de AGV en el medio, pero habría que hacer análisis de estos compuestos para corroborar esa hipótesis.

#### 4.4. Demanda química de oxígeno (DQO)

La DQO indica la cantidad de materia orgánica e inorgánica oxidable presente en una muestra. Esta determinación se realizó a partir de la semana 5 ya que se esperaba tener los sistemas estables con respecto de las condiciones de operación indicadas para esta labor. La Figura 4.6 presenta los valores determinados durante todo el experimento.



**Figura 4.6. DQO determinada para las muestras tomadas durante el periodo experimental**

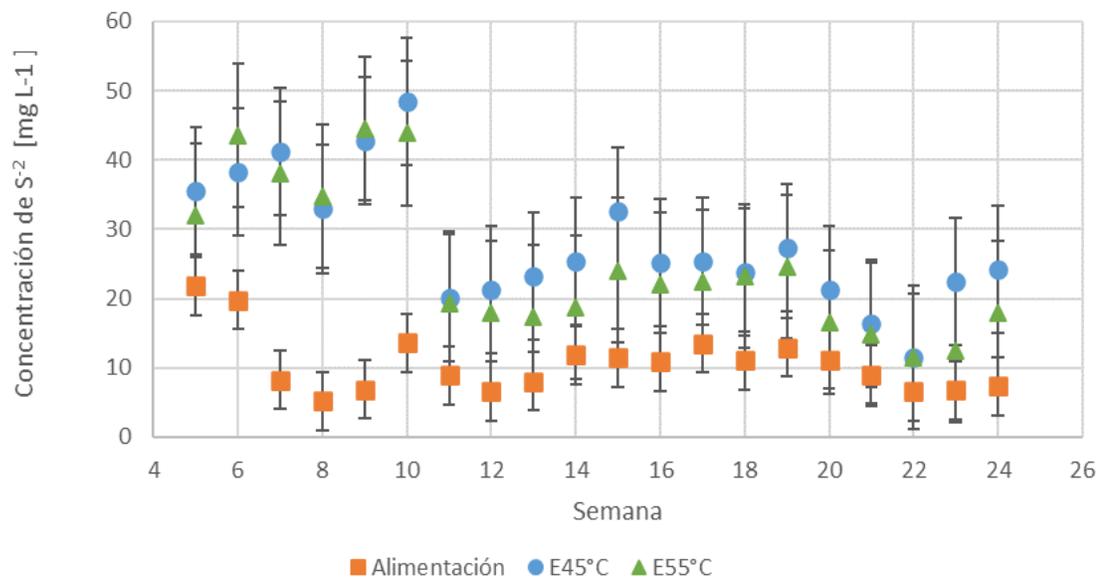
Con estos valores se calculó el promedio de remoción de DQO del efluente de cada reactor. Para el R45°C se tuvo una remoción promedio de  $24,153 \pm 6,214$  mg-DQO L<sup>-1</sup>, lo que corresponde al  $59 \pm 11\%$  de la materia orgánica alimentada. Para el R55°C se tiene una remoción promedio de  $17,379 \pm 5,292$  mg-DQO L<sup>-1</sup>, lo que corresponde al  $45 \pm 13\%$  de la materia orgánica alimentada. Esta remoción es baja en comparación a la recomendada por Parsaee y colaboradores (2019), ya que la alimentación tiene una concentración de  $38,026 \pm 7,729$  mg-DQO L<sup>-1</sup> y es cercana a la reportada de  $37,409$  mg-DQO L<sup>-1</sup> en la alimentación del reactor.

Los valores de remoción de DQO también servirán para un cálculo estimado de la formación de biogás teórica, considerando que toda la materia orgánica carbonosa removida se convirtiera en metano.

## 4.5. Sulfuros

La medición de sulfuros ( $S^{-2}$ ) en el efluente de ambos reactores ayuda a conocer si el ión sulfato contenido en la vinaza está siendo removido del medio a partir de los organismos sulfato-reductores. La prueba se realizó por los dos métodos presentados. En ambas técnicas se reportan datos de acumulación de sulfuros en el sistema.

Para la prueba de azul de metileno se reportan los datos determinados en la Figura 4.7.

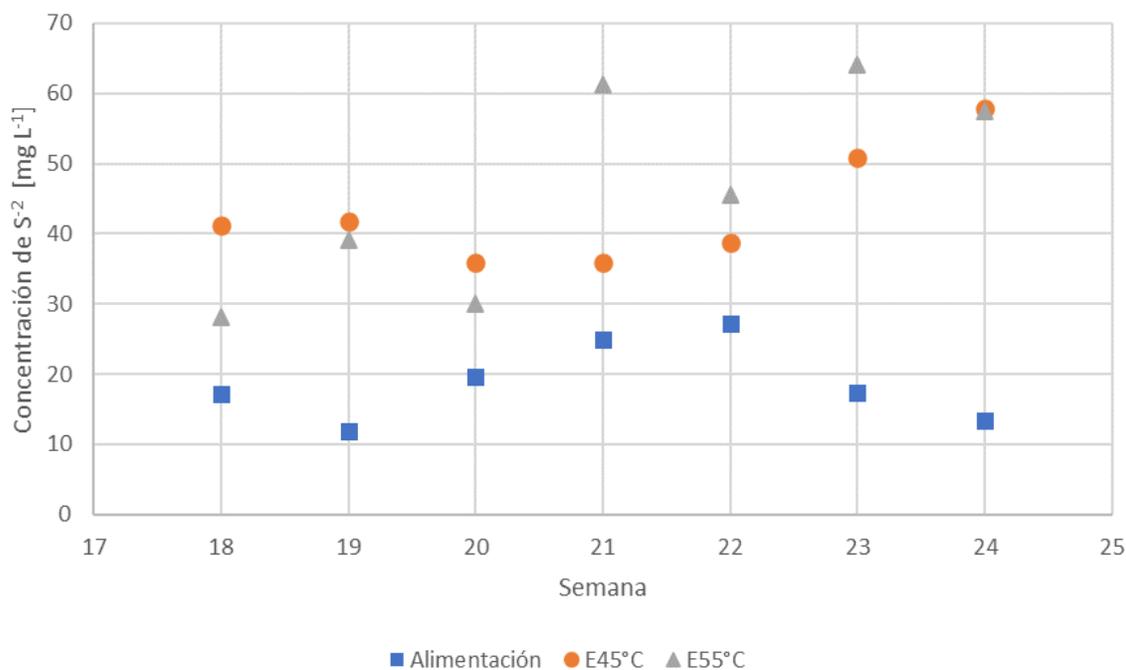


**Figura 4.7. Concentraciones de sulfuros reportadas por la prueba de azul de metileno**

Es evidente un aumento en la concentración del ión sulfuro en los efluentes con respecto de la alimentación, que tiene una concentración de  $10.6 \pm 4.21 \text{ mg-S}^{-2} \text{ L}^{-1}$ . La concentración promedio en el R45°C es de  $28.0 \pm 9.19 \text{ mg-S}^{-2} \text{ L}^{-1}$

correspondiendo a un aumento de  $143 \pm 30\%$ . Para el  $R55^{\circ}\text{C}$  la concentración reportada es de  $25.0 \pm 10.4 \text{ mg-S}^{-2} \text{ L}^{-1}$  que corresponde a un  $91 \pm 7\%$  de incremento.

La medición con el electrodo combinado  $\text{Ag/S}^{-2}\text{ISE HANNA}^{\circledR}$  HI 4115 se reporta en la Figura 4.8. Estas mediciones se realizaron de la semana 18 a la 24 para tener un mejor control del proceso al momento de analizar el biogás en la muestra. La medición se realizaba al extraer el efluente del reactor y se preparaba la solución amortiguadora (*buffer*) indicada para evitar pérdidas por oxidación de ella. Las mediciones fueron mayores a las registradas por el método del azul de metileno.



**Figura 4.8. Mediciones de sulfuro realizadas con el electrodo combinado  $\text{Ag/S}^{-2}\text{ISE HANNA}^{\circledR}$  HI 4115**

Las mediciones con el electrodo ISE selectivo permiten ver una generación promedio mayor. Para el  $R45^{\circ}\text{C}$  se ve un aumento promedio de la concentración del ión de  $24.4 \pm 12.4 \text{ mg L}^{-1}$  correspondiente a un aumento del  $255 \pm 109\%$ . Para el  $R55^{\circ}\text{C}$  el aumento de la concentración fue de  $27.8 \pm 15.1 \text{ mg L}^{-1}$  que corresponden a un  $109 \pm 34\%$ .

De acuerdo con el manual de la APHA, AWWA, WEF (2012), las posibles interferencias que probablemente hayan ocasionado estas diferencias pueden estar asociadas con dos factores. El primero es debido a una pérdida de sulfuro de hidrógeno por gasificación y la segunda causa está ligada a una alta concentración de sulfuros en las diluciones analizadas para utilizar este método. Otra interferencia técnica que se habría identificado está relacionada con el potenciómetro de mesa HANNA® HI4522, ya que el equipo “solicitaba” una calibración del electrodo para cada vez que se medía una muestra y, como consecuencia, la preparación de un patrón de Na<sub>2</sub>S con una concentración de 1000 mg-S<sup>-2</sup> L<sup>-1</sup>, generando así un mayor error asociado con estos pasos adicionales para realizar cada medición.

La comparación de los dos métodos empleados para esta variable se presenta en la Tabla 4.2. De acuerdo con esos resultados podría señalarse que, aunque los valores reportados por la sonda son mayores que los reportados por la técnica colorimétrica, no resultaron ser confiables ya que la dispersión de los datos de las mediciones promedio del electrodo son mayores, aunque ambas técnicas reportan valores dentro del intervalo de operación recomendado. Por ello, se preferiría considerar los resultados de los análisis con el azul de metileno. No obstante, habría que estudiar cómo poder aprovechar la sonda en futuras investigaciones haciendo intercalibraciones con soluciones patrón.

**Tabla 4.2. Análisis comparativo de los datos experimentales obtenidos por las dos técnicas usadas para la determinación del ión S<sup>-2</sup> [mg L<sup>-1</sup>] (p<0.05)**

Reactor	Azul de metileno	HANNA® HI 4115
<b>RALLFA 45°C</b>	13.1 ± 3.9	24.4 ± 12.4
<b>RALLFA 55°C</b>	8.4 ± 0.6	27.8 ± 15.1

a,b Letras diferentes indican diferencias estadísticamente significativas

Las diferencias observadas por ambas técnicas son revisadas por un análisis estadístico al 95% de confianza. En la Tabla 4.3 puede verse el resultado de la prueba de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el comportamiento de la generación del ión sulfuro (S<sup>-2</sup>) en el RALLFA operado a 45°C. Se puede confirmar que ambas mediciones se encuentran en diferentes

grupos homogéneos, por lo que hay diferencias significativas entre ambas mediciones.

**Tabla 4.3. Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para la generación del ión sulfuro (S<sup>-2</sup>) determinado por ambas técnicas en el RALLFA a 45°C**

<i>Origen</i>	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>		
R45°C AzulIM	7	13.1354	X		
R45°C HI4115	7	24.3899	X		
<i>Contraste</i>			<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
R45°C AzulIM - R45°C ISE			*	-12.6815	10.8692

\* indica una diferencia significativa; Método: 95.0 porcentaje LSD

El mismo análisis se realizó para los valores determinados de generación del ión sulfuro (S<sup>-2</sup>) para el comportamiento mostrado en el RALLFA operado a 55°C. Los resultados se presentan en la Tabla 4.4 donde se puede ver que hay diferencias significativas entre ambos grupos, por lo que ambas mediciones no tienen relación.

**Tabla 4.4. Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para la generación del ión sulfuro (S<sup>-2</sup>) determinado por ambas técnicas en el RALLFA a 55°C**

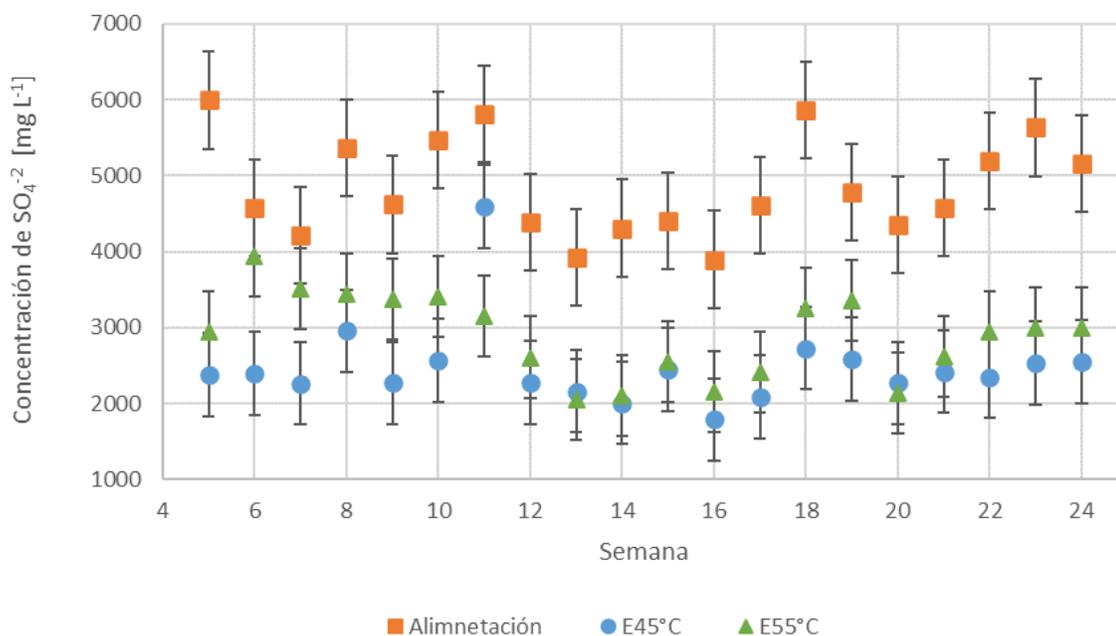
<i>Origen</i>	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>		
R45°C AzulIM	7	8.3677	X		
R45°C HI4115	7	27.7744	X		
<i>Contraste</i>			<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
R45°C AzulIM - R45°C ISE			*	-20.1046	12.8221

\* indica una diferencia significativa; Método: 95.0 porcentaje LSD

## 4.6. Sulfatos

La remoción de sulfatos es muy importante en el tratamiento de vinazas, como se mencionó anteriormente. Esto se debe a que en la fermentación que da origen a las vinazas se utiliza ácido sulfúrico para inhibir la competencia por la glucosa entre las levaduras y otros microorganismos, haciendo que estos iones aumenten en el medio. En la Figura 4.9 puede verse que hay una disminución de las concentraciones de este parámetro en cada reactor. La alimentación de ambos reactores tiene una

concentración de  $4,858 \pm 636 \text{ mg-SO}_4^{2-} \text{ L}^{-1}$ . Para el E45°C se obtuvo una concentración de  $2,483 \pm 545 \text{ mg-SO}_4^{2-} \text{ L}^{-1}$ , lo que indica una remoción del  $49 \pm 8\%$  y para el R55°C se determinó una concentración de  $2,899 \pm 544 \text{ mg-SO}_4^{2-} \text{ L}^{-1}$  que refleja una remoción de  $40 \pm 10\%$ .



**Figura 4.9. Concentración del ión  $\text{SO}_4^{2-}$  reportada por la prueba turbidimetría**

Con estas determinaciones, también puede determinarse la relación entre los valores de la DQO con respecto de las concentraciones del ión sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ). Los valores son muy grandes, para el R45°C de 6.34 y para el R55°C de 7.33. Por lo tanto, no existe interferencia por parte de los consorcios sulfato-reductores.

Para el análisis de generación de biogás teórico se debe hacer el ajuste de la DQO consumida para la reducción de este ión, estimando que se requieren 64 g-DQO removida para reducir 96 g del ión ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) (Chernicharo, 2007).

## 4.7. Sólidos

La determinación de sólidos totales en las muestras se realizó de manera semanal. En algunos casos como en la semana 19 se tuvieron problemas para el filtrado de las muestras en el crisol 'gooch', por lo que se prefirió para analizar el comportamiento de ambos reactores emplear las mediciones de sólidos totales. Los histogramas reportan el comportamiento medido desde la semana 8. En ellos se aprecia que, a pesar de haber variaciones en la cantidad de sólidos alimentados, se comportaron de forma regular en el efluente durante la mayor parte del periodo.

La Figura 4.10 muestra las determinaciones de sólidos en la alimentación de los RALLFA, calculando concentraciones de  $ST = 30,051 \pm 7,046 \text{ mg L}^{-1}$ , de  $SDT = 25,915 \pm 6,579 \text{ mg L}^{-1}$ , de  $SST = 3,494 \pm 1,320 \text{ mg L}^{-1}$ , de  $STV = 19,954 \pm 4,709 \text{ mg L}^{-1}$  y de  $STF = 10,097 \pm 1,837 \text{ mg L}^{-1}$ .



Figura 4.10. Sólidos determinados en la alimentación de los dos RALLFA

La Figura 4.11 muestra las determinaciones de sólidos en el efluente del R45°C, se calculando la concentración de  $ST = 24,525 \pm 5,650 \text{ mg L}^{-1}$ , de  $SDT = 19,792 \pm 5,558 \text{ mg L}^{-1}$ , de  $SST = 4,733 \pm 1,539 \text{ mg L}^{-1}$ , de  $STV = 14,199 \pm 5,693 \text{ mg L}^{-1}$  y de  $STF = 10,326 \pm 1,553 \text{ mg L}^{-1}$ .

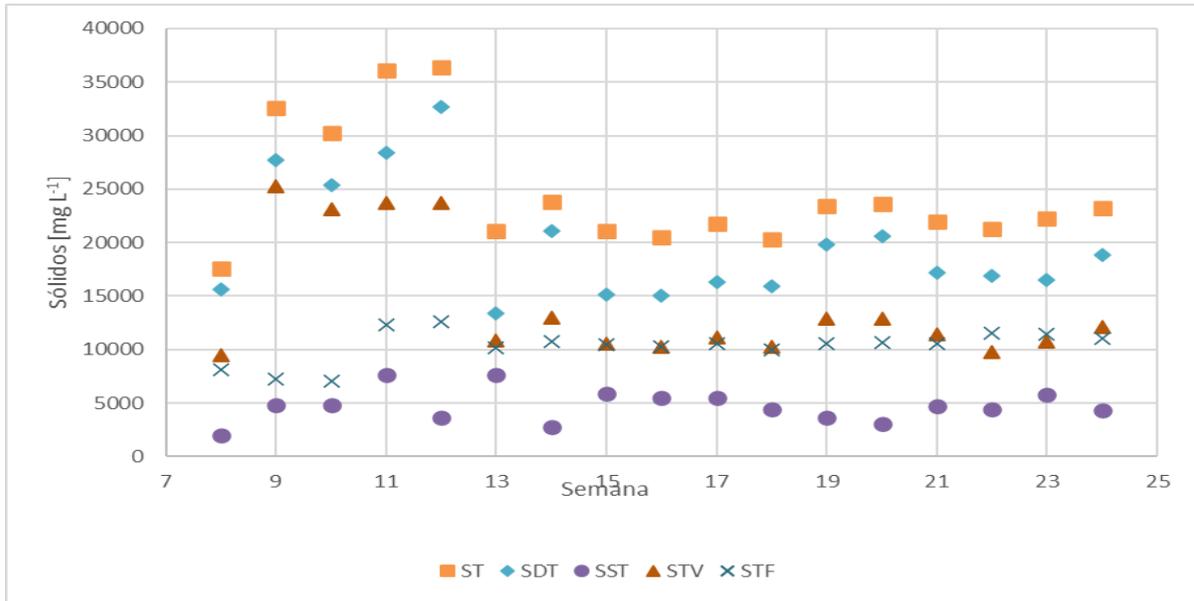


Figura 4.11. Sólidos determinados en el efluente del RALLFA operado a 45°C

La Figura 4.12 muestra las determinaciones de sólidos en el efluente del R55°C, descartando los datos de la semana 15, fueron de ST = 19,381 ± 5,173 mg L<sup>-1</sup>, de SDT = 15,281 ± 5,488 mg L<sup>-1</sup>, de SST= 4,099 ± 1,132 mg L<sup>-1</sup>, de STV =9,951 ± 3,154 mg L<sup>-1</sup> y de STF = 9,429 ± 2,176 mg L<sup>-1</sup>.

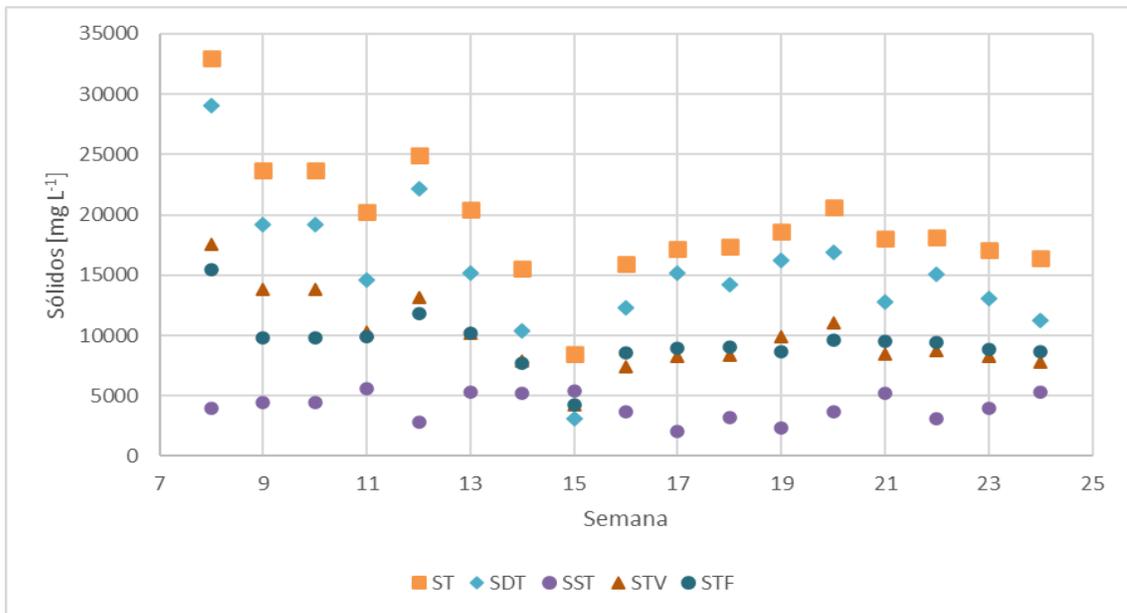
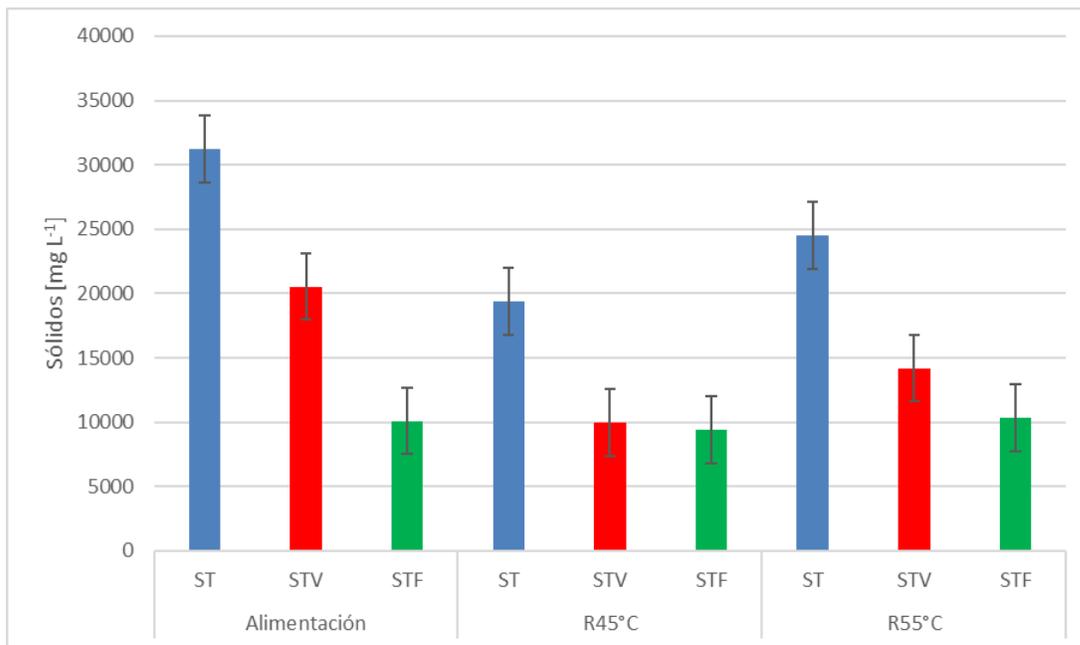


Figura 4.12. Sólidos determinados en el efluente del RALLFA operado a 55°C

Analizando el comportamiento de los sólidos después del tratamiento anaerobio, se identifica que no hay cambios importantes en la concentración de SFT, pero sí en los SVT. Estos últimos están relacionados con la cantidad de materia carbonosa en el sistema. La Figura 4.13 presenta una comparación entre las concentraciones de sólidos totales con la remoción de SVT. Para el R45°C se tiene una remoción de  $10,591 \pm 4,218 \text{ mg L}^{-1}$  correspondientes al  $51 \pm 17\%$  y para el R55°C se tiene una remoción de  $8,696 \pm 3,590 \text{ mg L}^{-1}$  correspondiente a un  $43 \pm 17\%$ .

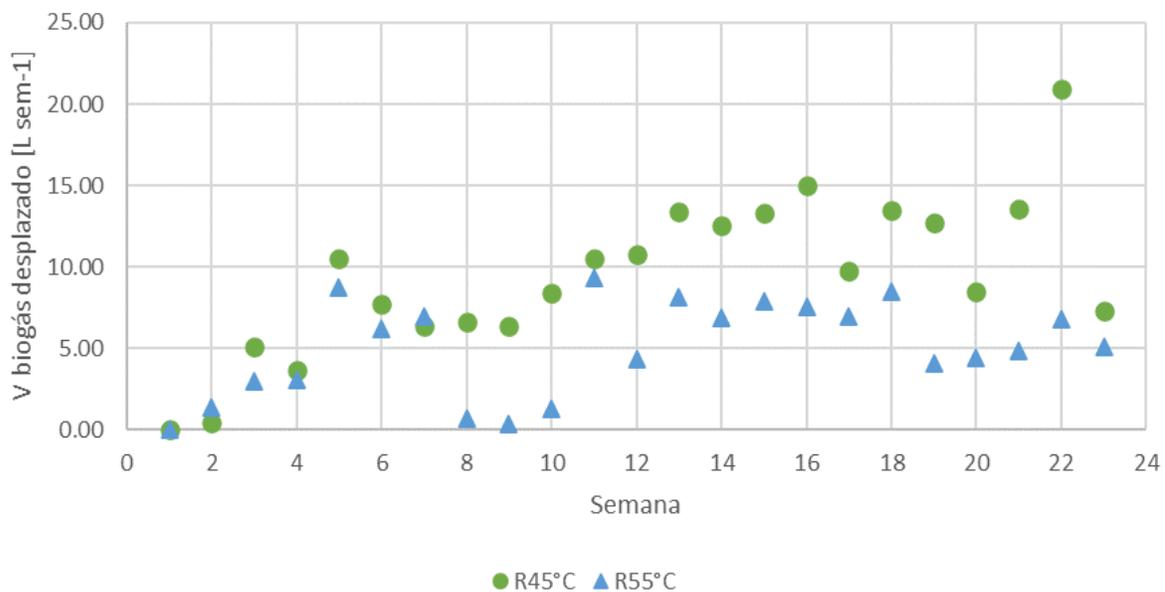


**Figura 4.13. Remoción promedio de los sólidos por parte de los RALLFA**

#### 4.8. Determinación del biogás generado

La medición del biogás se realizó de forma volumétrica todos los días a partir de las especificaciones de la trampa indicada por Torres-Lozada y Pérez (2010). Esta se fue adaptando de acuerdo con el volumen generado por cada reactor, ya que al principio la cuantificación no era satisfactoria, pues el sistema tenía una columna hidráulica muy alta que vencer, ocasionando que el biogás se fugara o se comprimiera dentro del reactor. En la Figura 4.14 se presenta el volumen total de este parámetro reportado por semana de trabajo. Para el R45°C el comportamiento

fue mayor siendo de  $9.4 \pm 4.72 \text{ L sem}^{-1}$  en comparación del  $R55^{\circ}\text{C}$  que tuvo una producción de  $5.1 \pm 2.85 \text{ L sem}^{-1}$ .



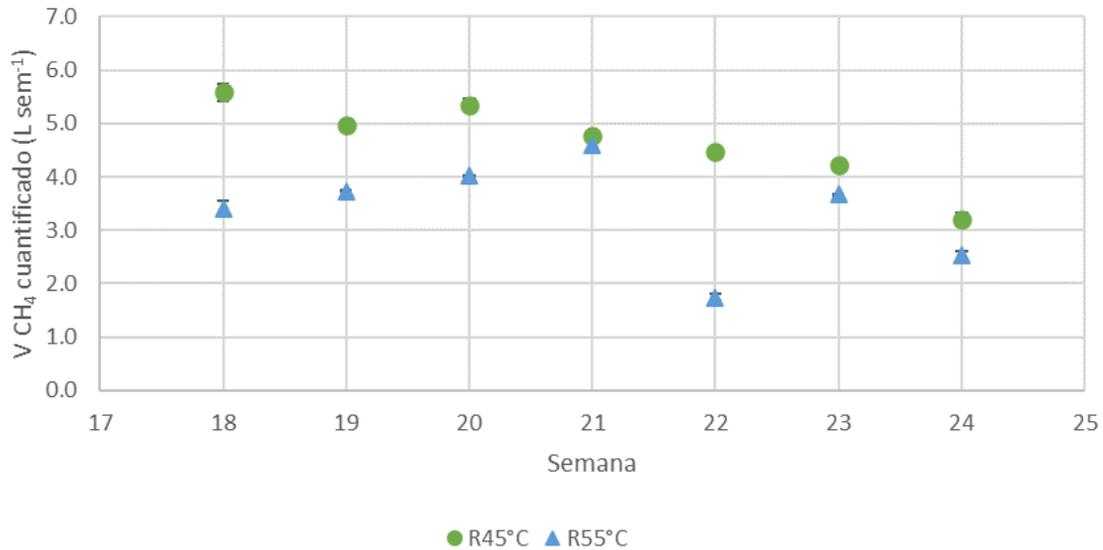
**Figura 4.14. Generación de biogás por parte de los RALLFA analizados**

#### 4.9. Determinación del metano en el biogás

El biogás producido por los consorcios anaerobios se analizó en el cromatógrafo de gases para conocer la concentración del metano y poder determinar su calidad. Las determinaciones por este método se realizaron a partir de la semana 18, ya que fue el punto donde se consideró que ambos sistemas se encontraban en condiciones de pseudo-estabilidad.

Los valores promedio semanales se reportan en la Figura 4.15, como volumen de metano por semana para tener uniformidad en las unidades de este parámetro. Para la conversión se utilizó la ecuación de los gases ideales en cada determinación y se sumaron los valores semanales para contrastarlos contra los experimentales. De acuerdo con las determinaciones realizadas, el  $R45^{\circ}\text{C}$  tiene un volumen de  $4.66 \pm 0.79 \text{ L-CH}_4 \text{ sem}^{-1}$  correspondiente a un  $41 \pm 13\%$  y para el  $R55^{\circ}\text{C}$  se tiene un

volumen cuantificado de  $3.39 \pm 0.96 \text{ L-CH}_4 \text{ sem}^{-1}$  que corresponden a un  $62 \pm 27\%$ . Ambos tipos de gas se encuentran por encima del porcentaje indicado por la FAO (2011) para que sea inflamable.



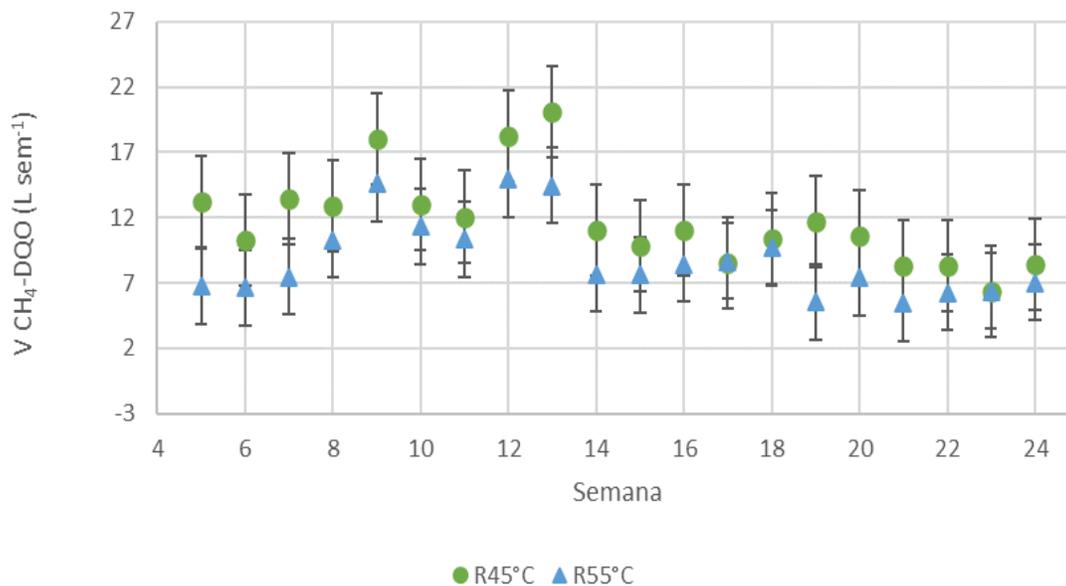
**Figura 4.15. Cuantificación del biogás a partir del análisis por CG**

Esta determinación sugiere que es importante saber cuáles son los componentes que contiene el biogás, considerando que el  $\text{H}_2\text{S}$  y el  $\text{CO}_2$  están siendo capturados en las trampas alcalinas donde se lava el biogás proveniente de cada reactor.

#### **4.10. Determinación teórica de metano**

Esta determinación se realizó a partir de los valores de remoción de DQO realizada por el tratamiento anaerobio, aplicando el procedimiento descrito por Torres-Lozada y Pérez (2010) para el cálculo teórico del volumen de biogás generado. Se consideraron para los cálculos las condiciones ideales de un gas, usando la temperatura de operación del sistema y una presión de 0.77 atm (Ciudad de México). Además, se consideró también la DQO consumida por la reducción en la concentración del ión sulfato ( $\text{SO}_4^{2-}$ ). Los valores calculados se presentan en la

Figura 4.16, considerando la producción teórica del R45°C en  $11.8 \pm 3.5$  L-CH<sub>4</sub> sem<sup>-1</sup> y la del R55°C de  $8.8 \pm 2.9$  L-CH<sub>4</sub> sem<sup>-1</sup>.



**Figura 4.16. Volumen teórico de biogás generado por los reactores tipo RALLFA**

El valor teórico de biogás corresponde a un 100% de transformación de la materia orgánica a metano (Torres-Lozada y Pérez, 2010), por lo que se pueden comparar estos datos contra los valores proporcionados por el CG (Tabla 4.5). El análisis completo se presenta en la sección 4.11.

**Tabla 4.5. Comparación entre los resultados teóricos y experimentales de la cantidad de metano en el biogás obtenido**

	Cuantificación por CG [L]	Cuantificación teórica [L]
<b>R45°C</b>	$4.7 \pm 0.73$	$10.96 \pm 3.65$
<b>R55°C</b>	$3.4 \pm 0.89$	$8.13 \pm 3.01$

En ella se observa la diferencia entre el valor cuantificado de metano con respecto al valor teórico. Para el R45°C hay una diferencia aproximada de 233% y para el R55°C del 239%. Al ser estas variaciones muy cercanas podrían estar relacionadas con alguna otra especie oxidable, por lo que se recomienda en la continuación de la experimentación realizar análisis de carbono orgánico total que permitirían realmente

corroborar su transformación a metano y CO<sub>2</sub> y hacer un balance de masa evaluando la cantidad de CO<sub>2</sub> capturado en las trampas.

#### 4.11. Análisis estadístico del comportamiento del biogás

Para el análisis de los datos relacionados con la calidad del biogás obtenido se utilizó el programa estadístico STATGRAPHICS CENTURION 19 X64-Español, como se mencionó en el capítulo de la metodología seguida.

Se analizaron los datos calculados cada semana, los obtenidos por el CG y los de la determinación teórica a partir de la DQO removida por cada sistema a partir de una prueba de análisis de varianza simple (ANOVA en inglés). Los datos analizados corresponden a aquellos determinados de la semana 18 a la 24.

Para R45°C (Fig. 4.17) la prueba andeva (ANOVA en inglés) confirma que existen diferencias estadísticamente significativas para los tres grupos analizados, por lo que los tres grupos no tienen relación entre ellos.

Al realizar un análisis entre grupos mediante la prueba de Kruskal-Wallis (Tabla 4.6) se muestra que hay una relación entre grupos entre el biogás determinado teóricamente y el medido por desplazamiento del líquido de la trampa.

**Tabla 4.6. Prueba de Kruskal-Wallis para el análisis del biogás producido por el R45°C**

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
R45°C CG - R45°C DQO	*	-8.0	7.93995
R45°C CG - R45°C V	*	-12.1429	7.93995
R45°C DQO - R45°C V		-4.14286	7.93995

\*indica una diferencia significativa; intervalos de confianza del 95.0%

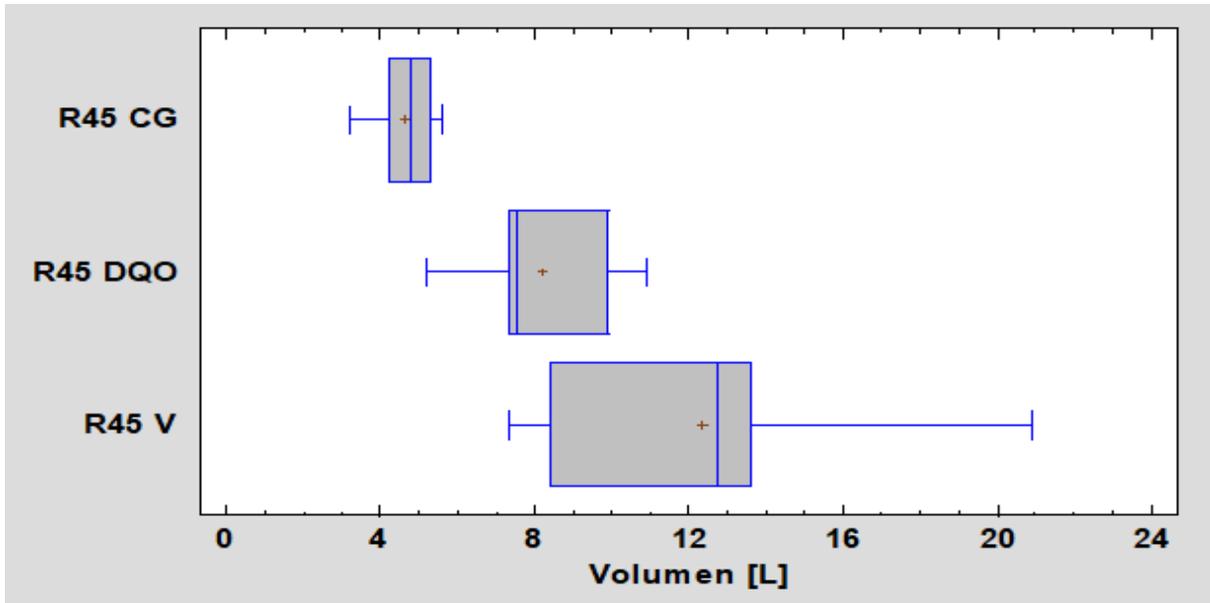


Figura 4.17. Gráfico de cajas y bigotes para el análisis estadístico de la producción de biogás en el R45°C

Para el R55°C (Fig. 4.18) la prueba de andeva (*ANOVA* en inglés) confirma que existen diferencias estadísticamente significativas para los tres grupos analizados, por lo tanto, los tres grupos no tienen una relación entre ellos.

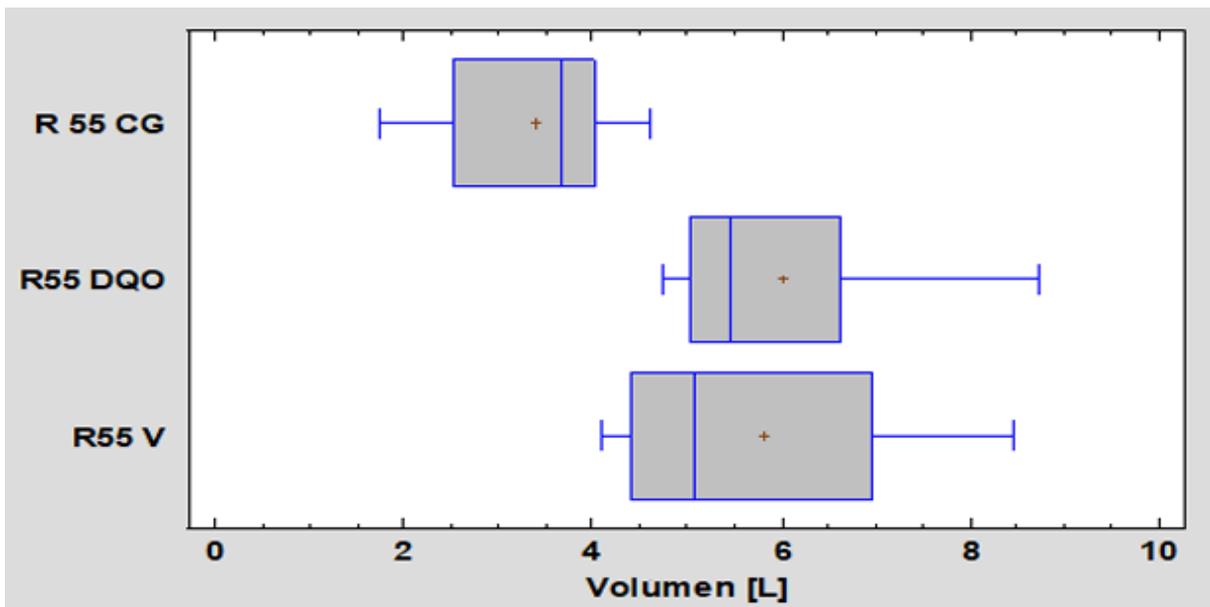


Figura 4.18. Gráfico de cajas y bigotes para el análisis estadístico de la producción de biogás en el R55°C

Al realizar un análisis entre grupos por la prueba de Kruskal-Wallis (Tabla 4.7) muestra que hay una relación entre grupos entre el biogás determinado teóricamente y el medido por desplazamiento del líquido de la trampa.

**Tabla 4.7. Prueba de Kruskal-Wallis para el análisis del biogás producido por el R55°C**

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
R55°C CG – R55°C DQO	*	-8.0	7.93995
R55°C CG – R55°C V	*	-12.1429	7.93995
R55°C DQO – R55°C V		-4.14286	7.93995

\*indica una diferencia significativa; intervalos de confianza del 95.0%

La comparación del volumen teórico obtenido por la remoción de DQO con respecto del volumen desplazado en ambos reactores lleva a la hipótesis de que el resto del volumen del biogás generado es algún otro gas generado por el proceso anaerobio como podría ser el hidrógeno (H<sub>2</sub>) o el nitrógeno (N<sub>3</sub>). Otra posibilidad puede estar relacionada a una deficiencia en la trampa para eliminar el sulfuro de hidrógeno del biogás obtenido, sin embargo, para poder afirmar esta idea se requieren más estudios para conocer a detalle la composición del biogás obtenido, así como balances de materia de carbono, de nitrógeno y de azufre en el sistema.

A continuación, se presenta el último capítulo con las conclusiones y las recomendaciones.

# CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

## 5.1. Conclusiones

Con base en el objetivo general de esta investigación, que era el de evaluar la calidad del biogás producido por dos reactores anaerobios de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) a escala de laboratorio operando a 45 y 55°C dosificados con vinazas azucareras-alcoholeras y en los dos objetivos particulares: Evaluar las vinazas que llegan de una empresa productora cooperante de alcohol etílico que procesa melazas de ingenios azucareros midiendo su contenido de material carbonoso como demanda química de oxígeno (DQO) para su uso en reactores anaerobios termofílicos y su valor de pH y realizar la caracterización de los influentes diluidos con agua de la llave y los efluentes tratados en los dos reactores anaerobios operando a diferente temperatura midiendo el contenido de material orgánico como demanda química de oxígeno (DQO) así como su alcalinidad y el pH e identificando la mejor temperatura de trabajo de los dos reactores anaerobios en estudio midiendo la producción de metano producido en los RALLFA por desplazamiento del líquido y comparándolo con los valores teóricos de la producción de biogás y de su contenido de metano, a continuación se presentan las conclusiones alcanzadas.

- El volumen de biogás generado por el R45°C fue mayor en comparación del R55°C en un 184%; sin embargo, en la cuantificación por medio del cromatógrafo de gases se aprecia que, a pesar de esto, el contenido de metano es mayor en el R55°C que contiene el  $62 \pm 27\%$  en comparación al R45°C que tiene un  $41 \pm 13\%$  de contenido de metano.
- El cálculo del volumen teórico de biogás producido a partir de la DQO superó en gran medida a los parámetros experimentales determinados por cromatografía de gases. Los volúmenes producidos por el RALLFA operado a 45°C fue de  $4.66 \pm 0.79 \text{ L-CH}_4 \text{ sem}^{-1}$  y para el RALLFA operado a 55°C fue de  $3.39 \pm 0.96 \text{ L-CH}_4 \text{ sem}^{-1}$  mientras que teóricamente se esperaba que se

produjeran para el RALLFA 45°C  $10.96 \pm 3.65$  L-CH<sub>4</sub> sem<sup>-1</sup>.y  $8.13 \pm 3.01$  L-CH<sub>4</sub> sem<sup>-1</sup> para el RALLFA que opera a 55°C. De acuerdo con la bibliografía consultada (FAO, 2011; Parsaee et al., 2019) el biogás producto del tratamiento anaerobio puede contener dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), nitrógeno (N<sub>2</sub>), hidrógeno (H<sub>2</sub>), entre otros gases.

- En el caso de la DQO, se obtuvo una remoción del  $59 \pm 11\%$  en el R45°C y de  $45 \pm 13\%$  en el R55°C. Aunque estos resultados se encuentran por debajo del valor esperado del 80% se consideran buenas, ya que los experimentos de Parsaee et al. (2019) indica tiempos de residencia hidráulica de 10 a 40 días y los biorreactores utilizados en esta experimentación operan a TRH de 7 días.
- La temperatura de operación sí mostró una relación directa con la materia orgánica removida en cada RALLFA indicando que a 45°C se removieron  $24,153 \pm 6,214$  mg-DQO L<sup>-1</sup> y a 55°C hubo una remoción de  $17,379 \pm 5,292$  mg-DQO L<sup>-1</sup>. De acuerdo con lo señalado por Contreras-Contreras (2019) el régimen termofílico no es estable a escala laboratorio, por lo que se justifica esta variación.
- Para el factor de alcalinidad ( $\alpha$ ) el RALLFA operando a 45°C se mantuvo con un promedio global de  $\alpha = 0.4 \pm 0.09$ , que se encuentra en el intervalo recomendado por Rojas (1987) y para el de 55°C el valor de  $\alpha = 0.5 \pm 0.04$  siendo un 20% superior a lo deseable. Esta diferencia indica una mayor cantidad de AGV en comparación con la alcalinidad bicarbonática. Se recomienda añadir cada ciclo algún agente que aumente la concentración de carbonatos para reponer en el sistema las pérdidas de CO<sub>2</sub> generadas por la diferencia de temperatura, además de realizar determinaciones de AGV para descartar la acumulación de estos por un tratamiento anaerobio incompleto. La alcalinidad total del sistema no se ve afectada por la temperatura de operación de estos sistemas.

- Para la acumulación del ión sulfuro ( $S^{2-}$ ) pudo verse un aumento en el RALLFA a 45°C del  $143 \pm 30\%$  y para el de 55°C una acumulación de  $91 \pm 7\%$ . Esta acumulación pudo estar relacionada a la solubilidad del sulfuro de hidrógeno en relación con la temperatura de operación del sistema como indicaron Parsaee et al. (2019) y también en la guía publicada por la FAO (2011) denominada *Manual del Biogás*.
- El análisis de sólidos muestra que sí hay diferencias significativas al 95% en la remoción de SVT con respecto de la temperatura de operación, ya que hay una diferencia de alrededor del 8% entre ambos reactores, misma que es cercana a la determinada por la DQO que es de alrededor del 9%.

Consecuentemente, a continuación, se dan algunas recomendaciones para alcanzar plenamente los objetivos propuestos.

## 5.2. Recomendaciones

Se recomienda revisar el sistema de aislamiento de los reactores para evitar tener perfiles térmicos que puedan desembocar en una mala separación de fases entre el biogás generado y el efluente líquido del sistema, además de comprometer el desarrollo de los consorcios microbianos.

Se recomienda aumentar el TRH ya que este parámetro es determinante para una mayor remoción de materia orgánica con los sistemas utilizados.

Se recomienda realizar mediciones *in situ* en la zona del separador trifásico para corroborar la afirmación sobre la influencia de la temperatura, ya que la remoción del ión sulfato ( $SO_4^{2-}$ ) no fue significativamente diferente ( $p < 0.05$ ) para ambos reactores siendo en el R45 de  $49 \pm 8\%$  y en el R55 de  $40 \pm 10\%$  (Poblano-Flores, 2015).

Ante las complicaciones que se presentaron al momento de analizar las muestras por el método de azul de metileno y por el gran volumen de reactivos que se utilizan para el análisis de la concentración del ión sulfuro ( $S^{2-}$ ) por la técnica de azul de metileno se recomienda utilizar el método yodométrico presentado en la norma correspondiente o en el manual de la APHA, AWWA, WEF (2012) y corroborar su efectividad con el electrodo combinado  $Ag/S^{2-}$  ISE HANNA® HI4115. Asimismo, se recomienda revisar a detalle los manuales de usuario de este electrodo y del potenciómetro usado para poder aprovechar esta herramienta.

Aunque el biogás de ambos reactores se encuentre en un rango inflamable, el RALLFA a 55°C presenta mejores condiciones de aprovechamiento que el RALLFA a 45°C. Se recomienda hacer un análisis más riguroso sobre el contenido del biogás producido, para saber cuáles son los componentes restantes en el biogás.

Se recomienda realizar nuevos análisis, como carbono orgánico total y nitrógeno para poder hacer balances de materia de carbono, nitrógeno y azufre para confirmar si estas diferencias están relacionadas con algún parámetro que no se determinó en esta experimentación.

**ANEXO I**

**DATOS**

**EXPERIMENTALES**

**Tabla A1.1. Valores registrados promedio de pH por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>VC</b>	<b>Alimentación</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
1	4.47	4.62	7.31	7.56
2	4.53	4.54	7.31	7.48
3	4.63	4.53	7.70	7.86
4	4.70	4.71	7.73	7.67
5	4.61	4.70	7.76	7.80
6	4.67	4.64	7.60	7.40
7	4.64	4.68	7.68	7.34
8	4.61	4.64	7.44	7.32
9	4.61	4.61	7.55	7.54
10	4.80	4.71	7.62	7.49
11	4.99	4.85	7.64	7.43
12	5.07	4.98	7.64	7.47
13	4.72	4.89	7.69	7.43
14	4.56	4.67	7.65	7.44
15	4.58	4.54	7.69	7.48
16	4.58	4.56	7.71	7.60
17	4.62	4.59	7.77	7.70
18	4.65	4.58	7.67	7.50
19	4.61	4.55	7.64	7.56
20	4.65	4.58	7.65	7.10
21	4.64	4.57	7.65	7.27
22	4.64	4.55	7.68	7.51
23	4.57	4.48	7.68	7.50
24	4.34	4.45	7.57	7.17
<b>Promedio</b>	4.6	4.6	7.6	7.5
<b>Desviación estándar</b>	0.14	0.12	0.12	0.17

**Tabla A1.2. Valores registrados promedio de conductividad eléctrica [mS cm<sup>-1</sup>] por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>VC</b>	<b>Alimentación</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
<b>1</b>	28.79	24.76	19.50	26.46
<b>2</b>	29.49	25.36	16.35	20.58
<b>3</b>	29.63	25.48	15.53	19.88
<b>4</b>	28.51	24.52	16.29	18.63
<b>5</b>	29.84	25.66	15.98	18.62
<b>6</b>	29.79	25.62	15.60	19.11
<b>7</b>	28.95	24.89	17.15	19.00
<b>8</b>	29.19	25.11	16.79	19.23
<b>9</b>	29.53	25.40	17.65	18.31
<b>10</b>	29.35	25.24	17.61	19.12
<b>11</b>	29.26	25.17	16.93	18.29
<b>12</b>	28.17	24.22	17.42	18.16
<b>13</b>	29.45	25.33	16.50	18.03
<b>14</b>	29.49	25.36	15.73	17.00
<b>15</b>	29.54	25.41	17.14	17.09
<b>16</b>	29.80	25.63	17.32	19.22
<b>17</b>	27.54	23.68	16.75	18.91
<b>18</b>	26.75	23.00	17.36	18.93
<b>19</b>	29.41	25.30	17.09	17.98
<b>20</b>	28.33	24.37	16.57	16.75
<b>21</b>	29.18	25.09	17.05	17.73
<b>22</b>	29.17	25.09	17.27	17.90
<b>23</b>	29.89	25.70	17.27	19.88
<b>24</b>	29.42	25.30	17.46	18.49
<b>Promedio</b>	29.1	25.0	16.9	18.9
<b>Desviación estándar</b>	0.75	0.64	0.82	1.82

**Tabla A1.3. Valores registrados promedio de temperatura [°C] por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>VC</b>	<b>Alimentación</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
<b>1</b>	7.82	17.96	39.86	49.86
<b>2</b>	14.26	19.36	40.20	48.00
<b>3</b>	21.24	21.06	41.94	44.70
<b>4</b>	18.94	20.54	41.72	48.12
<b>5</b>	22.12	22.66	41.84	46.70
<b>6</b>	22.04	23.48	40.36	45.26
<b>7</b>	16.62	22.08	45.42	51.40
<b>8</b>	21.18	22.50	44.08	50.16
<b>9</b>	18.16	21.66	43.84	48.48
<b>10</b>	12.60	17.68	44.76	50.90
<b>11</b>	11.28	18.64	44.26	49.78
<b>12</b>	10.46	17.58	44.24	49.56
<b>13</b>	11.36	17.18	44.24	47.52
<b>14</b>	9.54	17.66	43.50	47.46
<b>15</b>	8.56	16.72	42.94	47.22
<b>16</b>	12.12	15.58	44.14	47.32
<b>17</b>	10.52	15.92	44.62	50.08
<b>18</b>	8.60	16.96	45.10	48.24
<b>19</b>	8.48	15.70	37.80	41.45
<b>20</b>	12.44	17.58	43.72	48.62
<b>21</b>	11.50	18.76	43.24	48.92
<b>22</b>	11.06	18.48	41.98	48.18
<b>23</b>	12.30	19.46	43.40	49.26
<b>24</b>	11.45	19.00	43.73	50.33
<b>Promedio</b>	13.5	18.9	43.0	48.2
<b>Desviación estándar</b>	4.55	2.26	1.85	2.14

**Tabla A1.4. Valores registrados promedio del volumen utilizado para la determinación del factor de alcalinidad [mL] por semana de trabajo**

SEMANA	R45°C		R55°C	
	V <sub>5.75</sub>	V <sub>4.3</sub>	V <sub>5.75</sub>	V <sub>4.3</sub>
1	33.20	33.58	35.28	40.95
2	27.00	49.78	36.38	52.24
3	33.68	41.60	40.64	44.62
4	46.28	20.68	43.82	36.20
5	47.20	19.44	46.56	34.92
6	42.90	23.12	38.38	43.22
7	40.56	23.84	26.10	40.48
8	33.24	26.68	27.74	38.84
9	32.00	31.52	31.06	35.80
10	35.82	27.58	29.80	33.90
11	36.78	22.58	26.88	30.24
12	35.78	23.22	28.06	32.84
13	39.06	17.58	28.90	29.96
14	39.88	18.74	29.66	31.16
15	38.96	18.36	27.54	28.84
16	39.82	19.24	29.32	32.36
17	37.82	19.90	29.90	29.93
18	44.28	20.42	31.84	35.06
19	47.55	19.30	33.83	36.73
20	44.33	19.47	34.90	34.17
21	41.23	21.63	29.28	39.50
22	40.28	25.62	25.98	44.02
23	41.48	24.08	31.90	31.54
24	43.08	19.58	31.68	31.45
<b>Promedio</b>	39.3	24.5	32.3	36.2
<b>Desviación estándar</b>	5.05	7.63	5.39	5.68

**Tabla A1.5 Valores registrados promedio de la alcalinidad por semana de trabajo**

SEMANA	R45°C		R55°C	
	$\alpha$	Alcalinidad [mg-CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup> ]	$\alpha$	Alcalinidad [mg-CaCO <sub>3</sub> L <sup>-1</sup> ]
1	0.49	7,011.90	0.57	7,623.20
2	0.65	8,061.90	0.59	8,862.00
3	0.55	7,904.40	0.53	8,526.00
4	0.31	7,030.80	0.45	8,002.00
5	0.29	6,997.20	0.43	8,148.00
6	0.35	6,932.10	0.54	8,160.00
7	0.37	6,762.00	0.61	6,658.00
8	0.44	6,291.60	0.58	6,658.00
9	0.50	6,669.60	0.53	6,686.00
10	0.44	6,657.00	0.53	6,370.00
11	0.38	6,232.80	0.53	5,712.00
12	0.39	6,195.00	0.54	6,090.00
13	0.31	5,947.20	0.51	5,886.00
14	0.32	6,155.10	0.51	6,082.00
15	0.32	6,018.60	0.51	5,638.00
16	0.33	6,201.30	0.52	6,168.00
17	0.34	6,060.60	0.50	5,982.50
18	0.34	6,367.20	0.54	6,156.00
19	0.34	6,308.40	0.52	5,778.00
20	0.34	6,203.40	0.55	6,006.00
21	0.32	6,518.40	0.50	6,480.00
22	0.33	7,240.80	0.47	7,440.00
23	0.27	6,742.30	0.46	6,998.00
24	0.30	6,960.00	0.49	7,147.50
<b>Promedio</b>	0.4	6,644.57	0.5	6,802.38
<b>Desviación estándar</b>	0.09	544.60	0.04	945.97

**Tabla A1.6. Valores registrados del volumen de biogás generado [L sem<sup>-1</sup>] por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
1	N/D	N/D
2	N/D	N/D
3	0.40	1.40
4	5.05	2.94
5	3.63	3.04
6	10.51	8.75
7	7.71	6.20
8	6.34	6.93
9	6.65	0.67
10	6.34	0.38
11	8.39	1.24
12	10.50	9.30
13	10.76	4.31
14	13.39	8.13
15	12.50	6.89
16	13.29	7.91
17	15.04	7.57
18	9.71	6.98
19	13.45	8.46
20	12.73	4.11
21	8.45	4.42
22	13.60	4.85
23	20.92	6.77
24	7.31	5.09
<b>Promedio</b>	9.4	5.1
<b>Desviación estándar</b>	4.72	2.85

**Tabla A1.7. Valores registrados de DQO [mg-DQO L<sup>-1</sup>] determinados por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>VC</b>	<b>Alimentación</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	48,829.90	42,592.17	17,533.71	30,224.26
6	48,507.26	37,752.55	18,286.54	25,599.74
7	51,411.03	45,603.49	20,222.39	31,945.01
8	52,163.86	45,173.30	20,760.12	26,352.57
9	53,669.52	42,484.62	8,499.76	15,705.41
10	50,443.11	42,592.17	17,963.90	21,835.59
11	64,531.77	46,248.77	23,448.80	27,320.49
12	55,820.46	40,871.42	6,348.82	13,554.47
13	60,337.43	58,509.13	20,545.03	30,977.09
14	59,221.88	36,987.61	16,132.21	22,940.38
15	56,119.42	28,972.93	10,444.38	15,011.88
16	67,839.81	37,332.33	16,390.75	25,008.68
17	48,190.93	36,815.25	20,699.72	8,462.25
18	49,655.97	37,849.41	18,200.52	20,872.08
19	46,898.24	33,195.72	11,133.81	20,010.28
20	60,600.75	35,867.28	15,787.50	21,130.61
21	41,124.22	29,231.47	13,546.83	18,372.88
22	36,642.89	28,542.04	12,771.22	17,338.72
23	34,143.69	25,611.94	13,719.19	15,787.50
24	36,470.54	28,283.50	12,426.50	16,821.65
<b>Promedio</b>	51,131.13	38,025.86	15,743.08	21,263.58
<b>Desviación estándar</b>	8,966.75	7,728.99	4,428.60	6,147.32

**Tabla A1.8. Valores registrados promedio de remoción de DQO [g-DQO L<sup>-1</sup>] por semana de trabajo**

SEMANA	R45°C		R55°C	
	Remoción	%	Remoción	%
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	25.06	59%	12.37	29%
6	19.47	52%	12.15	32%
7	25.38	56%	13.66	30%
8	24.41	54%	18.82	42%
9	33.98	80%	26.78	63%
10	24.63	58%	20.76	49%
11	22.80	49%	18.93	41%
12	34.52	84%	27.32	67%
13	37.96	65%	26.46	47%
14	20.86	56%	14.05	38%
15	18.53	64%	13.96	48%
16	20.94	56%	15.43	33%
17	16.12	44%	15.86	77%
18	19.65	52%	17.75	45%
19	22.06	67%	10.17	40%
20	20.08	56%	13.62	41%
21	15.68	54%	10.00	37%
22	15.77	55%	11.46	39%
23	11.89	47%	11.63	38%
24	15.86	56%	12.84	41%
<b>Promedio</b>	22.3	58%	16.2	44%
<b>Desviación estándar</b>	6.60	10%	5.30	12%

**Tabla A1.9. Valores registrados determinados para la concentración del ión sulfuro (S<sup>2-</sup>) [mg-S<sup>-2</sup> L<sup>-1</sup>] empleando la técnica de azul de metileno por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>VC</b>	<b>Alimentación</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	32.687	21.810	35.529	31.984
6	33.286	19.806	38.304	43.545
7	34.482	8.245	41.233	37.996
8	31.092	5.162	32.909	34.759
9	31.823	6.857	42.775	44.470
10	33.020	13.640	48.478	43.854
11	30.892	8.896	20.179	19.355
12	19.960	6.614	21.256	17.960
13	20.423	8.072	23.221	17.453
14	20.885	11.812	25.313	18.721
15	20.577	11.431	32.539	24.109
16	33.173	10.861	25.250	22.144
17	45.597	13.523	25.376	22.524
18	22.270	11.051	23.728	23.285
19	37.737	12.953	27.341	24.552
20	10.164	11.178	21.320	16.502
21	9.847	9.023	16.376	14.854
22	6.994	6.614	11.431	11.495
23	7.692	6.741	22.397	12.509
24	7.692	7.311	24.235	18.024
<b>Promedio</b>	24.5	10.6	28.0	25.0
<b>Desviación estándar</b>	11.21	4.21	9.19	10.37

**Tabla A1.10. Valores registrados determinados para la concentración del ión sulfuro (S<sup>2-</sup>) [mg-S<sup>2</sup> L<sup>-1</sup>] por medio del electrodo combinado de ión selectivo (ISE) para plata/sulfuro HANNA ® HI4115 por semana de trabajo**

SEMANA	Alimentación	R45°C			R55°C		
		Concentración	Acumulación	Porcentaje de acumulación	Concentración	Acumulación	Porcentaje de acumulación
<b>18</b>	17.14	41.20	24.06	240%	28.22	11.08	69%
<b>19</b>	11.91	41.71	29.80	350%	39.08	27.18	94%
<b>20</b>	19.55	35.84	16.29	183%	30.02	10.47	84%
<b>21</b>	24.86	35.84	10.98	144%	61.28	36.42	171%
<b>22</b>	27.20	38.78	11.58	143%	45.54	18.34	117%
<b>23</b>	17.28	50.88	33.60	295%	64.07	46.79	126%
<b>24</b>	13.44	57.86	44.42	431%	57.57	44.14	100%
<b>Promedio</b>	18.767	43.157	24.390	255%	27.774	27.774	109%
<b>Desviación estándar</b>	5.615	8.248	12.419	109%	15.119	15.119	34%

**Tabla A1.11. Valores registrados promedio de acumulación de la concentración del ión sulfuro (S<sup>2-</sup>) [mg-S<sup>-2</sup> L<sup>-1</sup>] determinados por la técnica de azul de metileno por semana de trabajo**

SEMANA	R45°C		R55°C	
	Acumulación	%	Acumulación	%
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	13.719	63%	10.174	47%
6	18.498	94%	23.739	121%
7	32.988	425%	29.751	384%
8	27.747	635%	29.597	677%
9	35.917	573%	37.613	600%
10	34.838	261%	30.214	226%
11	11.283	127%	10.459	118%
12	14.642	223%	11.346	173%
13	15.149	188%	9.381	117%
14	13.501	114%	6.909	59%
15	21.108	185%	12.677	111%
16	14.389	133%	11.283	104%
17	11.853	88%	1.395	7%
18	12.677	115%	12.234	111%
19	14.389	111%	11.600	90%
20	10.142	91%	4.627	39%
21	7.353	82%	3.993	37%
22	4.817	73%	4.437	63%
23	15.656	234%	5.895	90%
24	16.924	233%	10.902	154%
<b>Promedio</b>	13.135	143%	8.367	91%
<b>Desviación estándar</b>	3.880	56%	0.570	44%

**Tabla A1.12. Valores registrados determinados para la concentración del ión sulfato (SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>)  
[mg-SO<sub>4</sub><sup>-2</sup> L<sup>-1</sup>] por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>VC</b>	<b>Alimentación</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	2,102.97	5,992.35	2,378.07	2,940.09
6	3,953.60	4,572.35	2,399.00	3,944.56
7	3,727.25	4,216.60	2,267.46	3,514.07
8	2,572.38	5,361.57	2,958.03	3,442.32
9	3,701.53	4,620.18	2,270.45	3,376.56
10	3,831.42	5,472.18	2,569.40	3,403.46
11	3,900.87	5,815.97	4,590.28	3,149.36
12	3,872.58	4,389.99	2,276.43	2,611.25
13	3,831.42	3,929.61	2,162.83	2,055.21
14	3,961.32	4,309.27	2,010.36	2,106.03
15	3,612.80	4,404.94	2,449.82	2,554.45
16	3,621.80	3,896.72	1,789.14	2,150.87
17	6,389.95	4,608.22	2,091.08	2,416.93
18	7,561.82	5,857.82	2,730.83	3,259.97
19	5,528.98	4,784.60	2,587.33	3,364.60
20	5,274.87	4,354.12	2,270.45	2,132.93
21	4,596.26	4,578.33	2,422.91	2,617.23
22	4,551.42	5,194.16	2,351.16	2,946.07
23	4,309.27	5,630.62	2,533.52	2,993.90
24	4,533.48	5,164.26	2,554.45	3,002.87
<b>Promedio</b>	4,271.8	4,857.7	2,483.2	2,899.1
<b>Desviación estándar</b>	1,185.40	636.37	544.72	533.07

**Tabla A1.13. Valores registrados de la concentración del ión sulfato (SO<sub>4</sub>) removido [g-SO<sub>4</sub> L<sup>-1</sup>] por semana de trabajo**

SEMANA	R45°C		R55°C	
	Remoción	%	Remoción	%
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	3.61	60%	3.05	51%
6	2.17	48%	0.63	14%
7	1.95	46%	0.70	17%
8	2.40	45%	1.92	36%
9	2.35	51%	1.12	27%
10	2.90	53%	2.07	38%
11	1.23	21%	2.67	46%
12	2.11	48%	1.78	41%
13	1.77	45%	1.87	48%
14	2.30	53%	2.24	51%
15	1.96	44%	1.85	42%
16	2.11	54%	1.75	45%
17	2.52	55%	2.19	48%
18	3.13	53%	2.60	44%
19	2.20	46%	1.42	30%
20	2.08	48%	2.22	51%
21	2.16	47%	1.96	43%
22	2.84	55%	2.81	43%
23	3.10	55%	2.45	47%
24	2.61	51%	2.12	42%
<b>Promedio</b>	2.4	49%	2.0	40%
<b>Desviación estándar</b>	0.53	8%	0.62	10%

**Tabla A1.14. Valores determinados de sólidos [mg L<sup>-1</sup>] en la alimentación**

<b>Semana</b>	<b>ST</b>	<b>SDT</b>	<b>SST</b>	<b>STV</b>	<b>STF</b>
1	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
5	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
6	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
7	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
8	11,970	10,980	1,450	8,780	5,650
9	37,060	30,480	2,980	20,280	9,160
10	26,720	21,960	3,480	25,180	11,760
11	37,060	33,580	3,200	15,780	9,160
12	26,720	21,960	2,620	22,540	11,560
13	33,660	28,640	5,020	22,320	11,340
14	32,540	29,640	2,900	21,520	11,020
15	23,940	21,960	1,980	15,780	8,160
16	34,300	31,680	2,620	22,540	11,760
17	26,720	22,640	4,080	17,560	9,160
18	37,060	33,580	3,480	24,940	12,120
19	32,720	21,960	7,000	22,180	10,540
20	37,060	33,760	2,980	25,180	11,560
21	30,440	26,540	3,900	20,280	10,160
22	33,600	30,480	3,120	22,300	11,300
23	31,160	25,780	5,380	20,880	10,280
24	18,140	14,940	3,200	11,180	6,960
<b>Promedio</b>	30,051	25,915	3,494	19,954	10,097
<b>Desviación estándar</b>	7,046	6,579	1,320	4,709	1,837

**Tabla A1.15. Valores determinados de sólidos [mg L<sup>-1</sup>] en el efluente del R45°C**

<b>Semana</b>	<b>ST</b>	<b>SDT</b>	<b>SST</b>	<b>STV</b>	<b>STF</b>
1	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
5	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
6	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
7	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
8	17,580	15,620	1,960	9,500	8,080
9	32,540	27,740	4,800	25,260	7,280
10	30,200	25,400	4,800	23,160	7,040
11	36,100	28,440	7,660	23,740	12,360
12	36,340	32,660	3,680	23,700	12,640
13	21,060	13,400	7,660	10,860	10,200
14	23,820	21,040	2,780	13,020	10,800
15	21,040	15,140	5,900	10,580	10,460
16	20,480	15,020	5,460	10,240	10,240
17	21,760	16,280	5,480	11,160	10,600
18	20,320	15,920	4,400	10,300	10,020
19	23,400	19,800	3,600	12,880	10,520
20	23,600	20,580	3,020	12,900	10,700
21	21,940	17,200	4,740	11,400	10,540
22	21,300	16,860	4,440	9,780	11,520
23	22,240	16,480	5,760	10,760	11,480
24	23,200	18,880	4,320	12,140	11,060
<b>Promedio</b>	24,525	19,792	4,733	14,199	10,326
<b>Desviación estándar</b>	5,650	5,558	1,538	5,693	1,553

**Tabla A1.16. Valores determinados de sólidos [mg L<sup>-1</sup>] en el efluente del R55°C**

<b>Semana</b>	<b>ST</b>	<b>SDT</b>	<b>SST</b>	<b>STV</b>	<b>STF</b>
1	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
5	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
6	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
7	N/D	N/D	N/D	N/D	N/D
8	33,010	29,040	3,970	17,530	15,480
9	23,660	19,200	4,460	13,820	9,840
10	23,660	19,200	4,460	13,820	9,840
11	20,200	14,620	5,580	10,300	9,900
12	24,960	22,180	2,780	13,140	11,820
13	20,440	15,160	5,280	10,220	10,220
14	15,560	10,340	5,220	7,860	7,700
15	8,500	3,120	5,380	4,220	4,280
16	15,940	12,280	3,660	7,420	8,520
17	17,200	15,120	2,080	8,300	8,900
18	17,380	14,200	3,180	8,340	9,040
19	18,600	16,240	2,360	9,900	8,700
20	20,620	16,920	3,700	11,040	9,580
21	18,040	12,800	5,240	8,480	9,560
22	18,160	15,080	3,080	8,760	9,400
23	17,080	13,080	4,000	8,260	8,820
24	16,460	11,200	5,260	7,760	8,700
<b>Promedio</b>	19,381	15,281	4,099	9,951	9,429
<b>Desviación estándar</b>	5,173	5,488	1,132	3,154	2,176

**Tabla A1.17. Remoción de SVT [mg L<sup>-1</sup>] en los RALLFA**

Semana	R45°C		R55°C	
	Remoción	%	Remoción	%
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	N/D	N/D	N/D	N/D
6	N/D	N/D	N/D	N/D
7	N/D	N/D	N/D	N/D
8	1,250	7%	9,280	49%
9	6,460	32%	5,020	25%
10	11,360	45%	2,020	8%
11	5,480	35%	2,040	13%
12	9,400	42%	8,840	39%
13	12,100	54%	11,460	51%
14	13,660	63%	8,500	39%
15	11,560	73%	5,200	33%
16	15,120	67%	12,300	55%
17	9,260	53%	6,400	36%
18	16,600	67%	14,640	59%
19	12,280	55%	9,300	42%
20	14,140	56%	12,280	49%
21	11,800	58%	8,880	44%
22	13,540	61%	12,520	56%
23	12,620	60%	10,120	48%
24	3,420	31%	9,040	81%
<b>Promedio</b>	10,591	51%	8,696	43%
<b>Desviación estándar</b>	4,218	17%	3,590	17%

**Tabla A1.18. Cuantificación del metano contenido en el biogás producido [L-CH<sub>4</sub> sem<sup>-1</sup>] por semana de trabajo**

SEMANA	R45°C		R55°C	
	Biogás determinado	%	Biogás determinado	%
1	N/D	N/D	N/D	N/D
2	N/D	N/D	N/D	N/D
3	N/D	N/D	N/D	N/D
4	N/D	N/D	N/D	N/D
5	N/D	N/D	N/D	N/D
6	N/D	N/D	N/D	N/D
7	N/D	N/D	N/D	N/D
8	N/D	N/D	N/D	N/D
9	N/D	N/D	N/D	N/D
10	N/D	N/D	N/D	N/D
11	N/D	N/D	N/D	N/D
12	N/D	N/D	N/D	N/D
13	N/D	N/D	N/D	N/D
14	N/D	N/D	N/D	N/D
15	N/D	N/D	N/D	N/D
16	N/D	N/D	N/D	N/D
17	N/D	N/D	N/D	N/D
18	5.59	58%	3.42	49%
19	4.97	37%	3.74	44%
20	5.35	42%	4.02	98%
21	4.78	57%	4.60	104%
22	4.47	33%	1.75	36%
23	4.23	20%	3.68	54%
24	3.20	44%	2.53	50%
<b>Promedio</b>	4.66	41%	3.39	62%
<b>Desviación estándar</b>	0.79	13%	0.96	27%

**Tabla A1.19. Valores calculados para la estimación teórica del biogás generado [L-CH<sub>4</sub> sem<sup>-1</sup>] registrados por semana de trabajo**

<b>SEMANA</b>	<b>R45°C</b>	<b>R55°C</b>
1	N/D	N/D
2	N/D	N/D
3	N/D	N/D
4	N/D	N/D
5	13.27	6.75
6	10.31	6.64
7	13.44	7.46
8	12.92	10.28
9	17.99	14.62
10	13.04	11.33
11	12.07	10.34
12	18.28	14.92
13	20.10	14.45
14	11.04	7.67
15	9.81	7.62
16	11.09	8.42
17	8.53	8.66
18	10.40	9.69
19	11.68	5.55
20	10.63	7.43
21	8.30	5.46
22	8.35	6.26
23	6.30	6.35
24	8.39	7.01
<b>Promedio</b>	11.8	8.8
<b>Desviación estándar</b>	3.49	2.89

## **ANEXO II**

# **RESULTADOS ESTADÍSTICOS**

## Resumen general

Las Tablas A2.1, A2.2 y A2.3 muestran diferentes estadísticos de volumen para cada uno de los tres niveles de origen. La intención principal del análisis de varianza de un factor es la de comparar las medias de los diferentes niveles, enlistados aquí bajo la columna de promedio.

**Tabla A2.1. Resumen estadístico del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C**

<i>Origen</i>	<i>Recuento</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desviación estándar</i>
R45°C CG	7	4.65571	0.796238
R45°C DQO	7	8.23732	1.91713
R45°C V	7	12.3079	4.54373
<b>Total</b>	<b>21</b>	<b>8.4003</b>	<b>4.21279</b>

**Tabla A2.2. Coeficientes de variación obtenidos del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C**

<i>Origen</i>	<i>Coefficiente de variación</i>	<i>Mínimo</i>	<i>Máximo</i>	<i>Rango</i>
R45°C CG	17.1024%	3.2	5.59	2.39
R45°C DQO	23.2737%	5.20285	10.9039	5.70102
R45°C V	36.9173%	7.31	20.915	13.605
<b>Total</b>	<b>50.1505%</b>	<b>3.2</b>	<b>20.915</b>	<b>17.715</b>

**Tabla A2.3. Sesgo estadístico obtenido del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C**

<i>Origen</i>	<i>Sesgo estandarizado</i>	<i>Curtosis estandarizada</i>
R45°C CG	-0.991122	0.550387
R45°C DQO	-0.168996	-0.204271
R45°C V	1.18571	0.858988
<b>Total</b>	<b>2.60425</b>	<b>2.3639</b>

ADVERTENCIA: Si hay una diferencia de más de 3 a 1 entre la desviación estándar más pequeña y la más grande esto puede causar problemas puesto que el análisis de varianza presupone que las desviaciones estándar de todos los niveles son iguales.

La Tabla A2.4. descompone la varianza de volumen en dos componentes: Un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 12.3356, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el

estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de volumen entre un nivel de origen y otro, con un nivel del 5% de significancia. Para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras, es necesario seleccionar una Prueba de Rangos Múltiples.

**Tabla A2.4 Análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C**

<i>Fuente</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
<b>Entre grupos</b>	205.222	2	102.611	<b>12.34</b>	<b>0.0004</b>
<b>Intra grupos</b>	149.729	18	8.31829		
<b>Total (Corr.)</b>	354.952	20			

En la Tabla A2.5 aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. El asterisco que se encuentra al lado de los 3 pares indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la Tabla A2.5 se han identificado 3 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X.

**Tabla A2.5. Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C**

<i>Origen</i>	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>		
R45°C CG	7	4.65571	X		
R45°C DQO	7	8.23732	X		
R45°C V	7	12.3079	X		
<i>Contraste</i>		<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>	
R45°C CG - R45°C DQO		*	<b>-3.5816</b>	3.23887	
R45°C CG - R45°C V		*	<b>-7.65214</b>	3.23887	
R45°C DQO - R45°C V		*	<b>-4.07054</b>	3.23887	

\* indica una diferencia significativa; Método: 95.0 porcentaje LSD

El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD en inglés) de Fisher.

Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0. Los datos obtenidos en esta prueba se pueden apreciar gráficamente en la Figura A2.1.

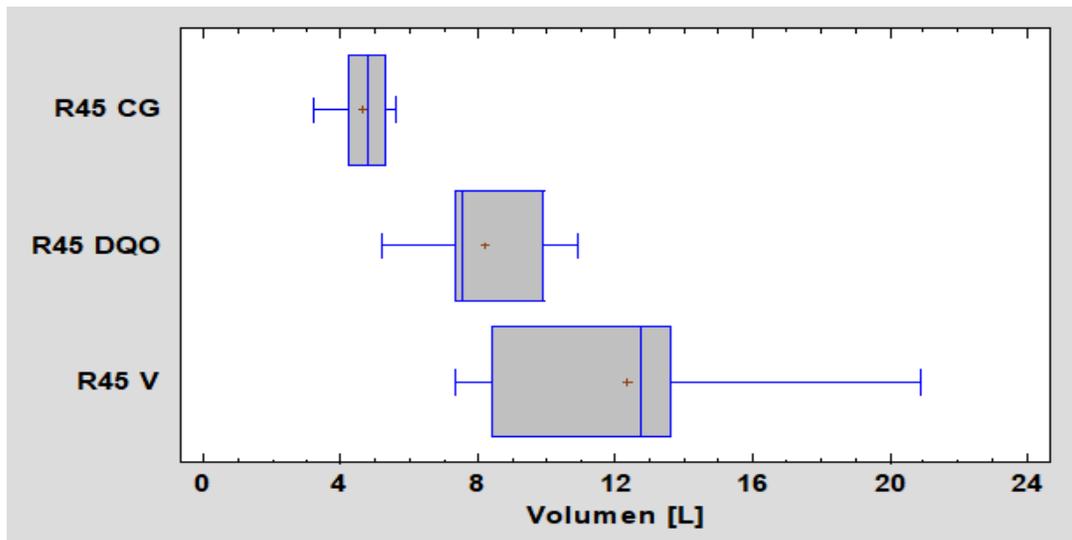


Figura A2.1. Gráfico de cajas y bigotes resultado del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C

La prueba de Kruskal-Wallis evalúa la hipótesis de que las medianas de volumen dentro de cada uno de los 3 niveles de origen son iguales. Primero se combinan los datos de todos los niveles y se ordenan de menor a mayor. Luego se calcula el rango (*rank*) promedio para los datos de cada nivel. Puesto que el valor-P es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medianas con un nivel del 95.0% de confianza.

Tabla A2.6. Prueba de Kruskal-Wallis del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R45°C

<i>Origen</i>	<i>Tamaño muestra</i>	<i>Rango promedio</i>
R45°C CG	7	4.28571
R45°C DQO	7	12.2857
R45°C V	7	16.4286

Estadístico = 13.8553 Valor-P = 0.000980308  
intervalos de confianza del 95.0%

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
R45°C CG - R45°C DQO	*	-8.0	7.93995
R45°C CG - R45°C V	*	-12.1429	7.93995
R45°C DQO - R45°C V		-4.14286	7.93995

\* indica una diferencia significativa

La segunda parte del desplegado muestra comparaciones por pares entre los rangos promedio de los 3 grupos. Usando el procedimiento de Bonferroni, 2 de las comparaciones son estadísticamente significantes al nivel de confianza 95.0%.

Las Tablas A2.7, 2.8 y 2.9 muestran diferentes estadísticos de volumen para cada uno de los 3 niveles de origen. La intención principal del análisis de varianza de un factor es la de comparar las medias de los diferentes niveles, enlistados aquí bajo la columna de Promedio. Selecciones Gráfica de Medias de la lista de opciones gráficas para mostrar gráficamente las medias.

**Tabla A2.7. Resumen estadístico del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C**

<i>Origen</i>	<i>Recuento</i>	<i>Promedio</i>	<i>Desviación estándar</i>
R 55 CG	7	3.39143	0.957226
R55°C DQO	7	6.01276	1.37724
R55°C V	7	5.81014	1.61034
<b>Total</b>	<b>21</b>	<b>5.07144</b>	<b>1.76376</b>

**Tabla A2.8. Coeficientes de variación obtenidos del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para R55°C**

<i>Origen</i>	<i>Coeficiente de variación</i>	<i>Mínimo</i>	<i>Máximo</i>	<i>Rango</i>
R 55 CG	28.2249%	1.75	4.6	2.85
R55°C DQO	22.9053%	4.74467	8.74795	4.00328
R55°C V	27.716%	4.111	8.455	4.344
<b>Total</b>	<b>34.7783%</b>	<b>1.75</b>	<b>8.74795</b>	<b>6.99795</b>

**Tabla A2.9. Sesgo estadístico obtenido del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C**

<i>Origen</i>	<i>Sesgo estandarizado</i>	<i>Curtosis estandarizada</i>
R 55 CG	-0.856773	0.121904
R55°C DQO	1.6493	1.29152
R55°C V	0.730701	-0.484052
<b>Total</b>	<b>0.765015</b>	<b>0.133439</b>

La Tabla A2.10 descompone la varianza de volumen en dos componentes: un componente entre-grupos y un componente dentro-de-grupos. La razón-F, que en este caso es igual a 8.26248, es el cociente entre el estimado entre-grupos y el estimado dentro-de-grupos. Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05,

existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de volumen entre un nivel de origen y otro, con un nivel del 5% de significación.

**Tabla A2.10. Análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C**

<i>Fuente</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
<b>Entre grupos</b>	29.7794	2	14.8897	<b>8.26</b>	<b>0.0028</b>
<b>Intra grupos</b>	32.4376	18	1.80209		
<b>Total (Corr.)</b>	62.217	20			

En la Tabla A2.11 aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. El asterisco que se encuentra al lado de los 2 pares indica que estos pares muestran diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se han identificado 2 grupos homogéneos según la alineación de las X en columnas. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X.

**Tabla A2.11. Pruebas de rangos múltiples del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C**

<i>Origen</i>	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos homogéneos</i>		
<b>R 55 CG</b>	7	3.39143	X		
<b>R55°C V</b>	7	5.81014	X		
<b>R55°C DQO</b>	7	6.01276	X		
<i>Contraste</i>			<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
<b>R 55 CG - R55°C DQO</b>			*	<b>-2.62133</b>	1.50753
<b>R 55 CG - R55°C V</b>			*	<b>-2.41871</b>	1.50753
<b>R55°C DQO - R55°C V</b>				0.202617	1.50753

\* indica una diferencia significativa; Método: 95.0 porcentaje LSD

El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0. Los datos obtenidos en esta prueba se pueden apreciar gráficamente en la Figura A2.2.

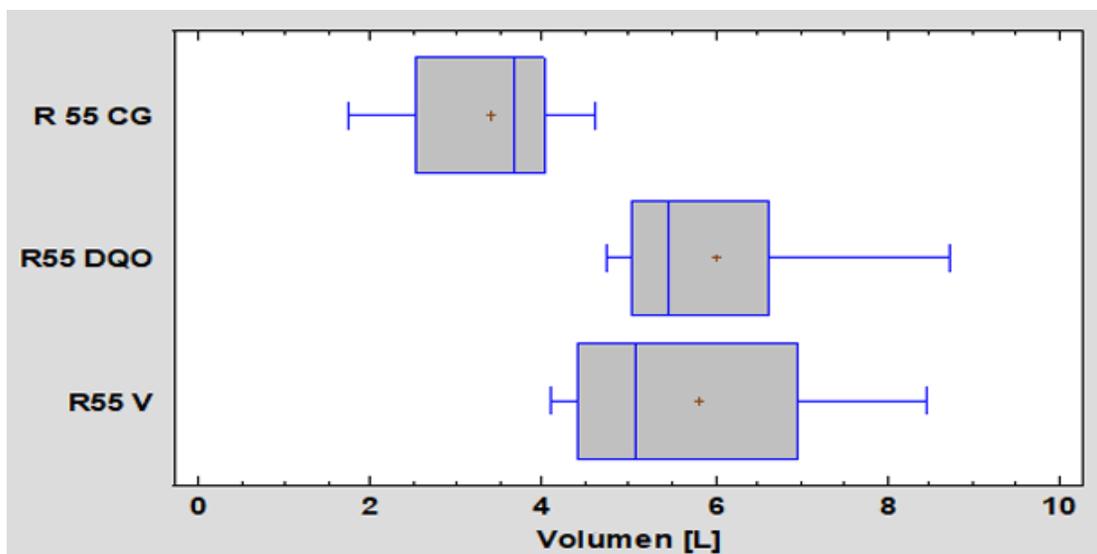


Figura A2.2. Gráfico de cajas y bigotes resultado del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C

En la Tabla A2.12, se presenta la prueba de Kruskal-Wallis evalúa la hipótesis de que las medianas de volumen dentro de cada uno de los 3 niveles de origen son iguales. Primero se combinan los datos de todos los niveles y se ordenan de menor a mayor. Luego se calcula el rango (*rank*) promedio para los datos de cada nivel. Puesto que el valor-P es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre las medianas con un nivel del 95.0% de confianza.

Tabla A2.12. Prueba de Kruskal-Wallis del análisis de varianza, andeva (ANOVA en inglés) para el R55°C

<i>Origen</i>	<i>Tamaño muestra</i>	<i>Rango promedio</i>		
R 55 CG	7	4.28571		
R55°C DQO	7	15.0		
R55°C V	7	13.7143		
Estadístico = 12.4453 Valor-P = 0.00198401				
intervalos de confianza del 95.0%				
<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>	
R 55 CG - R55°C DQO	*	-10.7143	7.93995	
R 55 CG - R55°C V	*	-9.42857	7.93995	
R55°C DQO - R55°C V		1.28571	7.93995	

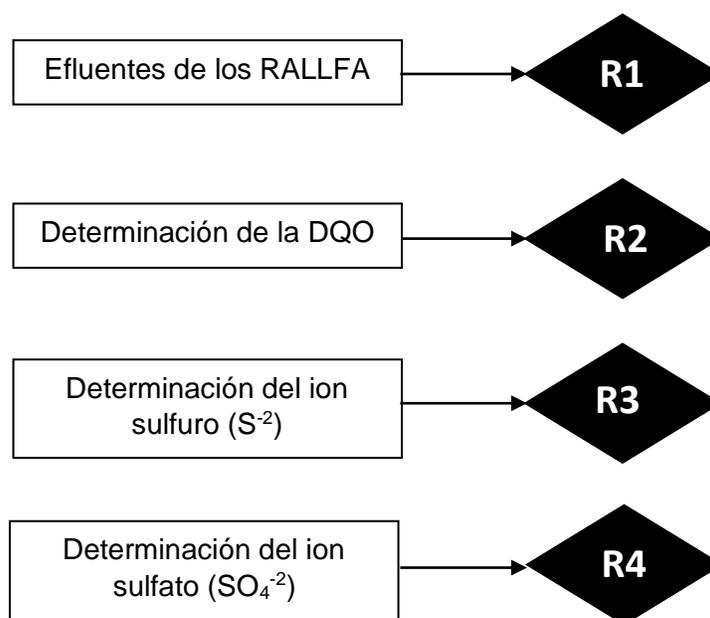
\* indica una diferencia significativa.

La segunda parte del desplegado muestra comparaciones por pares entre los rangos promedio de los 3 grupos. Usando el procedimiento de Bonferroni, 2 de las comparaciones son estadísticamente significantes al nivel de confianza 95.0%.

## **ANEXO III**

### **Disposición controlada de los residuos producidos en esta investigación**

Durante el desarrollo experimental llevado a cabo en esta experimentación se generaron diversos residuos que pueden afectar el ambiente de forma directa. En la Figura A3.1. se presenta la clasificación de los residuos generados en este experimento.



**Figura A3.1. Disposición controlada de los residuos generados en los experimentos**

Las acciones necesarias para la buena disposición de los residuos son:

R1: Al ser residuos provenientes de un tratamiento anaerobio se pueden neutralizar y verter al drenaje del laboratorio para ser tratadas, posteriormente, en la Planta de Tratamiento de Aguas Residuales de la Ciudad Universitaria

R2, R3, R4: Son residuos de técnicas analíticas que contienen sustancias peligrosas como los compuestos de cromo, bario y metales pesados. Cada uno se coloca en un recipiente de plástico bien etiquetado para ser trasladado a la Unidad de Gestión Ambiental (UGA) de la Facultad de Química para su disposición controlada.

## REFERENCIAS CONSULTADAS

- APHA, AWWA, WEF. 2012. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 22va edición. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. Washington, Estados Unidos.
- Bailey, J.E., Ollis, D.F. 1986. Biochemical Engineering Fundamentals. McGraw-Hill Science/Engineering/Math. 2ª edición. ISBN-10: 0070032122. ISBN-13: 978-0070032125. 928 pp. Nueva York, EE. UU.
- Bazúa, C.D., Wilke, C.R. 1977. Ethanol effects of the kinetics of a continuous fermentation with *Saccharomyces cerevisiae*. Biotechnology and Bioengineering Symposium No. 7. 105-118.  
<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/332248/> / Ethanol effects of the kinetics of a continuous fermentation with ***Saccharomyces cerevisiae***. Bazúa, C.D., Wilke, C.R. Report LBL 4423-U-CAL. 29 pages (1975).  
<https://escholarship.org/content/qt3wf9f3ww/qt3wf9f3ww.pdf> / The effect of alcohol concentration on the kinetics of ethanol production by ***Saccharomyces cerevisiae***. Bazúa, C.D. M.S. Thesis U.C. Berkeley, U.S. (1974)
- Bernal-González, M., Poblano-Flores, A., Toscano-Pérez, D. y Durán-de-Bazúa, C. 2012. Ahorro de energía: Uso de reactores anaerobios termofílicos para la obtención de metano a partir de vinazas de ingenios azucareros-alcoholeros. Efecto de la temperatura en el desempeño de las biocomunidades anaerobias. Tecnol. Ciencia Ed. (IMIQ, México). 27(2): 80-88. Recuperado de <https://www.redalyc.org/pdf/482/48230177004.pdf>
- Caputo, M. 2020. Estudio de la composición orgánica de la vinaza y metodología para eliminar sus efectos contaminantes. Tesis de Doctorado de la Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata. Rio de la Plata. Argentina. Recuperado de <https://doi.org/10.35537/10915/111902>
- Castro-González, A. 2004. Efecto de la temperatura en la actividad metanogénica y sulfatorreductora de consorcios microbianos en condiciones anaerobias. Tesis de Doctorado en Ciencias. UNAM. Programa de Maestría y Doctorado en Ciencias Químicas (Ingeniería Química). Defensa: Enero 28. Ciudad de México. México.
- CEDRSSA. 2020. Reporte. La producción y el comercio de los biocombustibles en México y en el mundo. Palacio Legislativo de San Lázaro. Ciudad de México. P. 12. Centro de Estudios para el Desarrollo Rural Sustentable y la Soberanía Alimentaria.  
<http://www.cedrssa.gob.mx/files/b/13/56Producci%C3%B3n%20y%20comercio%20de%20biocombustibles.pdf>
- Chernicharo, C.A.deL. 2007. Biological Wastewater Treatment Series. Anaerobic Reactors. IWA Publishing. New Delhi. India.
- CONADESUCA. 2022. Informe Estadístico del Sector Agroindustrial de la Caña de Azúcar en México, zafras 2012-2013 / 2021-2022.  
[https://www.siiba.conadesuca.gob.mx/siica/docext/9no\\_informe\\_estadistico.pdf](https://www.siiba.conadesuca.gob.mx/siica/docext/9no_informe_estadistico.pdf)

- CONADESUCA. 2017. Nota informativa sobre innovaciones en materia de productividad del sector. Vinazas: alternativas de uso. [archivo PDF], Ciudad de México:  
[https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/171932/Nota\\_Informativa\\_Septiembre\\_Vinazas.pdf](https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/171932/Nota_Informativa_Septiembre_Vinazas.pdf)
- CONAGUA. 2019. Manual de Agua Potable, Alcantarillado y Saneamiento. Diseño de plantas de tratamiento de aguas residuales municipales: Reactores anaerobios de flujo ascendente (28). Subdirección General de Agua Potable, Drenaje y Saneamiento. Ciudad de México. México.
- Contreras-Contreras, J.A. 2019. Caracterización química de vinazas de torres de destilación y posible remoción de polifenoles de ellas empleando sistemas bioquímicos anaerobios. Tesis de Maestría en Ciencias. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química. Defensa: Enero 25. Ciudad de México. México.
- Correa-López, R.E. 2022. Métodos de tratamiento alternos tanto biológicos como fisicoquímicos, para el reaprovechamiento de vinazas provenientes de una planta cooperante productora de bioetanol. Tesis Profesional de Ingeniería Química. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química. Defensa: Junio 30. Ciudad de México. México.
- DOF. 1982. Análisis de aguas – Determinación de Sulfuros – Método de prueba. Norma Mexicana NMX-AA-084-1982. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal. Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2001. Análisis de aguas - Determinación de acidez y alcalinidad en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de Prueba. Norma Mexicana NMX-AA-036-SFCI-2001. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal. Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2009. DIARIO OFICIAL (Primera Sección). Modificación del inciso 0, el encabezado de la Tabla 13, el último párrafo del Anexo B y el apartado Signo decimal de la Tabla 21 de la Norma Oficial Mexicana NOM-008-SCFI-2002, Sistema general de unidades de medida. CUARTO.- Se modifica el encabezado de la tabla 13 para quedar como sigue: Tabla 21 - Reglas para la escritura de los números y su signo decimal. Signo decimal El signo decimal debe ser una coma sobre la línea (,) o un punto sobre la línea (.). Si la magnitud de un número es menor que la unidad, el signo decimal debe ser precedido por un cero. Diario Oficial de la Federación. Jueves 24 de septiembre de 2009. Poder Ejecutivo Federal. Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2011a. Análisis de agua - Determinación del pH - Método de Prueba. Norma Mexicana NMX-AA-008-SFCI-2011. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal. Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2011b. Análisis de aguas - Determinación de la demanda química de oxígeno en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de Prueba. Parte 2 - Determinación del índice de la demanda química de oxígeno - Método de tubo sellado a pequeña escala Norma Mexicana NMX-AA-030/2-SFCI-2012. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal. Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2013. Análisis de agua - Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de Prueba. Norma Mexicana NMX-

- AA-007-SFCI-2013. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2014. Análisis de agua – Medición del ion sulfato en aguas naturales, residuales y residuales tratadas – Método de prueba. Norma Mexicana NMX-AA-074-SFCI-2014. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal Estados Unidos Mexicanos.
- DOF. 2015. Análisis de aguas - Determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas - Método de Prueba. Norma Mexicana NMX-AA-034-SCFI-2015. Diario Oficial de la Federación. Poder Ejecutivo Federal. Estados Unidos Mexicanos.
- Durán-Domínguez-de-Bazúa, M.d.C. 2022. Aprovechamiento de los subproductos del procesamiento de la caña de azúcar: Bagazo, cachaza, vinazas, metano, polifenoles, aguas residuales tratadas, etc. / *Use of by-products from sugarcane processing: Bagasse, cachasse, stillage (vinasse), methane, polyphenols, treated wastewater, etc.* Revista RD ICUAP. 8(23):115-130.  
<http://rd.buap.mx/ojs-dm/index.php/rdicuap/article/view/812/924>
- España-Gamboa, E., Mijangos-Cortez, J., Barahona-Perez, L., Dominguez-Maldonado, J., Hernandez-Zarate, G., Alzate-Galvira, L. 2011. Vinasses: Characterization and treatments. *Waste Management & Research*. 29(12):1235-1250. <https://journals.sagepub.com/doi/pdf/10.1177/0734242X10387313>
- España-Gamboa, E., Mijangos-Cortez, J., Hernández-Zarate, G., Domínguez-Maldonado, J., Alzate-Galvira, L. 2012. Methane production by treating vinasses from hydrous ethanol using a modified UASB reactor. *Biotechnology for Biofuels and Bioproducts*. 5(1):1-9.  
<https://link.springer.com/content/pdf/10.1186/1754-6834-5-82.pdf>
- FAO. 2011. Manual de biogás. Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura. Proyecto CHI/00/G32: “Chile” Remoción de barreras para la electrificación rural con energías renovables. Ministerio de Energía, Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo. Santiago de Chile. 120 pp.
- Field, J. 1987. Parámetros operativos del manto de lodos ‘anaeróbicos’<sup>7</sup> de flujo ascendente. En: Manual de Arranque y operación de sistemas de flujo ascendente con manto de lodos – UASB. Universidad del Valle, CVC. Universidad Agrícola de Wageningen. Cita tomada de Torres-Lozada y Pérez (2010).
- Gaspar-Mendoza, L., Bernal-González, M., García-Gómez, R.S., Solís-Fuentes, J.A., Navarro-Frómeta, A.E., Durán-Domínguez-de-Bazúa, M.d.C. 2022. Aprovechamiento integral de las vinazas de alcohol de caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) mediante anaerobiosis y la posible separación de polifenoles útiles usando carbón activado de bagazo de caña / *Comprehensive use of sugarcane (Saccharum officinarum) alcohol stillage through anaerobiosis*

---

<sup>7</sup> Los términos aerobio y anaerobio han sido desvirtuados por copiar el anglicismo en vez de usarlos a pesar de que vienen del griego y, posteriormente, del latín por lo que no requieren de adaptaciones de *aerobic* y *anaerobic* [nota de la supervisora técnica]

*and the possible separation of useful polyphenols using activated carbon from cane bagasse. **Mix Tec.** 2(3):12-54.*

<http://mixtec.utim.edu.mx/articulosv3/articulo02.pdf>

- Hernández-González, J.C. 2017 Balance de materia y energía de un reactor anaerobio de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) para el tratamiento de un efluente proveniente de una planta azucarera. Tesis profesional de Ingeniería Química. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química. Defensa: Junio 14. Ciudad de México. México.
- Jenkins, S.R., Morgan, J.M., Sawyer, C.L. 1983. Measuring anaerobic sludge digestion and growth by a simple alkalimetric titration. *J. Wat. Pollut. Cont. Fed.* 55(4):448-453.
- Lettinga, G., De Zeeuw, W., Hulshoff Pol, L., Hobma, S., Grin, P., Wiegant, W., Van Velse, A., Koster, I. 1982. Anaerobic waste water treatment using the UASB treatment process. En Memorias del Simposio Internacional "Avances en Digestión Anaerobia<sup>8</sup>", II Curso Regional de la OEA, UAM-I, ICATI, México D.F. México.
- Lettinga, G., van Velsen, A.F.M., Hobma, S.W., de Zeeuw, W., Klapwijk, A. 1980. Use of the upflow sludge blanket (USB) reactor concept for biological wastewater treatment, especially for anaerobic treatment. *Biotechnol Bioeng.* 22(4): 699-734.
- Martínez-Arellano, D. 2022. Recuperación de polifenoles de vinazas sometidas a un tratamiento anaerobio en reactores de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) termofílicos. Tesis profesional de Ingeniería Química. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química. Defensa: Noviembre 25. Ciudad de México. México.
- Parsaee, M., Kiani, M.K.D., Karimi, K. 2019. A review of biogas production from sugarcane vinasse. *Biomass and Bioenergy.* 122:117-125.  
<https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2019.01.034>
- Pérez, A., Cajigas, A. 2002. Corrección de pH en reactores anaerobios tratando aguas residuales del proceso de extracción de almidón de yuca. Tesis de pregrado. Ingeniería Sanitaria, Universidad del Valle. Cali, Colombia. Cita tomada de Torres-Lozada y Pérez (2010).
- Poblano-Flores, A. 2015. Contenido de metano en biogás producido a nivel laboratorio en tres reactores de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) operando a 45, 55 y 65°C. Tesis profesional de Ingeniería Química. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química. Defensa: Mayo 22. Ciudad de México. México.
- Ramírez-Martínez, A., López-Escobar, L.A., Del Ángel-Coronel, O.A., Nava-Valente, N. 2020. Potencial de biometanización de residuos del procesamiento del café. *RINDERESU.* 5(1):312-325.

---

<sup>8</sup> Desde que Metcalf y Eddy publicaron su muy usado libro en la ingeniería ambiental se "creó" este pleonasma ya que la digestión es inherentemente anaerobia por lo que no requiere de este adjetivo ni en español ni en inglés ni en portugués y han transcurrido ya dos generaciones y no ha logrado erradicarse del léxico técnico [nota de la supervisora técnica]

- Rincón-Acelas, I.R. 2008. Cinética de la degradación anaerobia termofílica de vinazas de caña. Tesis de Maestría en Ingeniería. Universidad Nacional Autónoma de México. Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería (Ingeniería Ambiental). Defensa: Junio 30. Ciudad de México. México
- Rodrigues-Reis, C.E., Hu, B. 2017. Vinasse from Sugarcane Ethanol Production: Better Treatment or Better Utilization? *Front. Energy Res.* 5(7):1-7. <https://doi.org/10.3389/fenrg.2017.00007>
- Rojas, O. 1987. Relación alcalinidad-ácidos grasos volátiles. Manual de Arranque y operación de sistemas de flujo ascendente con manto de lodos-UASB. Organizado por Universidad del Valle, CVC, Universidad Agrícola de Wageningen. Colombia-Países Bajos.
- Rojas-Zamudio, M.M. 2018. Arranque y operación de un reactor anaerobio de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) para el tratamiento de un efluente proveniente del proceso de destilación del alcohol o "vinaza". Tesis profesional de Ingeniería Química. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Química. Defensa: Octubre 02. Ciudad de México. México.
- SADER. 2016. Vinazas: Alternativas de uso. Dirección electrónica (revisado el 25 de junio del 2016). [https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/171932/Nota\\_Informativa\\_Septiembre\\_Vinazas.pdf](https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/171932/Nota_Informativa_Septiembre_Vinazas.pdf)
- SENER. 2017. Cartera de necesidades de innovación y desarrollo tecnológico. Biogás, México. Dirección electrónica (revisado el 12 de junio del 2019). [https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/329909/Cartera\\_Necesidades\\_Innovacion\\_BIOGAS\\_Final.pdf](https://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/329909/Cartera_Necesidades_Innovacion_BIOGAS_Final.pdf)
- Singh, R.P., Kumar, S., Ojha, C.S.P. 1999. Nutrient requirement for UASB process: A review. *Biochemical Engineering Journal.* 3(1): 35-54. [https://doi.org/10.1016/S1369-703X\(98\)00043-6](https://doi.org/10.1016/S1369-703X(98)00043-6)
- Torres-Lozada, P., Pérez, A. 2010. Actividad metanogénica específica: Una herramienta de control y optimización de sistemas de tratamiento anaerobio de aguas residuales. *Revista Ingeniería de Recursos Naturales y del Ambiente (EIDENAR Universidad del Valle, Colombia).* 9(1-12):5-14. <https://www.redalyc.org/pdf/2311/231116434001.pdf>  
<http://revistaeidendar.univalle.edu.co/revista/ejemplares/9/b.htm>
- van Lier, J.B., Hulsbeek, J., Stams, A.J., Lettinga, G. 1993. Temperature susceptibility of thermophilic methanogenic sludge: Implication for reactor start-up and operation. *Bioresource Technology.* 43:227-235. [https://doi.org/10.1016/0960-8524\(93\)90035-A](https://doi.org/10.1016/0960-8524(93)90035-A)
- Vergara-Salgado, S. 2010. Identificación de bacterias metanogénicas y sulfato-reductoras en tres reactores de lecho de lodo de flujo ascendente (RALLFA) operando a 45, 55 y 65°C. Tesis profesional de Biología. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Estudios Superiores Zaragoza. Ciudad de México. México.
- Vlyssides, A., Barampouti, E.M., Mai, S., Moutsatsou, A. 2006. Effect of ferrous iron on the settling properties of granular sludge in a UASB reactor. *WIT Transactions on Ecology and the Environment.* 92:161-169.