



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

**PRODUCCIÓN DE BIOGÁS A PARTIR DE LODOS
ACTIVADOS DE PURGA PRETRATADOS Y
SUPLEMENTADOS CON NANOPARTÍCULAS DE HIERRO**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA :
ABIGAIL RODRÍGUEZ VELÁZQUEZ



ASESOR DE TESIS:
ULISES DURÁN HINOJOSA

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX.

2023



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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:

PRESIDENTE: *María Rafaela Gutiérrez Lara*

VOCAL: *Carmina Montiel Pacheco*

SECRETARIO: *Ulises Durán Hinojosa*

1er. SUPLENTE: *Rene González Albarrán*

2° SUPLENTE: *Alberto Sandoval García*

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio de Ingeniería Ambiental (LIA) del Instituto de Ingeniería de la UNAM (IINGEN)

Circuito escolar S/N, Ciudad Universitaria, CP. 04510, CDMX, México.

Asesor del tema:

Dr. Ulises Durán Hinojosa

Sustentante:

Abigail Rodríguez Velázquez

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	6
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO	8
1.1 Panorama en México	8
1.2 Funcionamiento de una PTAR	10
1.2.1 Características de lodo primario y secundario	12
1.3 Tratamiento biológico de lodos	13
1.3.1 Pretratamientos	14
a. Pretratamientos térmicos	15
b. Pretratamiento químico con ácido peracético (APA)	16
c. Pretratamiento químico por electrooxidación (PEO)	17
d. Pretratamientos biológicos	18
1.4 Digestión anaerobia de lodos activados de purga.....	18
1.4.1 Factores que influyen en el proceso de digestión anaerobia	19
1.4.2 Microorganismos	21
1.4.3 Metales traza en disolución en la digestión anaerobia	23
1.5 Metales traza en forma de nanopartículas en la digestión anaerobia	26
1.6 Ensayos de Potencial Bioquímico de Metano (PBM)	27
1.6.1 Método manométrico	28
1.6.2 Método volumétrico	29
CAPÍTULO 2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	31
2.1 Justificación.....	31
2.2 Objetivos	32
2.2.1 Objetivo General.....	32
2.2.2 Objetivos específicos.....	32
2.3 Hipótesis	32
CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	33
3.1 Obtención del lodo activado de purga	33

3.2	Pretratamiento por electrooxidación.....	33
3.3	Pretratamiento empleando ácido peracético	34
3.4	Cinética empleando ácido acético como sustrato	35
3.5	Cinética con nanopartículas de Fe°	37
CAPÍTULO 4. RESULTADOS		40
4.1	Cinética de evaluación de actividad metanogénica del inóculo de los digestores	40
4.2	Cinética empleando nanopartículas de Fe°.....	44
CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES		54
REFERENCIAS.....		55

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Niveles de procesamiento de aguas residuales en México.....	11
Tabla 2.	Características del lodo primario y lodo activado.	13
Tabla 3.	Características de la digestión mesofílica y termofílica.	20
Tabla 4.	Reacciones durante la digestión anaerobia.	22
Tabla 5.	Funciones del Fe, Ni, Co y Mo.	24
Tabla 6.	Concentración de inhibición del Fe, Ni, Co y Mo.	25
Tabla 7.	Influencia de nanopartículas en la digestión anaerobia de lodos activados de purga.	26
Tabla 8.	Composición del biogás generado a partir de digestión anaerobia.....	30
Tabla 9.	Propiedades fisicoquímicas del biogás.	30
Tabla 10.	Preparación de ensayos empleando ácido acético como sustrato.	36
Tabla 11.	Preparación de la cinética con explosión de vapor.	39
Tabla 12 .	Porcentaje de eficiencia de consumo de ácido acético.....	43

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama de la digestión anaerobia (Van Lier Jules B et al., 2008).	21
Figura 2. Diagrama de técnica empleada para medir la producción diaria de metano (Esposito et al., 2012).....	29
Figura 3. Reactor de electrólisis Diachem® empleado para el pretratamiento por PEO.....	34
Figura 4. Equipo de jarras empleado para la preparación del pretratamiento con APA.....	35
Figura 5. Equipo empleado para las cinéticas de Potencial Bioquímico de Metano.	36
Figura 6. Cinética de Fe ^o empleando botellas serológicas.....	37
Figura 7. Remoción de Demanda Química de Oxígeno de ensayos con diferentes inóculos.	41
Figura 8. Alcalinidad y Ácidos Grasos Volátiles (AGV's) finales promedios.....	42
Figura 9. Producción promedio de Metano a partir de ácido acético empleado como sustrato.....	43
Figura 10. Remoción de sólidos volátiles.	45
Figura 11. Solubilización o remoción de Demanda Química de Oxígeno soluble (%) (DQOs).....	46
Figura 12. Producción de AGV's y alcalinidad.	47
Figura 13. Producción de Metano a 185°C.....	48
Figura 14. Producción de Metano a 220°C.....	49
Figura 15. Producción promedio de metano en ensayos donde se realizó una explosión de vapor variando temperatura (185 y 220°C), presencia de oxígeno y suplementadas con nanopartículas de Fe.....	51
Figura 16. Velocidad de producción de metano empleando una explosión de vapor a 185°C, variando presencia de oxígeno y nanopartículas de hierro.	52
Figura 17. Velocidad de producción de metano empleando una explosión de vapor a 220°C, variando presencia de oxígeno y nanopartículas de hierro.	53

NOMENCLATURA:

AGV's: Ácidos grasos volátiles.

APA: Pretratamiento con ácido peracético.

DA: Digestión anaerobia.

DQO: Demanda Química de Oxígeno.

PBM: Potencial Bioquímico de Metano.

PEO: Pretratamiento por electrooxidación.

PTAR: Planta de tratamiento de aguas residuales.

SP: Sin pretratamiento.

ST: Sólidos totales.

SV: Sólidos volátiles

S/X₀: Relación sustrato/inóculo.

RESUMEN

Hoy en día, la sobreexplotación de los recursos naturales, provocada principalmente por el aumento de la población a nivel mundial, ha ocasionado que éstos comiencen a escasear, siendo el más evidente y de mayor preocupación el agua. Debido a esto, la gestión de los recursos hídricos se ha convertido en un tema de relevancia. Actualmente, México enfrenta un problema en el tratamiento de agua residual (caudal que año con año aumenta) haciendo insuficientes las plantas de tratamientos de agua residual (PTAR). Estas plantas están conformadas por unidades de pretratamiento, sedimentación primaria y secundaria, sistemas biológicos, disposición y tratamiento de lodos. Todo esto con la finalidad de generar un efluente reutilizable y libre de toxinas y microorganismos patógenos.

Un residuo que se genera al realizar el tratamiento de las aguas residuales son los lodos de purga. Estos lodos pueden encontrarse principalmente en forma líquida o semisólida y, debido a su naturaleza, el proceso para poder reutilizarlos o disponerlos al ambiente representa uno de los mayores problemas a los que se enfrentan las PTAR's, en donde se generan aproximadamente 3,500 toneladas de lodo seco al día, disponiéndose de manera cruda más del 90%.

El tratamiento secundario de las aguas residuales generalmente utiliza los lodos activados como proceso biológico. Estos lodos contienen una alta carga de microorganismos que oxidan la materia orgánica presente en las aguas residuales, por lo que se requiere que estas grandes cantidades de lodos activados sean estabilizadas. Para ello, se ha demostrado que la digestión anaerobia es un proceso que posee grandes ventajas como: una disminución de alrededor del 24 % del volumen de los lodos, disminución de la carga de microorganismos patógenos, y sobre todo, la generación de energía en forma de biogás, Este último representa el de mayor importancia para la presente investigación, puesto que el objetivo producir biogás rico en metano a partir de lodos activados de purga.

El proceso de producción de metano mediante digestión anaerobia está compuesto por cuatro etapas: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis. Se ha

identificado que, para la estabilización anaerobia de lodos activados de purga, la etapa limitante de este proceso es la hidrólisis. Esto sucede debido a que los lodos activados están compuestos principalmente de células con paredes rígidas que impiden su degradación. En la literatura se ha encontrado que existen pretratamientos que permiten acelerar esta etapa inicial, favoreciendo la producción de metano, los cuales se clasifican en térmicos, mecánicos, enzimáticos y químicos.

Adicional al empleo de pretratamientos para lograr una estabilización anaerobia de lodos activados de purga, se requiere del uso de bioestimulantes que reduzcan la acumulación de ácido propiónico. Este ácido, además de inhibir la etapa de metanogénesis, reduce el contenido de gases contaminantes en el biogás generado, como lo es el sulfuro de hidrógeno (H_2S). Trabajos previos han identificado que el uso de nanopartículas de Hierro (Fe) mejora las características del biogás, por lo que su utilización como una nueva estrategia para reducir los problemas antes mencionados, ha traído resultado favorables.

Debido al interés que representa la producción de energía mediante el empleo de esta materia prima, en el presente proyecto de tesis se evaluarán y compararán tres pretratamientos: electrooxidación, ácido peracético y explosión de vapor, los cuales serán bioestimulados con 1 g de nanopartículas de Fe por cada gramo de sólidos volátiles. La finalidad será identificar las condiciones donde se obtiene una mayor producción de metano a partir de lodos activados de purga.

CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO

1.1 Panorama en México

Hoy en día México, al igual que el resto del planeta, asegurar el suministro de agua a todos sus habitantes y a las futuras generaciones representa un gran e importante reto. En 2010, la Asamblea General de las Naciones Unidas reconoció el derecho a todo ser humano de recibir acceso al agua de calidad aceptable, segura y de precio accesible, para uso doméstico y personal (Ceja de la Cruz, 2019). Sin embargo, esto se dificulta con el paso del tiempo debido al crecimiento poblacional y urbanización. De acuerdo con el INEGI, en el 2020 había 126 millones de habitantes en México (año con año esta cifra aumenta) con 77% asentados en lugares donde naturalmente no se encuentra agua. Adicional, el 67% del territorio mexicano es árido o semi-árido y el 68% de las precipitaciones anuales se concentran en los meses de junio a septiembre, lo que propicia que durante el resto del año el agua deba racionarse adecuadamente para evitar desabastos (CONAGUA, 2019). Así mismo, se estima que de los 653 acuíferos existentes en el país, para el 2015, 105 se encontraban sobreexplotados (Ceja de la Cruz, 2019).

El sector industrial representa una parte importante del gasto de agua. En 2019, México se posicionó como el 4º exportador de vehículos a nivel mundial, lo que representa el consumo aproximado de 4000L de agua por cada coche manufacturado. Durante el mismo año, México encabezó la lista de países exportadores de cerveza, proceso que requiere entre 3 y 5 L de agua por cada litro de cerveza fabricado (CONAGUA, 2019).

De acuerdo con la Oficina de Información Científica y Tecnológica para el Congreso de la Unión (INCYTU), en el 2015 los gastos generados por la contaminación de agua fueron de \$57,403 millones de pesos, lo que representó el 0.3% del PIB, y los daños al territorio nacional por agotamiento y degradación del ambiente fueron superiores a \$900 mil millones de pesos (5% del PIB nacional). Las cifras anteriores

demuestran claramente la importancia del tratamiento de aguas residuales como una vía para su reutilización y reducción del estrés hídrico.

En México, el sistema de alcantarillado recolecta 211m³/s de agua residuales, pero únicamente el 57% son tratadas (Ceja de la Cruz, 2019) en las 2477 plantas de tratamiento de aguas residuales (PTAR) que son distribuidas a los largo del territorio nacional. Estas PTAR se encuentran integradas por unidades de pretratamiento, sedimentación primaria y secundaria, sistemas biológicos, físicos, disposición y tratamientos de lodos. Su función es generar un efluente reutilizable libre de toxinas y patógenos, que cumpla con la normatividad vigente en materia ambiental (CONAGUA, 2019).

Durante el proceso de tratamiento de agua residual se producen lodos, los cuales, usualmente, están presentes en forma líquida o semisólida con un contenido del 0.25% al 12% de sólidos en peso, dependiendo del proceso y operación al que sean sometidos (Tchobanoglous *et al.*, 2003).

Debido a los grandes caudales de tratamiento de agua residual, se generan aproximadamente 3,500 toneladas de lodo seco al día, de los cuales más del 90% se desechan de manera cruda o semi-tratada en rellenos sanitarios, tiraderos o sistemas de alcantarillado sin recibir un tratamiento previo (CONAGUA, 2014). Esto representa un riesgo a la salud pública ya que contienen una alta carga de microorganismos (principalmente bacterias, protozoarios y hongos), así como metales pesados (Rajasulochana & Preethy, 2016), los cuales favorecen el aumento de la biomasa microbiana del suelo. Esto sucede debido a la adición de una nueva carga microbiana, o a la estimulación del crecimiento de la ya existente, provocado por las nuevas fuentes de carbono que se estarían adicionando (Terreros-Mecalco *et al.*, 2009).

Para regular la disposición de estos residuos generados en las PTAR, la Norma Oficial Mexicana NOM-004-SEMARNAT-2002 hace mención del manejo y límites máximos permisibles de contaminantes en los lodos y biosólidos provenientes del desazolve de los sistemas de alcantarillado urbano o municipal, de las plantas

potabilizadoras y de las plantas de tratamiento de aguas residuales (SEMARNAT, 2003).

Dado que garantizan un efluente que puede ser empleado por el ser humano para diversas actividades, el número de PTAR's ha aumentado y, como consecuencia, también la cantidad de lodos activados que se generan durante el proceso de tratamiento. Para que puedan ser desechados sin que representen un riesgo a la salud, estos lodos requieren ser estabilizados (Appels *et al.*, 2011). Entre los métodos más comunes para lograr esto se encuentran: los procesos físicos (como filtración y espesado), químicos, térmicos y biológicos (digestión aerobia y anaerobia) (Terreros-Mecalco *et al.*, 2009).

Profundizando en la tecnología de digestión anaerobia como tratamiento biológico para la estabilización de lodos, esta descompone la materia orgánica, en ausencia de oxígeno, dando como resultado una degradación de residuos orgánicos. Esta degradación genera una producción de gas con alto contenido de metano (biogás) y una remoción de materia orgánica parcialmente estabilizada con potenciales aplicaciones de enmienda de suelo (González, 2019).

En cuanto al tratamiento de los lodos activados, este proceso puede representar entre el 30 y 60% de los costos de operación de una planta (Barrios *et al.*, 2021). Sin embargo, la cantidad de energía recuperada mediante la producción de metano a través de la digestión anaerobia, podría cubrir algunos de estos costos si se logra reutilizar el biogás en procesos térmicos, o utilizarlo como electricidad si se acopla a un sistema de cogeneración (Deublein & Steinhauser, 2010).

1.2 Funcionamiento de una PTAR

Una Planta de Tratamiento de Aguas Residuales (PTAR), tanto industrial como doméstica, es un requisito importante para la conservación y el cuidado del agua. El tratamiento del agua residual consiste en una serie de procesos físicos, químicos y biológicos que tienen como fin eliminar los contaminantes presentes. Con el

tiempo, se han mejorado los métodos y aplicaciones para el tratamiento del agua residual, lo cual ha permitido una mejora en la recuperación de recursos y en la adición de un valor importante al residuo que se genera.

La tabla 1 muestra los diferentes niveles de procesamiento de aguas residuales y el porcentaje de plantas que los emplean.

Tabla 1. Niveles de procesamiento de aguas residuales en México.

Nivel	Proceso	Contaminantes removidos	Tipo de lodo producido	Porcentaje de las plantas existentes
Primario: Asentamiento de sólidos	<ul style="list-style-type: none"> • Sedimentación • Decantación • Lagunas de estabilización 	<ul style="list-style-type: none"> • Ajusta el pH del agua • Orgánicos e inorgánicos 	Primario	31.14%
Secundario: Tratamiento biológico de la materia orgánica disuelta	<ul style="list-style-type: none"> • Lodos activados • Lagunas aireadas • Filtros biológicos • Reactores anaerobios de flujos ascendentes (RAFA) 	<ul style="list-style-type: none"> • Orgánicos coloidales • Orgánicos disueltos 	Secundario	60.7%
Terciarios: microfiltración y desinfección	<ul style="list-style-type: none"> • Desinfección • Filtración química 	<ul style="list-style-type: none"> • Orgánicos disueltos • Iones • Bacterias • Virus 	Terciario	3.35%
No especificado				4.81%

(Ceja de la Cruz, 2019)

Debido a la procedencia de las aguas residuales, éstas deben ser sometidas a diferentes niveles de procesamiento (primario, secundario y terciario) donde se realice la absorción de los contaminantes contenidos en las mismas, ocasionando la generación de lodos que se encuentran conformados mayormente por agentes contaminantes.

1.2.1 Características de lodo primario y secundario

El lodo primario producido en las PTAR proviene de procesos mecánicos y contiene entre el 93 y 99.5% de agua, así como altas proporciones de materia orgánica suspendida y disuelta que es fácilmente biodegradable (Barrios *et al.*, 2021). Por otra parte, los lodos secundarios o lodos activados provienen del tratamiento biológico de agua residual y suelen estar compuestos por microorganismo, de los cuáles las bacterias representan el 95% de la biomasa generada, siendo el resto virus, protozoarios, fungí, metazoos y algas, los cuáles están compuestos de polímeros orgánicos complejos. La concentración de sólidos totales (ST) varía entre 0.8% y 1.2%, dependiendo del tipo de tratamiento biológico empleado (Barrios *et al.*, 2021). También contiene entre el 58-88% (p/v) de materia orgánica no biodisponible, la cual está compuesta entre 50-55% de carbono, 25-30% oxígeno, 10-15% nitrógeno, 6-10% hidrógeno, 1-3% de fósforo y entre el 0.5-1.5% de azufre (Orhon *et al.*, 1994).

En cuanto al contenido energético del lodo, este proviene de la cantidad de sólidos volátiles (SV) presentes, los cuales se dividen en 2 grupos, siendo aquellos que se encuentran listos para ser degradados (aproximadamente el 50% en lodos primarios y 25% en lodos secundarios) y los que no lo están (alrededor del 30% en lodos primarios y 55% en lodos secundarios (Barrios *et al.*, 2021). La tabla 2 muestra las características de cada tipo de lodo antes mencionado:

Tabla 2. Características del lodo primario y lodo activado.

Parámetro	Lodo primario	Lodo secundario	Composición
% Sólidos totales (ST)	5-9	0.8-1.2	Compuestos de Carbono orgánico no tóxico (aproximadamente 60% en base seca), Kjeldahl-N, fósforo. Contaminantes tóxicos: metales pesados (Zn, Pb, Cu, Cr, Ni, Cd, Hg, As): las concentraciones varían de 1000 mg/L a < 1 mg/L), bifenilos policlorados, hidrocarburos poliaromáticos, dioxinas, pesticidas, disruptores endocrinos, nonil-fenoles
%Sólidos volátiles	60-80	59-68	
Nitrógeno	1.5-4	2.4-5.0	
Fósforo	0.8-2.8	0.5-0.7	
Potasa	0-1	0.5-0.7	
Celulosa	8-15	7-9.7	
Fe	2-4	-	Patógenos y otros contaminantes microbiológicos Compuestos inorgánicos: silicatos, aluminatos, calcio y compuestos que contienen magnesio Agua que varía de un pequeño porcentaje a >95%
Silica	15-20	-	
pH	5.0-8.0	6.5-8.0	
Grasas	7-35	5-12	
Proteína	20-30	32-41	
Alcalinidad	500-1500	580-1100	
Ácidos orgánicos	200-200	1100-1700	
Contenido energético	23,000-29,000	19,000-23,000	

(Tchobanoglous et al., 2003).

Como se observa, los lodos secundarios poseen una saturación mayor de ácidos grasos orgánicos, junto con una menor carga orgánica y una menor biodegradabilidad, lo que se traduce en una mayor toxicidad y una disposición más compleja en comparación a los lodos primarios (Boehler & Siegrist, 2006).

1.3 Tratamiento biológico de lodos

Dentro de los procesos biológicos para estabilizar lodos se encuentran la digestión aerobia y la digestión anaerobia. Ambos han sido estudiados ampliamente, presentado ciertas ventajas y desventajas. Para el caso del proceso aerobio, este requiere de: 1) un elevado costo energético (500 a 2000 kW-hr /1000kg de DBO) y 2) tiempos de retención hidráulica mayores a 30 días. Aunado a esto, una digestión aerobia solo puede soportar bajas cargas orgánicas de sólidos suspendidos volátiles (Terreros-Mecalco *et al.*, 2009).

Para el caso de la digestión anaerobia, aunque esta requiere de una alta inversión inicial, los costos de operación y mantenimiento son relativamente bajos, además de permitir recuperar energía en forma de metano con un rendimiento de 0.35m^3 de CH_4 /Kg de Demanda Química de Oxígeno (DQO - cantidad de oxígeno necesaria para oxidar, por métodos químicos, la materia orgánica presente en el agua) metabolizada (Terreros-Mecalco *et al.*, 2009). Adicional a esto, la digestión anaerobia permite disminuir la cantidad de gases de efecto invernadero, estabilizar y controlar el olor, así como disminuir la cantidad de sólidos presentes en el lodo.

En el caso de los lodos secundarios, la degradación de la materia orgánica está limitada entre un 20 y 50%, debido a que están conformados principalmente por biomasa generada en el proceso secundario del tratamiento de aguas residuales (Pérez-Rodríguez *et al.*, 2019). Debido a esto, se considera a la hidrólisis como la etapa limitante en el proceso de digestión anaerobia de lodos activados de purga, ya que es donde se lleva a cabo la transformación de moléculas orgánicas complejas (carbohidratos, proteínas, lípidos) en productos fácilmente biodegradables.

Para favorecer a la etapa limitante en el proceso de digestión anaerobia de lodos activados de purga, se han estudiado procesos previos a la misma, los cuales son llamados pretratamientos (Pérez-Rodríguez *et al.*, 2019).

1.3.1 Pretratamientos

Un parámetro importante para medir el contenido de materia orgánica presente en el lodo es la relación SV/ST. Este parámetro debe encontrarse en 0.5 para ser considerado como un lodo con carga orgánica relativamente elevada y que puede ser empleado para la digestión anaerobia, y producir biogás con altos rendimientos. Una relación menor a esta indica que es un lodo proveniente principalmente del tratamiento secundario de las PTAR's, donde se ha aplicado un proceso biológico de remoción de materia orgánica y nutrientes. Estos lodos no son viables para el

proceso de digestión anaerobia, ya que la solubilización del material particulado presenta mayor dificultad que aquella con un mayor contenido de materia orgánica.

Debido a esto, es importante que el lodo sea sometido a un pretratamiento para incrementar esta relación mediante una mayor solubilización de la materia orgánica (Wang *et al.*, 2016).

Los pretratamientos aceleran la etapa de hidrólisis de la materia orgánica mediante el rompimiento de las sustancias poliméricas extracelulares, así como de las membranas celulares, lo que favorece la cantidad de partículas complejas solubilizadas y por ende, su metabolización durante la digestión (Appels *et al.*, 2011). Sin un pretratamiento, se necesitaría de un mayor tiempo de retención de sólidos (20-50 días) para lograr una degradación entre el 20 y 50% de esta materia orgánica particulada (Zhen *et al.*, 2015).

Existen 4 divisiones de pretratamientos, a los cuales pueden someterse los lodos activados antes de comenzar con el proceso de digestión anaerobia, los cuáles se muestran a continuación con algunos ejemplos de cada uno (Karuppiah & Azariah, 2019):

- Térmicos: Hidrólisis térmica, también llamada explosión de vapor (steam explosion).
- Químicos: Tratamientos con ácidos o bases, oxidación.
- Físicos: Radiación con microondas, molienda.
- Biológicos: Enzimático o fúngico.

a. Pretratamientos térmicos

Pueden encontrarse dos clasificaciones para pretratamientos térmicos, dependiendo de la temperatura empleada. La primera es de bajas a moderadas temperaturas (por debajo de 100°C) y la segunda de altas temperaturas (de 100°C a 210°C). En el caso de la primera clasificación, el emplear temperaturas moderadas propicia que se tome demasiado tiempo en solubilizar la materia orgánica. En el

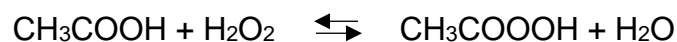
caso de la segunda, a temperaturas altas, se toma de 20-60 minutos para alcanzar una demanda química de oxígeno soluble (DQOs) de 12-80%. A pesar de esto, se pueden formar componentes recalcitrantes en temperaturas de 170-190°C que inhiban la producción de biogás (Zhang *et al.*, 2018).

Desde finales de los 70's, comenzó a emplearse una variación de los pretratamientos térmicos realizados a altas temperaturas, la cual es conocida como explosión de vapor o hidrólisis térmica. Este pretratamiento ha demostrado ser el más rentable a nivel industrial debido a que la producción de biogás y la reducción de sólidos impactan de manera positiva en los costos operacionales (Sapkaite *et al.*, 2017) y ha sido reconocido como uno de los más comunes y exitosos pretratamientos para incrementar la eficiencia de la digestión anaerobia (Zhang *et al.*, 2018). El proceso consiste en la aplicación de temperaturas elevadas (180-260°C) y presión de vapor (150-600 psi), para posteriormente liberar presión de manera súbita y producir una fuerza de corte sobre el lodo que favorece su desintegración (Zhang *et al.*, 2018).

b. Pretratamiento químico con ácido peracético (APA)

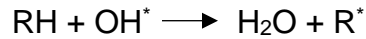
Al aplicar ácidos en el pretratamiento del lodo, se favorece la lisis en las células, lo que ocasiona la liberación de sustancias orgánicas intracelulares al medio, aumentando la velocidad y eficiencia de la digestión anaerobia (Karuppiah & Azariah, 2019).

Uno de los ácidos empleados para la aceleración de la etapa limitante (hidrólisis) en una digestión anaerobia de lodos activados de purga es el ácido peracético. Este se encuentra como una mezcla de ácido acético, peróxido de hidrógeno y ácido peracético de acuerdo a la siguiente reacción reversible:



Esta reacción tiene un potencial de oxidación de 1.81 eV por lo que es empleado en purificación de agua como agente oxidante y como desinfectante en industrias de alimentos y medicamentos (Appels *et al.*, 2011).

El ácido peracético forma radicales hidroxilo que reaccionan de la siguiente manera:



La materia orgánica se oxida, siguiendo la reacción anterior, ocasionando que las paredes celulares se rompan y liberen el contenido intracelular (Peralta *et al.*, 2018).

La principal ventaja del ácido peracético es que no permite la formación de productos tóxicos al degradarse, ya que se transforma únicamente en agua y ácido acético. Este último es altamente biodegradable por lo que contribuye en la etapa de metanogénesis a la producción de biogás (ver tabla 4).

c. Pretratamiento químico por electrooxidación (PEO)

El pretratamiento por electrooxidación es un proceso de oxidación capaz de descomponer la materia orgánica (macromoléculas) en moléculas de menor tamaño mediante la generación de radicales libres ($\cdot\text{OH}$) (Peralta *et al.*, 2018). Estos radicales se generan en la superficie del electrodo logrando romper la pared celular para así liberar el material intracelular (Pérez-Rodríguez *et al.*, 2019).

Se han estudiado diversos tipos de electrodo, así como configuraciones, para lograr maximizar la solubilización de la materia orgánica, así como la producción de biogás. Algunos tipos de electrodo incluyen titanio recubierto con dióxido de rutenio (Ti/RuO₂), electrodos de hierro, titanio recubierto con óxido de iridio (IrO₂/Ti) y electrodos de diamante dopado en boro. Éste último tipo de electrodo ha sido empleado en diversas aplicaciones de Ingeniería Ambiental debido a su estabilidad obtenida de la gran resistencia a la corrosión, así como la alta conductividad térmica que posee (Pérez-Rodríguez *et al.*, 2019).

El empleo de electrodos de diamante dopado en boro en el tratamiento de lodos activados ha resultado en una solubilización de materia orgánica relativamente baja.

Sin embargo, el incremento en la producción de metano después de la digestión anaerobia ha dado mejores resultados que aquellos donde se emplean otros tipos de electrodos y configuraciones (61-81%) (Pérez-Rodríguez et al., 2019).

d. Pretratamientos biológicos

El pretratamiento con enzimas (empleando lipasas, amilasas, celulasas y/o proteasas) es uno de los más representativos de los pretratamientos biológicos. Este tratamiento puede disminuir el tiempo de digestión, aumentar la digestibilidad del lodo, así como ser amigable con el ambiente. Sin embargo, el costo de las enzimas es alto y presenta baja DQO soluble (Yuan et al., 2019).

1.4 Digestión anaerobia de lodos activados de purga

La digestión anaerobia es un tratamiento en el cual se obtiene energía en forma de biogás a partir de la transformación de la materia orgánica presente en lodos activados de purga. Este proceso ha resultado ser económico y amigable con el ambiente (Appels et al., 2011), debido a ello es empleado para tratar alrededor del 70% de los lodos que se producen globalmente (Pérez-Rodríguez et al., 2019).

La producción de biogás mediante digestión anaerobia consiste en un conjunto de procesos metabólicos complejos y continuos en ausencia de oxígeno, dependiendo de al menos tres distintos grupos de microorganismo (bacterias acidogénicas, acetogénicas y metanogénicas) que participan en cuatro reacciones químicas y bioquímicas: hidrólisis, fermentación o acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis (ver apartado 1.4.2) (Angelidaki et al., 2009; Moraes et al., 2015).

El uso de la digestión anaerobia para el tratamiento de lodos activados de purga ha incrementado a lo largo de los años, por las siguientes razones: 1) existe la necesidad de encontrar una solución ambientalmente amigable para la disposición de sólidos residuales, 2) la oportunidad de obtener un beneficio del tratamiento de

estos residuos, como lo es la producción de biogás como fuente alternativa de energía, y 3) la ventaja de ser un proceso relativamente de bajo costo (Esposito *et al.*, 2012). Esto último es logrado debido a que el metano obtenido mediante este proceso puede ser empleado como una fuente de energía y, al mismo tiempo, beneficiar la reducción de las emisiones de gases de efecto invernadero (Yu *et al.*, 2014).

1.4.1 Factores que influyen en el proceso de digestión anaerobia

Diversos factores pueden afectar a las reacciones bioquímicas que se llevan a cabo en el proceso de digestión anaerobia. Uno de ellos es la temperatura del sistema, la cual afecta el crecimiento de las bacterias y, por ende, impacta en la degradación de la materia orgánica y en la cantidad de biogás producido (Cowley & Brorsen B., 2018). Se ha identificado que elevar la temperatura en un proceso de digestión anaerobia (hasta 55 °C, ver tabla 3) representa mayor rendimiento de metano en un menor periodo de tiempo. Sin embargo, debe existir especial cuidado con los choques de temperatura, ya que esto puede ocasionar la muerte de bacterias metanogénicas, especialmente aquellas termolábiles (Esposito *et al.*, 2012).

De acuerdo con su temperatura, la digestión anaerobia puede realizarse en dos condiciones; la mesofílica y la termofílica. La tabla 3 muestra las características de ambos procesos.

Tabla 3. Características de la digestión mesofílica y termofílica.

Digestión Mesofílica	Digestión termofílica
35°C	55°C
*TRS>20 días	*TRS<20 días
Menor eficiencia en la reducción de SV y en la eliminación de patógenos.	Mayor eficiencia en la reducción de SV y en la eliminación de patógenos al emplear altas tasas metabólicas de microorganismos.
Requiere menor energía para mantener temperatura	Requiere energía adicional para calentar el digestor.
Poco sensible a cambios en las condiciones de operación	Más sensible a cambios en condiciones de operación (características del fango de alimentación (Van Lier Jules B, Nidal, & Grietje, 2008).

*TRS: Tiempo de Retención de Sólidos.
(González, 2019)

Es importante resaltar que, en comparación con la mesofílica, la digestión termofílica puede soportar mayores cargas orgánicas. A pesar de ello, produce biogás con menor concentración de metano y es más sensible a cambios en las condiciones de operación (como cambios de temperatura), lo que puede suscitar en una disminución del crecimiento de las arqueas metanogénicas (Karuppiah & Azariah, 2019). Por su parte, al llevarse a cabo a una temperatura más baja, la digestión anaerobia mesofílica favorece la producción de ácido acético y propiónico; mientras que a 55°C (termofilia) se favorece la presencia de ácido butírico (Yuan et al., 2019). Cabe mencionar que la producción de ácido acético, principalmente, favorece la producción de metano

Otro factor que puede afectar la producción de metano es el pH, el cual debe permanecer entre 7 y 7.8. Valores menores de 6.5 o mayores a 8 pueden inhibir la actividad de bacterias metanogénicas. Para evitar caídas de pH, se deben adicionar sustancias con capacidad buffer y que incrementen la alcalinidad. Entre las más usadas se encuentran bicarbonato de sodio, hidróxido de sodio, carbonato de sodio o sulfuro de sodio (Esposito et al., 2012).

1.4.2 Microorganismos

Como puede observarse en la figura 1, para llevar a cabo la producción de metano se requiere de la presencia de bacterias acidogénicas, acetogénicas, y metanogénicas.

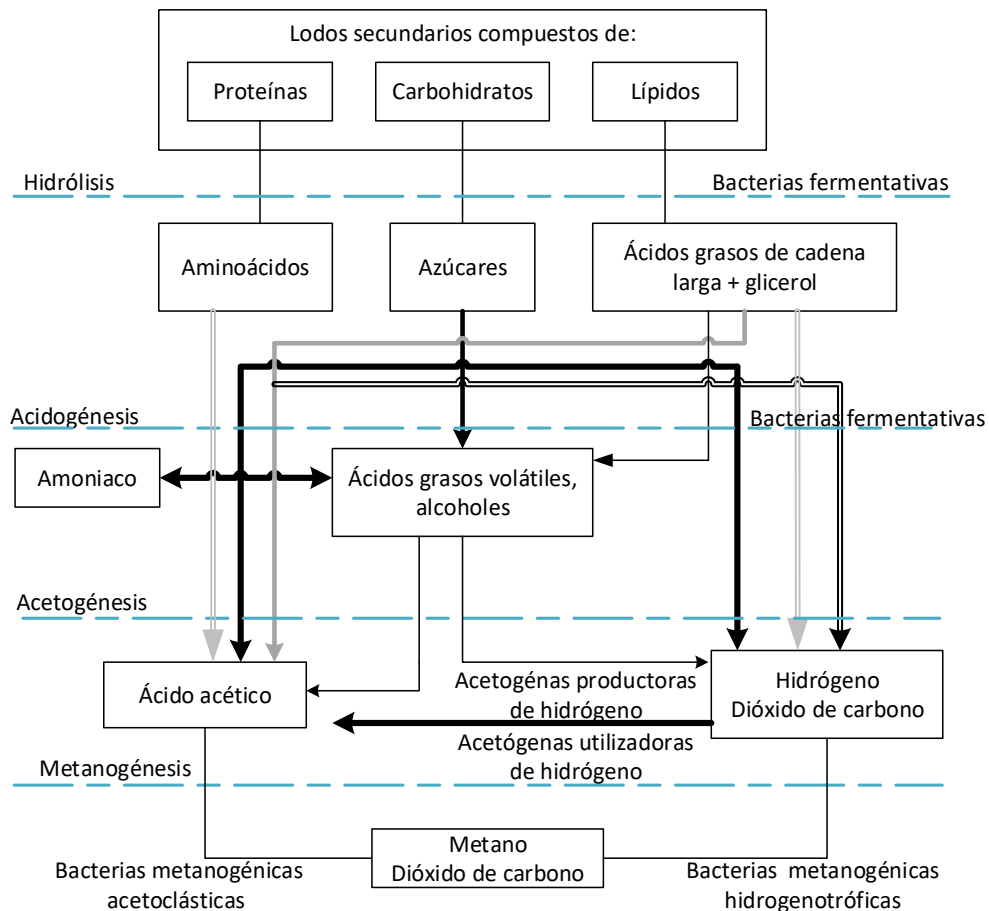


Figura 1.Diagrama de la digestión anaerobia (Van Lier Jules B et al., 2008).

Para la etapa de hidrólisis, diversas cepas de bacterias fermentativas hidrolíticas excretan enzimas capaces de romper las macromoléculas en micromoléculas orgánicas o monómeros más fácilmente digeribles (Karuppiah & Azariah, 2019).

En la tabla 4 se muestran las reacciones llevadas a cabo durante la digestión anaerobia.

Tabla 4. Reacciones durante la digestión anaerobia.

Etapa	Reacción
Acidogénesis	$C_6H_{12}O_6 + 2H_2O \longrightarrow 2CH_3COO^- + 2CO_2 + 2H^+ + 4H_2$
	$C_6H_{12}O_6 + 2H_2 \longrightarrow 2CH_3CH_2COO^- + 2H_2O + 2H^+$
	$C_6H_{12}O_6 \longrightarrow CH_3CH_2CH_2COO^- + 2CO_2 + H^+ + 2H_2$
Acetogénesis	$CH_3CH_2COO^- + 3H_2O \longrightarrow CH_3COO^- + HCO_3^- + H^+ + 3H_2$
	$CH_3CH_2COO^- + 2HCO_3^- \longrightarrow CH_3COO^- + H^+ + 3HCOO^-$
	$CH_3CH_2CH_2COO^- + 2H_2O \longrightarrow 2CH_3COO^- + H^+ + 2H_2$
Metanogénesis	$CH_3COO^- + H_2O \longrightarrow CH_4 + HCO_3^- + 2H_2$
	$H_2 + 1/4 HCO_3^- + 1/4H^+ \longrightarrow 1/4CH_4 + 3/4 H_2O$
	$HCOO^- + 1/4H_2O + 1/4 H^+ \longrightarrow 1/4CH_4 + 3/4HCO_3^-$

(Moraes *et al.*, 2015)

Las bacterias acidogénicas emplean como sustrato los monosacáridos y aminoácidos para convertirlos, en la etapa de acidogénesis, en ácidos grasos de cadena corta (ácido acético, ácido propiónico y ácido butírico), alcoholes (principalmente etanol), cetonas y dióxido de carbono (Yuan *et al.*, 2019).

En la etapa de acetogénesis, las reacciones que se llevan a cabo son termodinámicamente desfavorables en condiciones estándar. Sin embargo, la interacción entre microorganismos acetogénicos y metanogénicos ocurre de manera natural. Para ello, los productos de las reacciones llevadas a cabo en esta etapa deben ser mantenidos a niveles bajos. Esto sucede debido a la presencia de microorganismos metanogénicos hidrogenotróficos los cuáles se encargan de consumir el hidrógeno generado para asegurar que la producción de acetato (el cual ayuda a formar aproximadamente el 70% del metano) se mantenga de manera ininterrumpida (Moraes *et al.*, 2015). Finalmente, en la etapa de metanogénesis, las bacterias metanogénicas emplean tanto el acetato como el hidrógeno para formar metano (Karuppiyah & Azariah, 2019).

1.4.3 Metales traza en disolución en la digestión anaerobia

Los ácidos grasos volátiles (AGV's) producidos bajo la acción de las enzimas presentes en la digestión anaerobia (como las amilasas, proteasas, celulasas, queratinasas, y lipasas principalmente) son utilizados en la fase de la metanogénesis como fuente de carbono para la producción de metano. Los AGV's producidos bajo esta acción son el ácido propiónico, butírico, valérico y principalmente acético. Se ha demostrado que la producción de metano llega a ser inhibida debido a la acumulación de estos AGV's, así como la generación de AGV's de cadena ramificada como el ácido isovalérico e isobutírico que disminuyen la capacidad buffer del sistema, bajando el pH y generando inestabilidad (Terreros-Mecalco et al., 2009)

La adición de micronutrientes en la DA se basa en los requerimientos que los microorganismos ácido-formadores y metano-formadores necesitan para estimular el mejor funcionamiento de su actividad metabólica, ya que estos nutrientes no se encuentran presentes o están en poca cantidad en los sustratos empleados (Barrios et al., 2021). La acumulación de AGV's, junto con una baja producción de metano, se debe a la falta de metales traza ya que se ha identificado que estos afectan el desempeño de las poblaciones bacterianas, específicamente los microorganismos responsables de producir acetato y metano (Lizama, Figueiras, Pedreguera, & Ruiz Espinoza, 2019).

Algunos metales, como son el hierro (Fe), níquel (Ni), cobalto (Co), molibdeno (Mb) y selenio (Se), promueven la producción de metano al actuar como micronutrientes y cofactores de enzimas, favoreciendo la estabilidad de la membrana y la transferencia de nutrientes (Peralta et al., 2018). En la tabla 5 se muestran algunas funciones de estos metales:

Tabla 5. Funciones del Fe, Ni, Co y Mo.

Elemento	Funciones encontradas
Hierro (Fe)	<ul style="list-style-type: none">• Favorece el crecimiento y la actividad de metanógenos hidrogenoxidantes y la conversión de ácido acético a metano (Espinosa et al., 1995).• Está involucrado en el metabolismo energético como citocromo y ferredoxidina en metanógenos y algunas enzimas. (Mancillas et al., 2012).• Estimula la conversión de ácido acético en metano y participa como reductor de sulfatos (Mancillas et al., 2012).• Actúa como cofactor de hidrogenasas participando en la etapa acidogénica, y como monooxigenasa en la etapa metanogénica para la producción de metano (Braga et al., 2017).
Níquel (Ni)	<ul style="list-style-type: none">• Es un componente del factor F430 de bacterias metanogénicas, está contenido en la metil-Coenzima M reductasa (Espinosa et al., 1995), la hidrogenasa y la cohidrogenasa, que participan en el paso final de la metanogénesis (Mancillas et al., 2012).• Acelera procesos biológicos de enzimas metanogénicas (Bozym et al., 2015).• Actúa como cofactor de hidrogenasas participando en las etapas acidogénicas y metanogénicas para la producción de metano (Braga et al., 2017).
Cobalto (Co)	<ul style="list-style-type: none">• Es asociado a la formación de componentes corrinoideas y encontrada como vitamina B12 involucrada en la transferencia del grupo metilo (Espinosa et al., 1995)• Está involucrado en la metil-transferasa y en la codeshidrogenasa de numerosas enzimas procariontas (Mancillas et al., 2012).
Molibdeno (Mo)	<ul style="list-style-type: none">• Es asociado a la proteína molibdeno que reduce la formación de CO₂ (Espinosa et al., 1995).• Es asociado en la oxidación del formato, un producto de la ruptura del ácido propiónico, forma parte de la enzima formato deshidrogenasa, previniendo la oxidación del ácido propiónico. (Mancillas et al., 2012).

(González, 2019)

No obstante, se ha demostrado que una concentración muy alta de metales pesados en el sustrato puede inhibir la etapa fermentativa de la digestión anaerobia (DA), ya que la presencia elevada de estos tiene un efecto tóxico a nivel celular ocasionado por el estrés oxidativo de los radicales libres (Bozym, Florczak, Zdanowska, Wojdalski, & Klimkiewicz, 2015). En la tabla 6 se muestran algunos valores de inhibición o toxicidad de los metales Fe, Ni, Co y Mo:

Tabla 6. Concentración de inhibición del Fe, Ni, Co y Mo.

Elemento	Concentración de Inhibición
Hierro (Fe)	No presenta aparente comportamiento tóxico o inhibidor a cientos de mg/L añadidos, por su alta solubilidad como Fe ²⁺ (Chen et al., 2008). Además, puede ser considerado como un macronutriente, ya que es requerido a más altas concentraciones que otros metales traza (Braga et al., 2017). Según (Mamimin et al., 2019) concentraciones superiores de 1000 mg/L puede presentar un efecto tóxico para la comunidad metanogénica e impactar negativamente en el rendimiento del metano.
Níquel (Ni)	Según (Mamimin et al., 2019) concentraciones superiores de 50 mg/L puede presentar un efecto tóxico para la comunidad metanogénica y, consecuentemente, afectar el rendimiento del metano.
Cobalto (Co)	Según (Mamimin et al., 2019) concentraciones superiores de 250 mg/L puede presentar un efecto tóxico para la comunidad metanogénica e impactar negativamente en el rendimiento del metano.
Molibdeno (Mo)	Sin aparente inhibición a altas concentraciones (Pobeheim et al., 2010).

(González, 2019)

A pesar de que la actividad de las arqueas metanogénicas es inhibida por altas concentraciones de metales, se ha encontrado que pueden sobrevivir por largos periodos de tiempo estando inactivas, sin verse afectada su capacidad de biodegradar materia (Bozym et al., 2015). Además, se están llevando a cabo investigaciones con trazas de metales pesados, donde se ha demostrado que una adición moderada de estos (Fe:75, Ni:1.7, Co:0-75 y Mo:0.5 mg/L) puede aumentar la DQOs y producción de metano en un 7 y 22%, respectivamente (Luo et al., 2020).

Así mismo, los metales ligeros (Na, K, Mg y Ca) y algunos macronutrientes, son esenciales para el crecimiento microbiano y para mantener la estabilidad del pH por el efecto de alcalinidad que proveen, sin embargo, altos niveles de estos pueden tener un efecto adverso, inhibiendo la proliferación bacteriana, o llegando a ser tóxicos (Bozym et al., 2015).

1.5 Metales traza en forma de nanopartículas en la digestión anaerobia

El incremento del uso de nanopartículas (dimensión menor a 100 nanómetros) en diversos productos comerciales ha dado como consecuencia su presencia en aguas residuales donde finalmente son concentradas en los lodos activados de purga (Luo et al., 2020).

Debido a esto, diversas investigaciones se han centrado en estudiar el uso de nanopartículas para potenciar la digestión anaerobia de lodos activados ya que su estructura única y su gran área específica hacen que éstas sean consideradas de gran importancia en el área ambiental (Lizama et al., 2019).

El hierro (Fe) es uno de los aditivos que presenta mejores características para aumentar la producción de metano en la DA, ya que es un potente agente reductor ($E^{\circ}=-0.447\text{ V}$) que actúa como donador de electrones, y presenta un bajo costo y baja toxicidad, en comparación con otros metales. Así mismo, se ha encontrado que la actividad enzimática en las etapas desde la hidrólisis hasta la acidogénesis ha aumentado de 0.6-1 veces más con el uso de nanopartículas de Fe° y el rendimiento en la producción de metano aumentó 43.5% (Zhen et al., 2015). En la tabla 7 se muestran los diferentes resultados obtenidos con la adición de diferentes nanopartículas y cómo es que estas influyen en la digestión anaerobia de lodos activados:

Tabla 7. Influencia de nanopartículas en la digestión anaerobia de lodos activados de purga.

Categoría de Nanopartículas	Concentración	Influencia en la digestión de Lodos activados de purga	Referencia
nZVI	10mg/Kg ST	Incrementa CH_4 en un 20%	(Wang et al., 2016)
nZVI	1 g/L	Incrementa CH_4 en un 374%	(Xiu et al., 2010)
nZVI	5 g/L	Incrementa AGV's de cadena corta en un 512%	(Luo et al., 2014)
nZVI	1-30mM	Decrece la producción de CH_4 entre un 20 y 69%	(Yang et al., 2013)

(Luo et al., 2020)

A pesar de ser un nutriente esencial para todos los organismos, la disponibilidad del hierro está limitada por la baja solubilidad y la lenta cinética de disolución en fases minerales, en particular en entornos neutros o alcalinos, tales como suelos carbonatados, agua de mar y digestores anaerobios, donde el pH tiene que ser controlado con precisión. El óxido de hierro, presente en la mayoría de los suelos, funge como la fuente más común de este metal para plantas y bacterias.

Dado que este debe suministrarse en fase soluble, su solubilidad y velocidad de disolución son esenciales para su suministro. Para cada tipo de mineral en el que se puede encontrar presente el Fe (como goetita, la hematita y la ferrihidrita) se ha identificado que la constante de solubilidad (K_{ps}) puede aumentar en varios órdenes de magnitud con la disminución del tamaño de las partículas. Por lo tanto, la adición del hierro como nanopartículas permite que actúe de mejor manera en las rutas metabólicas en las que se requiere, siendo el caso de la digestión anaerobia de lodos activados de purga. Sin embargo, es necesario verificar si estas nanopartículas incrementan la producción de biogás a partir de estos residuos (Zhen et al., 2015).

1.6 Ensayos de Potencial Bioquímico de Metano (PBM)

La biodegradabilidad de la materia orgánica y la conversión a biogás dependen de aspectos microbiológicos, bioquímicos y fisicoquímicos de la naturaleza del inóculo y del sustrato, así como de diversos factores ambientales. Es por ello que se necesita definir un protocolo estándar para analizar el avance de la conversión del sustrato a biogás debido a que se trata de un sistema complejo y dinámico. La técnica de PBM una de las más empleadas por la fácil implementación experimental y la utilidad de los datos recabados (Angelidaki et al., 2009).

El PBM es un índice de degradación anaerobia donde se evalúa la cuantificación del metano o el biogás producto del metabolismo microbiológico, y se aplica para sustratos orgánicos en mezcla con inóculo. Las pruebas de PBM dan información importante acerca de la biometanización de sustratos específicos y proporcionan

resultados experimentales esenciales para calibrar y validar modelos matemáticos (Esposito et al., 2012).

Estos ensayos se utilizan para medir el potencial de metano de un sustrato y se realizan en reactores tipo Batch, donde se mide la cantidad de biogás en forma de metano que se produce por kilogramo de sólidos volátiles (kg SV) contenidos en el lodo empleado para el proceso de digestión anaerobia (Esposito et al., 2012).

La agitación es otro factor relevante, ya que favorece el contacto entre sustrato y microorganismos, así como asegura una humedad constante del lodo. Esta agitación se puede lograr de diversas formas, ya sea moviendo manualmente una vez al día los reactores, mediante agitación magnética o mediante un sistema de agitación externo (Esposito et al., 2012).

La relación de sustrato/inóculo (S/X_0) debe encontrarse entre 0.5 y 2.3 para así prevenir que suceda un fenómeno de acidificación. Alguna inestabilidad en el proceso de digestión anaerobia, como la acumulación de ácidos grasos volátiles (AGV's), puede presentarse cuando la relación S/X_0 es menor a 0.5 (Esposito et al., 2012).

Para el desarrollo de la técnica de PBM, existen diferentes métodos para medir la producción de biogás, siendo los más comunes el manométrico y el volumétrico (Esposito et al., 2012).

1.6.1 Método manométrico

El método manométrico mide la producción mediante la sobrepresión que experimenta el reactor al mantener temperatura y volumen constantes. El aumento de presión puede ser medido empleando un manómetro diferencial o equipos automatizados (Esposito et al., 2012).

1.6.2 Método volumétrico

Los métodos volumétricos miden el biogás producido cuando la presión y la temperatura se mantienen constantes. Uno de los métodos más sencillos consiste en conectar el reactor a un pistón graduado. Un equipo que monitorea el desplazamiento de líquido es el Eudiometro. Equipos similares a éste puede construirse usando una probeta colocada de forma inversa llena con una solución que funcione como barrera (Esposito et al., 2012).

Este tipo de métodos permiten conocer la composición de biogás midiendo directamente el flujo de metano, después de remover el CO₂ del biogás, al burbujearlo en una solución de NaOH 2N (figura 2), o empleando un cromatógrafo de gases con ionización de llama (FID) o conductividad térmica (TCD).

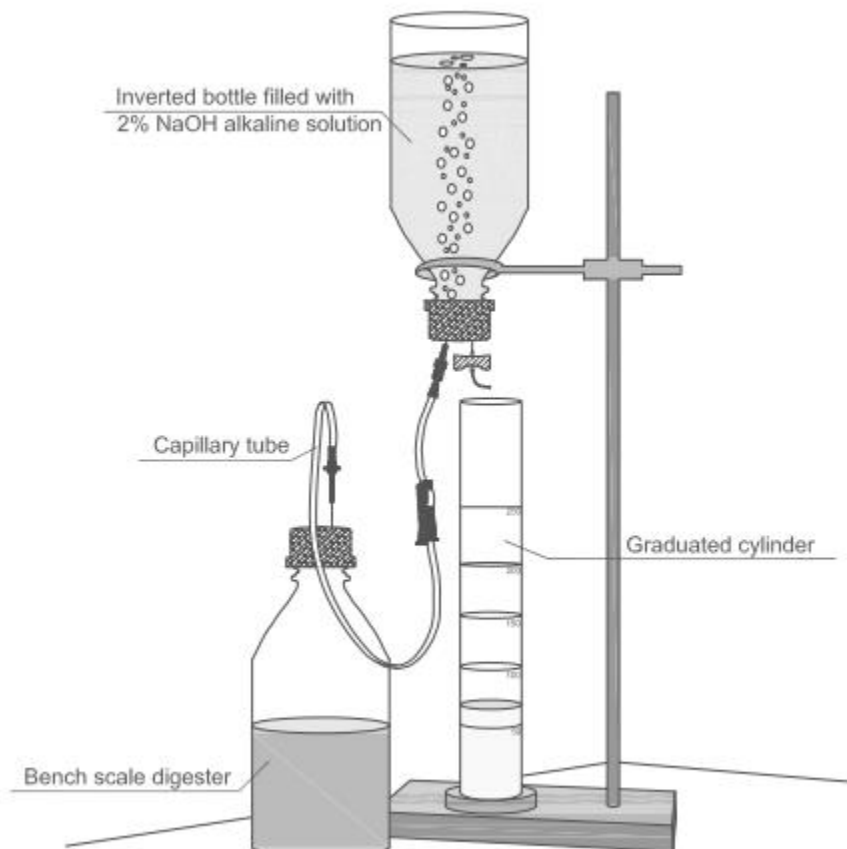


Figura 2. Diagrama de técnica empleada para medir la producción diaria de metano (Esposito et al., 2012).

Cabe resaltar que un factor relevante en la determinación del PBM es la composición de biogás generado a partir de digestión anaerobia. Ya que este gas es una mezcla de distintos componentes (ver tabla 8) el resto de estos, al estar en altas concentraciones, limitan el aprovechamiento del metano.

Tabla 8. Composición del biogás generado a partir de digestión anaerobia.

Parámetro	Rango (%)	Valor común
Metano, base seca	60-70	65
Dióxido de carbono	30-45	39
Nitrógeno	0.2-2.5	0.5
Hidrógeno	0-0.5	0.2
Vapor de agua	5.9-15.3	6
Sulfuro de hidrógeno (ppmv)	200-3500	500
Siloxanos (ppbv)	200-10000	800
Gravedad específica (basada en la del aire=1.0)	0.8-1.0	0.91

(Zuza et al., 2018).

En la tabla 9 se resumen las propiedades más importantes del biogás, donde se observa el potencial energético que tiene y otras características a considerar.

Tabla 9. Propiedades fisicoquímicas del biogás.

Característica del biogás	Valor
Composición	55 – 70% metano (CH ₄) 30 – 45% dióxido de carbono (CO ₂) Trazas de otros gases (N ₂ , H ₂ , H ₂ S)
Contenido energético	6.0 – 6.5 KWh/m ³
Equivalente de combustible	0.60 – 0.65 L petróleo/m ³ biogás
Límite de explosión	6 – 12 % de biogás en el aire
Temperatura de ignición	650 – 750°C (con el contenido de CH ₄ mencionado)
Presión crítica	74 – 88 atm
Temperatura crítica	-82.5°C
Densidad normal	1.2 kg/m ³
Olor	Huevo podrido (el olor del biogás desulfurado es imperceptible)
Masa molar	16.043 kg/kmol

(González, 2019)

CAPÍTULO 2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

2.1 Justificación

Uno de los principales retos que enfrenta la humanidad es contar con agua potable suficiente para satisfacer sus necesidades básicas. El tratamiento de agua residual representa una opción para la obtención de agua que pueda ser reutilizada en diversos procesos. Sin embargo, su tratamiento produce, entre otros, lodos residuales los cuáles por si solos representan un daño al ser humano y al ambiente.

Debido a ello, se ha estudiado su empleo para obtener beneficios, siendo uno de los más llamativos la producción de energía. Sin embargo, las plantas de tratamiento de aguas residuales municipales generan principalmente lodos secundarios (lodos activados de purga), los cuales están compuestos de microorganismos de difícil degradación. Para favorecer su degradación, existen pretratamientos que aceleren la etapa de hidrólisis con el fin de obtener gas metano con el rendimiento y calidad necesarios para utilizarse con fines energéticos.

Entre los pretratamientos usados más ampliamente se encuentran la electrooxidación y explosión de vapor, los cuales incrementan la remoción de SV y la producción de energía durante la digestión anaerobia. Además, se ha reportado que la adición de nanopartículas de hierro incrementa la producción de metano, cuando se usan concentraciones bajas (<1 g/L) ya que mejora las características del lodo estabilizado para su aprovechamiento o su disposición, y reduce su riesgo a la salud y al ambiente.

Aunque en la literatura se indican concentraciones máximas y mínimas de nanopartículas, no está del todo clara la forma en que las nanopartículas actúan en la digestión anaerobia de lodos activados de purga. Por lo tanto, en la presente tesis se utilizaron lodos activados pretratados, por electrooxidación y por explosión de vapor, para evaluar la efectividad de la suplementación con nanopartículas de hierro en la digestión anaerobia, ya que en la actualidad existen escasos estudios donde

se acoplen el pretratamiento con la suplementación de hierro para mejorar la eficiencia de la producción de metano a partir de estos residuos.

2.2 Objetivos

2.2.1 Objetivo General

Incrementar la producción de biogás a partir de la digestión anaerobia de lodos activados de purga pretratados por explosión de vapor y suplementados con nanopartículas de Fe.

2.2.2 Objetivos específicos

- a) Evaluar la actividad metanogénica de lodos activados de purga pretratados por electrooxidación y ácido peracético mediante la adición de ácido acético como sustrato.
- b) Determinar la reducción de la materia orgánica presente en los lodos activados de purga, al emplear explosión de vapor como pretratamiento y al suplementar la digestión anaerobia con nanopartículas de Fe.
- c) Evaluar el efecto de la adición de nanopartículas de Fe a lodos activados de purga pretratados por explosión de vapor.

2.3 Hipótesis

1. El empleo de un pretratamiento a lodos activados de purga, ya sea empleando explosión de vapor o electrooxidación, aumentará la producción de biogás generado durante la digestión anaerobia.
2. La adición de nanopartículas de Fe como suplemento a la digestión anaerobia de lodos activados de purga pretratados por explosión de vapor, incrementarán la producción de biogás.

CAPÍTULO 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 Obtención del lodo activado de purga

Los lodos activados de purga se obtuvieron de una PTAR localizada en la Ciudad de México, en el Cerro de la Estrella, en la alcaldía de Iztapalapa. Esta PTAR emplea un proceso de tratamiento biológico de lodos activados y trata $2\text{m}^3/\text{s}$. La recolección del lodo se realizó mediante el empleo de bidones de plástico que posteriormente fueron resguardados en un cuarto frío a 4°C .

Para eliminar el exceso de agua, el lodo fue centrifugado a 10,500 rpm durante 15 minutos. Con el lodo concentrado, y adicionando agua, se prepararon lodos con concentraciones de ST del 2% y 3%, respectivamente. El primero fue destinado para la preparación de lodo pretratado con APA (ácido peracético), y el segundo para la preparación del PEO (pretratamiento por electrooxidación) y el litro restante al 3% de ST se utilizó como sustrato sin pretratamiento. Estas mismas concentraciones de ST fueron las establecidas para la alimentación de tres reactores en lote, según las investigaciones de tesis previas en el tema, debido a que en estas se obtuvieron los valores más altos de PBM (Tapia et al., 2011; González, 2019).

3.2 Pretratamiento por electrooxidación

Se empleó un reactor de electrólisis Diachem®, compuesto por dos electrodos de diamante dopado con boro acoplado a un tanque de almacenamiento con agitación mecánica y baño de agua para el control de la temperatura (Figura 3). Se alimentó 1L de lodo al 3% ST empleando una bomba peristáltica (Masterflex L/S EW-07554-90). Se le suministró una densidad de corriente de 28.6 mA/cm^2 por 30 minutos con una fuente de poder con capacidad de 2 Amperes (BK Precision 9181) (Barrios, Duran, Cano, Cisneros-Ortiz, & Hernández, 2017), de acuerdo con las mejores

condiciones encontradas en investigaciones anteriores. Posteriormente, la muestra fue almacenada en una garrafa de plástico limpia (González, 2019).

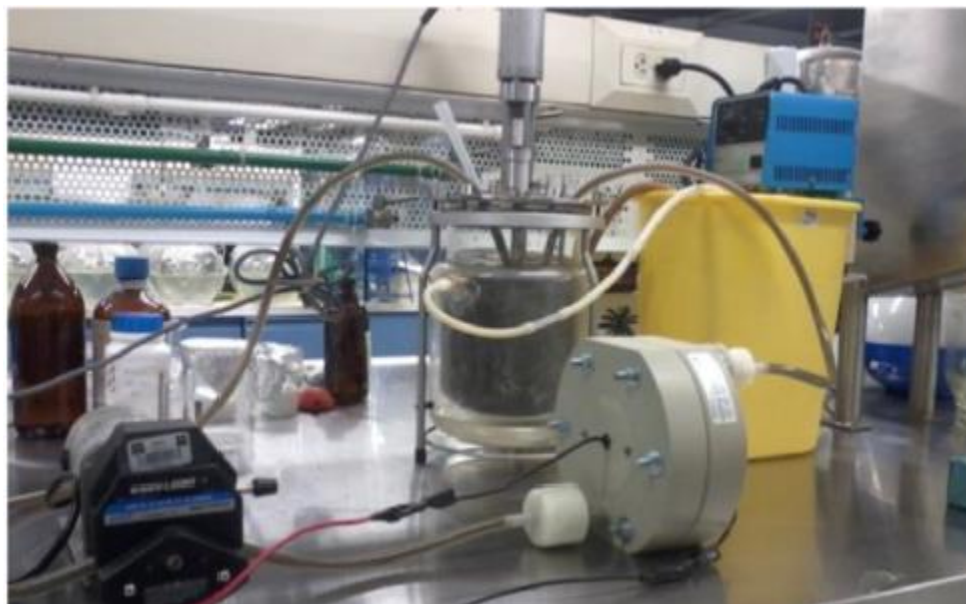


Figura 3. Reactor de electrólisis Diachem® empleado para el pretratamiento por PEO.

3.3 Pretratamiento empleando ácido peracético

Para el pretratamiento se empleó un equipo de jarras con agitación múltiple marca Phipps and Bird, modelo 7790-400 (Figura 4), el cual fue llenado con 1 L de lodo secundario al 2% de ST. Posteriormente, con una pipeta graduada, se fue agregando la dosis de ácido peracético (500 ppm) mientras se encontraba en agitación constante a 300 rpm durante 30 min como tiempo de contacto. Estas fueron las mejores condiciones para la digestión de lodos encontradas en la investigación anterior de (Tapia et al., 2011). Transcurrido el tiempo de contacto, la muestra fue almacenada en una garrafa de plástico limpia (González, 2019).



Figura 4. Equipo de jarras empleado para la preparación del pretratamiento con APA.

3.4 Cinética empleando ácido acético como sustrato

Como sustrato fue empleado: lodo sin pretratamiento (SP), lodo pretratado con ácido peracético (APA) y lodo pretratado por electrooxidación (PEO), para realizar ensayos de PBM en condiciones mesofílicas. Como inóculo se utilizó lodo de tres digestores que se encontraban operando previamente en estado estacionario. Estos inóculos se compararon con un lodo granular anaerobio que presentaba una alta producción de metano. Se prepararon los ensayos por duplicado, a los cuáles se les adicionó una mezcla de ácido acético con un pH de 7 (neutralizado con hidróxido de sodio) como sustrato, y se utilizaron como controles negativos ensayos con inóculo, pero sin sustrato. Para realizar las cinéticas se empleó el equipo OxiTop® control OC 110, el cual está compuesto de 12 botellas de 250 mL con cabezales de cuantificación del biogás producido por diferencias de presión, donde se emplearon 80mL de volumen de trabajo, dejando el resto como espacio de cabeza (ver Figura 5).



Figura 5. Equipo empleado para las cinéticas de Potencial Bioquímico de Metano.

Previo al arranque de la cinética se adicionó 1g/L de NaHCO_3 a cada botella con la finalidad de evitar la acidificación de los ensayos. En la tabla 10 se muestra la preparación que se empleó para los ensayos con ácido acético:

Tabla 10. Preparación de ensayos empleando ácido acético como sustrato.

Parámetro	Lodo SP	Lodo APA	Lodo PEO	Lodo Inóculo
[Inóculo] (gSV/L)	14.68	9.20	13.85	15.45
$V_{\text{inóculo}}$ (mL)	68.1	73.7	72.2	64.7
$\text{masa}_{\text{inóculo}}$ (g)	1.0	1.0	1.0	1.0
$\text{Masa}_{\text{sustrato}}$ (g)	0.5	0.5	0.5	0.5
V_{sustrato} (mL)	5.0	5.0	5.0	5.0
V_{agua} (mL)	6.9	1.3	2.8	10.3
pH inicial	7.0	7.0	7.0	7.0

Se tomó muestra de biogás en la mañana, al medio día y en la tarde, con 5 horas aproximadamente de diferencia entre cada toma, excepto los fines de semana.

Los ensayos se mantuvieron en agitación a 140 rpm, en condiciones mesofílicas ($37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$). La producción de gas fue medida tomando 0.5mL del biogás del espacio de cabeza con una jeringa Hamilton modelo GASTHINGT, esta muestra fue inyectada en un cromatógrafo de gases Fisher Partition 1200 con detector de conductividad térmica, el cual es capaz de detectar metano (CH_4), nitrógeno (N_2) y dióxido de carbono (CO_2).

3.5 Cinética con nanopartículas de Fe°

Se emplearon botellas serológicas de 160mL, donde 80mL fueron empleados como espacio de cabezal (Figura 6). Se mantuvieron en un cuarto caliente con temperatura de $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ y una agitación de 140rpm.



Figura 6. Cinética de Fe° empleando botellas serológicas.

Las características de los ensayos realizados se muestran en la tabla 6, los cuáles fueron preparados por duplicado, así como un control negativo para evaluar el efecto de las nanopartículas Fe⁰.

Tabla 6. Condiciones de explosión de vapor y adición de nanopartículas de Fe⁰.

No. ensayo	T (°C)	Presencia de oxígeno	Nanopartículas de Fe ⁰
1	220	Sí	Sí
2	220	Sí	No
3	220	No	Sí
4	220	No	No
5	185	Sí	Sí
6	185	Sí	No
7	185	No	Sí
8	185	No	No

El tiempo de pretratamiento con explosión de vapor fueron de 20 min para todos los ensayos, y se adicionaron 0.5g de nanopartículas de Fe⁰ a los ensayos 1, 3, 5 y 7.

Los cálculos para la preparación de las muestras se presentan a continuación:

Inóculo

54gSV/L

$$54 \text{ g SV/L} * 20\text{mL} * 1\text{L}/1000\text{mL} = 1.08\text{gSV}$$

Sustrato

$$16.84\text{gSV/L} * 33\text{mL} * 1\text{L}/1000\text{mL} = 0.55\text{gSV}$$

$$S/X_0 = 0.55/1.08 = 0.513$$

Para mantener constante el volumen de trabajo en 80 mL, se utilizó agua destilada (27mL). Se realizaron los cálculos considerando una S/X₀ del 0.5, obteniendo una relación de 0.513 (tabla 11):

Tabla 11. Preparación de la cinética con explosión de vapor.

Parámetro	Valor
Carga (S/X ₀)	0.51
Fase líquida (mL)	80
V _{botella} (mL)	160
Bicarbonato de Sodio por ensayo (g/L)	1
Sólidos inóculo (gSV/L)	54
Sólidos sustrato (gSV/L)	16.84
V _{inóculo} (mL)	20
V _{sustrato} (mL)	33
V _{agua} (mL)	27

Los ensayos se mantuvieron bajo agitación magnética en condiciones mesofílicas ($37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) en un cuarto oscuro. Las muestras de biogás fueron tomadas diariamente, exceptuando fines de semana, así como la producción de biogás fue medida tomando 0.5mL de biogás con una jeringa Hamilton modelo GASTHINGT la cual fue inyectada en un cromatógrafo de gases Fisher Partition 1200 con detector de conductividad térmica.

CAPÍTULO 4. RESULTADOS

4.1 Cinética de evaluación de actividad metanogénica del inóculo de los digestores

Previo a los ensayos de PBM, se realizó una cinética con ácido acético para determinar la actividad metanogénica acetoclástica inicial del inóculo de los digestores, con la finalidad de determinar si el incremento de la producción de metano es debida a la adición de nanopartículas.

En la figura 7 puede observarse la remoción de DQO que se presentó en los diferentes inóculos empleados. Este factor es importante debido a que permite determinar la cantidad de material orgánica disponible que fue transformada a biogás por los microorganismos anaerobios, así como indicar si existen limitaciones metabólicas en la etapa de hidrólisis que pudiese afectar las subsecuentes etapas (Deublein & Steinhauser, 2010). Como puede observarse, se obtuvieron eficiencias de remoción de DQO mayores al 40% en los lodos de los digestores al compararse con un lodo granular anaerobio. Se obtuvo un mayor porcentaje de remoción para el lodo SP, seguido del lodo PEO. Esto indica que los inóculos de los digestores que serán utilizados en los posteriores ensayos consumen la DQO alimentada vía metanogénesis acetoclástica.

Los valores obtenidos de DQO soluble indican que los inóculos empleados tienen una alta actividad metabólica, la cual permitirá evaluar el efecto de las nanopartículas sin que pueda presentarse alguna inhibición, en especial, por la acumulación de AGV's derivada de la rápida degradación de la materia orgánica (Lizama et al., 2019).

Asimismo, la remoción de DQO indica que se empleó una relación S/X_0 adecuada para la cinética ya que, de acuerdo a Esposito et al., (2012), esta relación debe presentarse entre 0.5 y 2.3 g $SV_{\text{sustrato}}/g SV_{\text{inóculo}}$ para prevenir los fenómenos de acidificación e inestabilidad en el proceso anaeróbico.

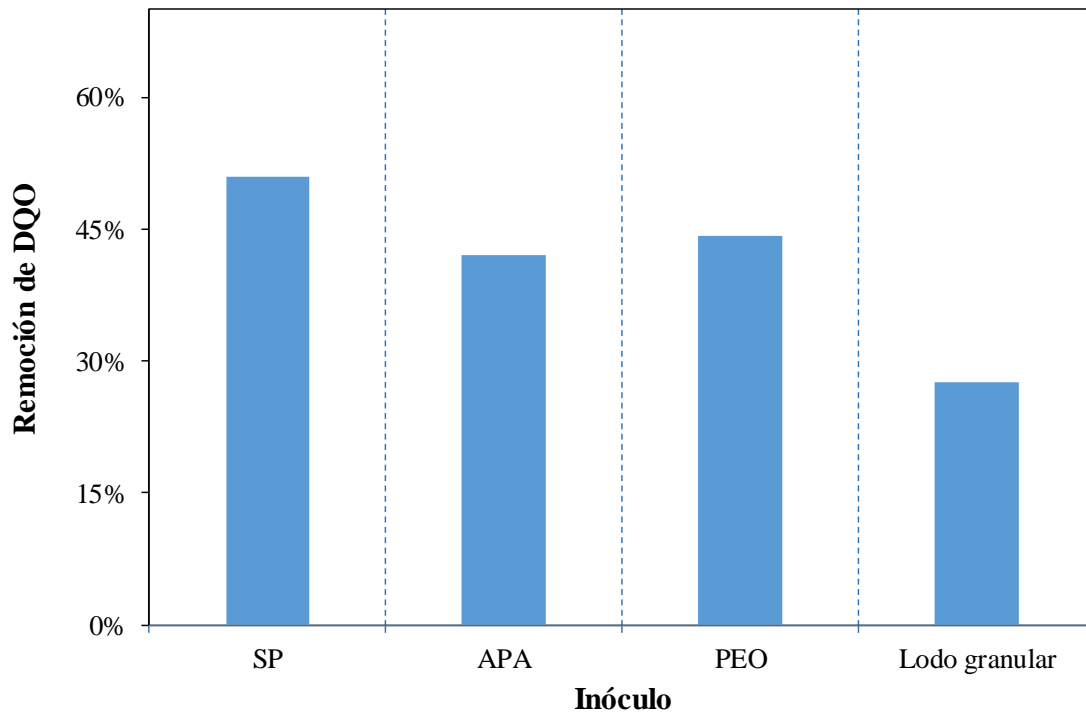


Figura 7. Remoción de Demanda Química de Oxígeno de ensayos con diferentes inóculos.

Como se observa en la figura 8, la mayor cantidad de AGV's generada fue en el ensayo con el lodo PEO, donde se obtuvieron 150 mg HAc/L, concentraciones menores a las reportadas por Chen et al. (2008) las cuales indican que no hubo inhibición de las bacterias acetogénicas, ya que estas se inhiben con concentraciones superiores a 2,000 mg HAc/L. Estos resultados confirman que no se presentó una sobrecarga por la materia orgánica soluble presente en los lodos y que el sustrato utilizado fue fácilmente degradado.

También puede observarse que el sistema se mantuvo amortiguado, ya que hubo presencia de alcalinidad que impidió la disminución significativa del pH y que, por lo tanto, los distintos microorganismos involucrados llevaron a cabo la acidogénesis y acetogénesis de la materia orgánica soluble presente en los lodos, de manera que la metanogénesis se vio favorecida (Carrère et al., 2010).

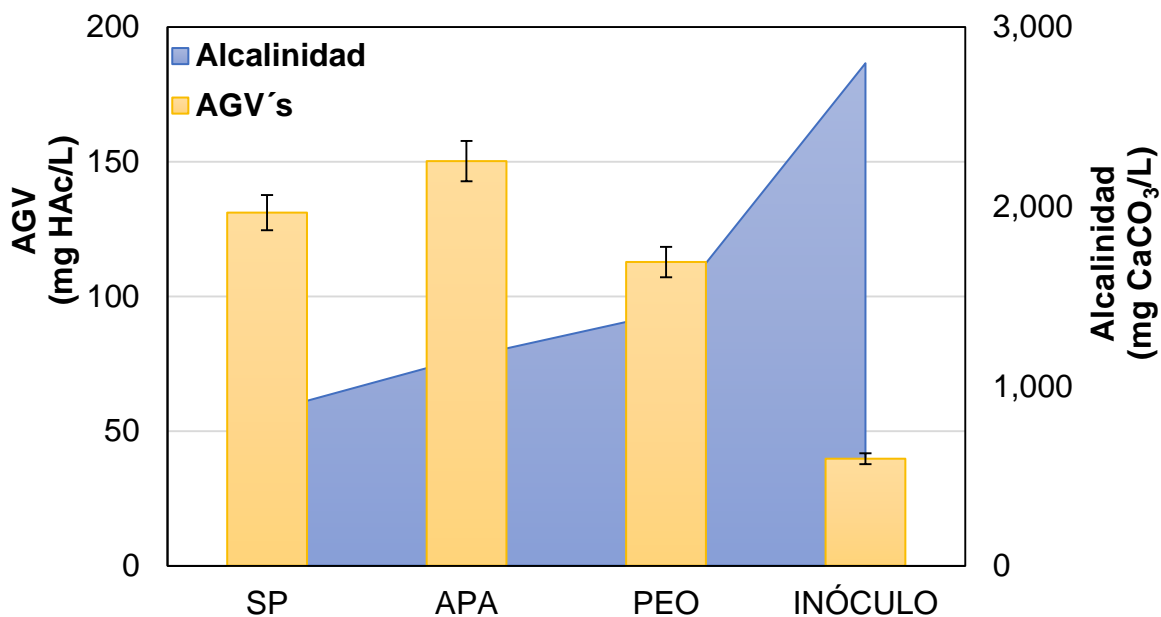


Figura 8. Alcalinidad y Ácidos Grasos Volátiles (AGV's) finales promedios.

Se observa que la mayor producción de metano se dio en el lodo PEO, seguido del lodo APA. Esto está directamente relacionado con las altas eficiencias de remoción de DQO que presentaron estos inóculos.

Con base en los resultados de producción de metano (figura 9), se observó un incremento de la producción de 1.6 veces en el lodo APA y de 3.3 veces en el lodo PEO, con respecto al lodo SP. El aumento en la producción de biogás del lodo PEO, con respecto al APA, se debió a que durante el pretratamiento con ácido peracético este compuesto genera altas concentraciones de ácido acético y peróxido de hidrógeno, así como una disminución del pH a valores cercanos a 4.5. Existen reportes donde se indica que la exposición de los lodos anaerobios al ácido peracético limita la producción de metano debido a que los microorganismos anaerobios requieren largos periodos de adaptación a este compuesto para ser capaces de producir biogás a bajos pH's a partir del ácido acético generado por el pretratamiento (Appels et al., 2011).

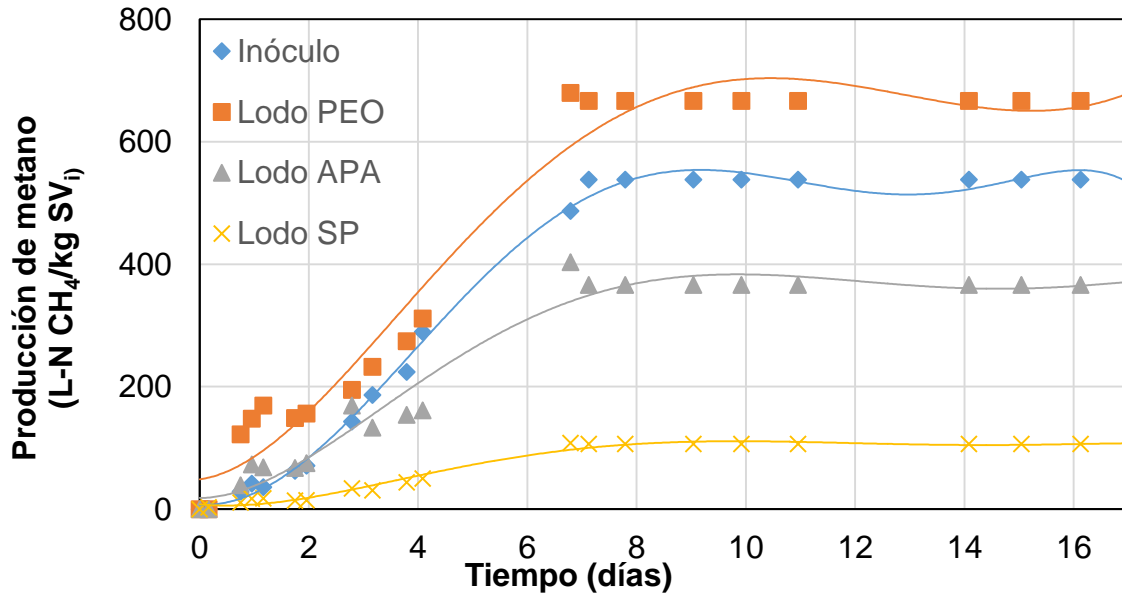


Figura 9. Producción promedio de Metano a partir de ácido acético empleado como sustrato.

En la tabla 12 se observa la cantidad de ácido acético consumido durante la cinética de evaluación de actividad metanogénica. Se presentan porcentajes de consumo de ácido acético, los cuales estuvieron entre el 97.6 y 99.4%, lo cual indica que los lodos empleados son inóculos idóneos para los ensayos de potencial bioquímico de metano, ya que consumen el sustrato por la ruta metanogénica acetoclástica, permitiendo evaluar el efecto de las nanopartículas de Fe⁰ en la producción de metano a partir de lodos activados de purga.

Tabla 12 . Porcentaje de eficiencia de consumo de ácido acético.

Ensayo	Concentración inicial de Ácido Acético (mg/L)	Concentración final de Ácido Acético (mg/L)	% Eficiencia
SP	6250.00	131.12	97.90%
APA	6250.00	150.23	97.60%
PEO	6250.00	112.80	98.20%
Inóculo	6250.00	39.75	99.36%

4.2 Cinética empleando nanopartículas de Fe⁰

La remoción de SV (figura 10) es un parámetro importante, ya que permite evaluar los efectos que las nanopartículas de Fe tienen sobre la reducción de material orgánica. De acuerdo con los estándares para la disposición de lodos residuales de la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (U.S. EPA, 2012), es recomendable un mínimo de 38% de remoción de SV. En todos los ensayos se logró obtener un porcentaje de remoción superior a este valor estándar, como puede observarse en la figura 10. Esto indica que los lodos empleados como inóculos tienen la capacidad de remover SV de los lodos activados de purga, tanto pretratados como no pretratados. Existen evidencias que señalan la posibilidad de incrementar la remoción de SV mediante la adición de Fe, empleando residuos municipales y de comida para la producción de biogás (Cheng et al., 2020), obteniendo un 18% de incremento en la remoción de SV con la adición de viruta de Fe, en comparación con ensayos donde este compuesto no fue añadido.

De acuerdo con Lizama et al. (2019), la remoción de SV se puede aumentar de manera proporcional conforme se incrementa las dosis de nanopartículas de Fe. Sin embargo, el mayor incremento que se obtuvo fue del 19.6% para la remoción de DQO, empleando un lodo crudo y una cantidad de 9 mg/g SV de nanopartículas de Fe.

En otro estudio donde se realizaron ensayos de digestión anaerobia empleando estiércol de ganado como sustrato y un lodo anaerobia pretratado en el siguiente orden: choque térmico (90°C por 1h), pretratamiento ácido (HCl 3N por 24h), pretratamiento alcalino (NaOH 1N por 24h) y burbujeo de gas nitrógeno (para mantener condiciones anaerobias) (Begum et al., 2016), se obtuvo una reducción de SV del 71% con 12.5mL de nanopartículas de Fe₃O₄ (Juntupally et al., 2017).

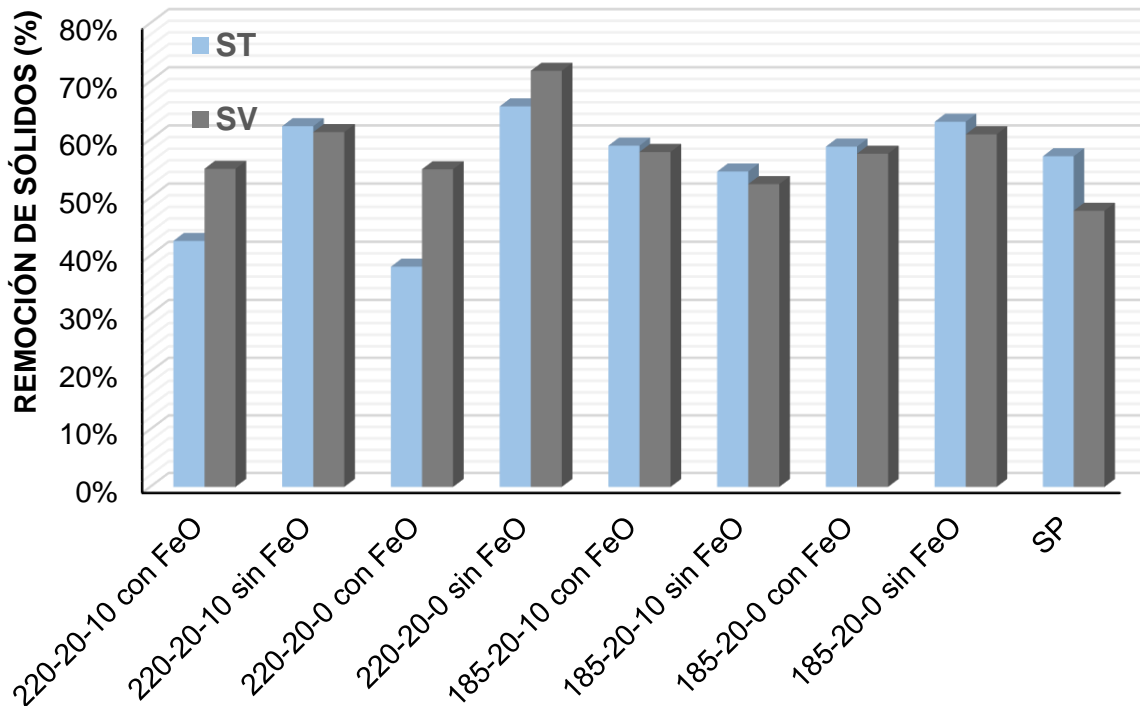


Figura 10. Remoción de sólidos volátiles.

Con respecto a la DQO soluble (figura 11), se obtuvo que para los experimentos a 185-20-1 con Fe y 220-20-1 con Fe, el pretratamiento no produjo una cantidad significativa de materia orgánica soluble, por lo tanto, esto se vio reflejado en una baja producción de metano.

Para el resto de los ensayos, se observa una remoción entre el 35 y 65%, lo cual indica que estos ensayos presentaron las mejores condiciones para la generación de metano, es decir, los microorganismos contaban con materia orgánica soluble o biodisponible que permitió tener una mayor producción de biogás. Esto se presentó debido al pretratamiento por explosión de vapor al que fue sometido el lodo.

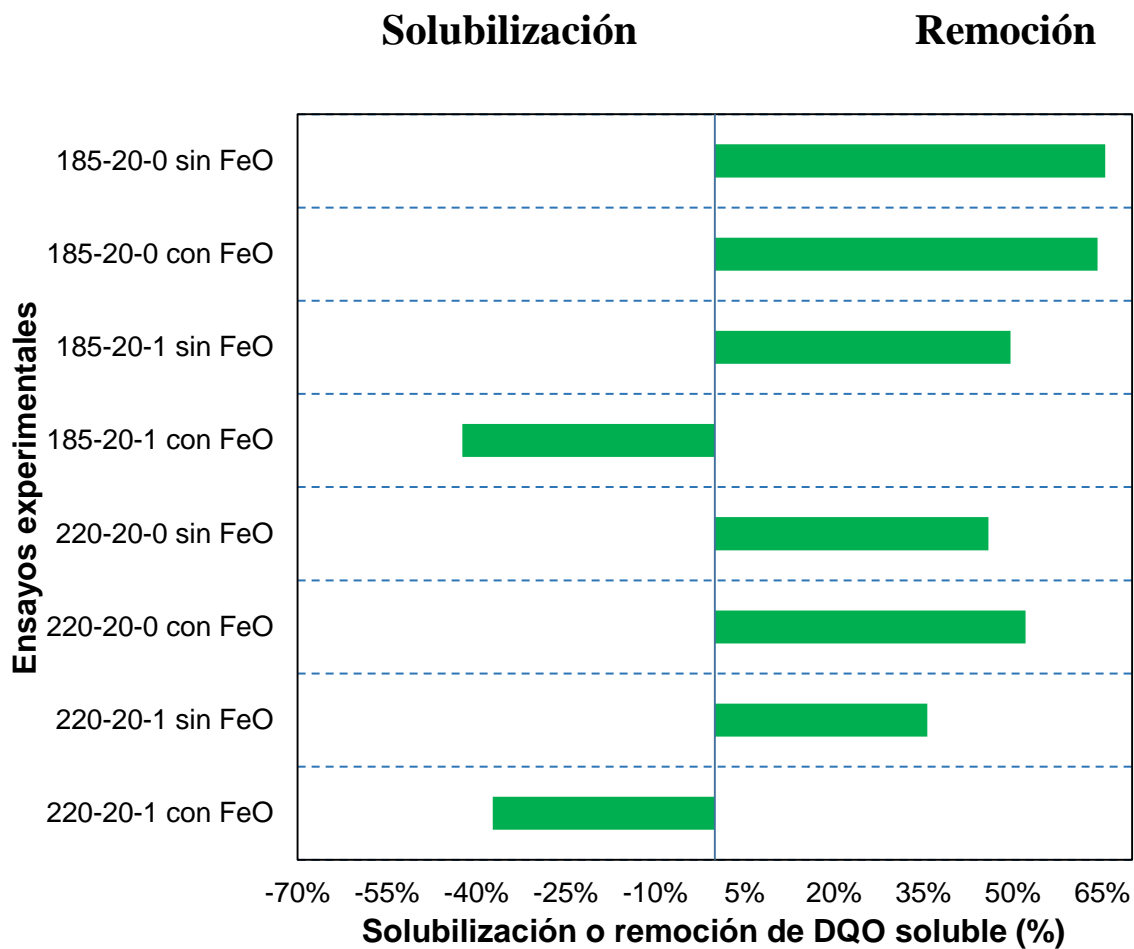


Figura 11. Solubilización o remoción de Demanda Química de Oxígeno soluble (%) (DQO_s).

Con base en la producción de AGV's (figura 12), para los ensayos de explosión de vapor realizados a 185°C en ausencia de oxígeno, la adición de nanopartículas de hierro favorece la generación de estos en un 25%, mientras que aquellos donde se realizó una explosión de vapor en presencia de oxígeno, la adición de nanopartículas disminuye la producción de AGV's en un 31%.

Para los ensayos donde se realizó una explosión de vapor a 220°C en ausencia de oxígeno, la adición de nanopartículas de hierro favoreció la producción de AGV's en un 69%. Para una explosión de vapor adicionando oxígeno, la adición de nanopartículas favoreció los AGV's generados en un 60%.

Analizando los valores máximos para cada temperatura empleada durante la explosión de vapor (185-0 con FeO y 220-0 con FeO), se observa que a 185° se tiene una mayor producción de AGV's (del 39%), en comparación con el ensayo a 220°C.

Debido a esto, se puede concluir que el pretratamiento por explosión de vapor a 185°C y en ausencia de oxígeno presenta elevadas producciones de AGV's. Esto es un indicador de una correcta digestión anaerobia, ya que fue superada la etapa limitante de este proceso (la hidrólisis), logrando llegar a la de acidogénesis para producir AGV's, los cuales son precursores para la formación de metano (Lizama et al., 2019).

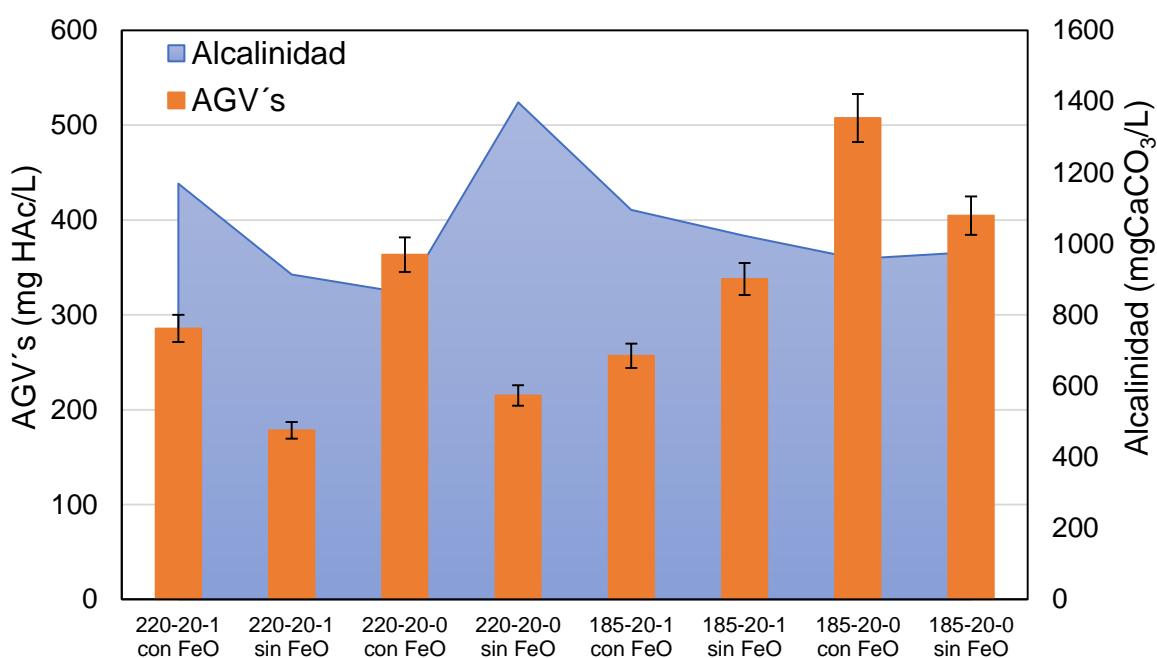


Figura 12. Producción de AGV's y alcalinidad.

En la figura 13 pueden observarse las producciones de metano de los ensayos PBM realizados con lodos pretratados por explosión de vapor a 185°C. Los valores máximos alcanzados de producción de metano y en ausencia de oxígeno fueron en presencia de nanopartículas de Fe (294 L-CH₄/Kg SV). Esto indica que se mejoró

la producción de metano en la digestión anaerobia con la adición de estas nanopartículas en un 11.2%, en comparación con los ensayos realizados sin Fe y en ausencia de oxígeno.

Referente a los ensayos realizados mediante una explosión de vapor en presencia de oxígeno, se observa que el ensayo con Fe presenta una producción máxima de 212 LCH₄/Kg SV (aun cuando este presentó solubilización de materia orgánica), lo que indica que se mejoró la cantidad de metano producido en un 16%, en comparación con los ensayos donde no se adicionó Fe. Esto indica que la digestión anaerobia se ve favorecida por la presencia de nanopartículas de Fe.

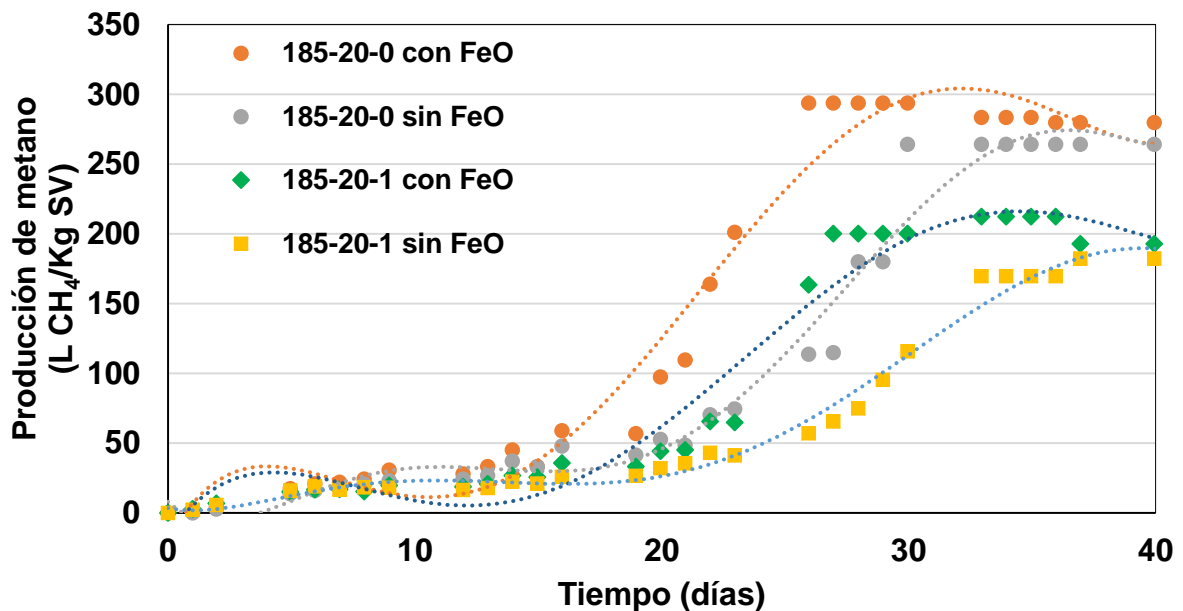


Figura 13. Producción de Metano a 185°C.

Empleando lodos pretratados por explosión de vapor a 220°C (figura 14) y en ausencia de oxígeno, se observa que la producción de metano se ve favorecida con la presencia de Fe, al alcanzar el valor máximo de metano producido a los 37 días de digestión anaerobia. Posterior a este tiempo, se ve aumentada la producción de metano del ensayo sin Fe, llegando a una producción máxima en el día 65. Estos resultados muestran que se aumentó la generación de metano en un 53% para los

ensayos donde no se adicionó Fe, sin embargo, es importante resaltar que el tiempo de digestión anaerobia para alcanzar la máxima producción se logró reducir en un 76%, en comparación con los ensayos sin nanopartículas de hierro.

En los ensayos realizados a 220°C en presencia de oxígeno, se observa que la producción de metano se vio favorecida en un 60% en el ensayo donde no hubo presencia de Fe, mostrando un posible efecto inhibitorio debido a la adición de nanopartículas de hierro.

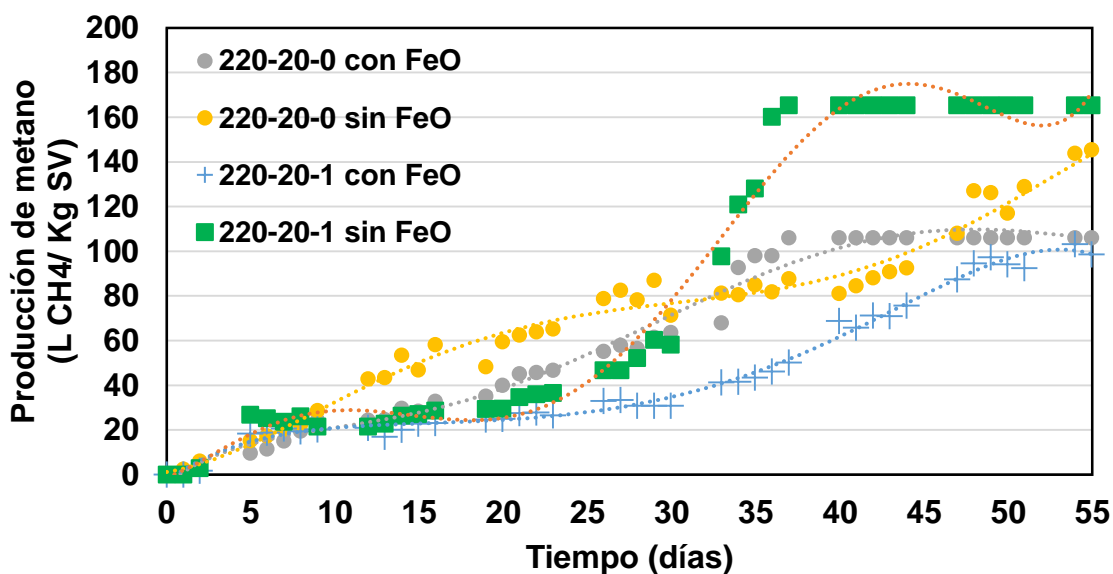


Figura 14. Producción de Metano a 220°C.

En la Figura 15 pueden observarse los promedios de los ensayos realizados, donde se tuvieron diferencias por la temperatura y presencia de oxígeno durante el pretratamiento por explosión de vapor, así como también el efecto en la digestión anaerobia por la presencia o ausencia de un suplemento de nanopartículas que mejore la producción de metano en la digestión anaerobia.

De acuerdo con los ensayos realizados a temperatura de 185°C, se observa que la mayor producción de metano generado en la digestión anaerobia se encuentra en el ensayo donde se le adicionaron nanopartículas de hierro. Así mismo, esta

producción se vio favorecida en un 38% con el lodo pretratado por explosión de vapor y en ausencia de oxígeno, en comparación con aquella donde se identificó la mayor producción de metano en presencia de oxígeno.

Tomando los valores máximos de producción de metano de cada temperatura, se observa que la explosión de vapor anaerobia realizada a 185°C y una digestión anaerobia suplementada con Fe mejoraron en un 78% esta producción, en comparación con aquella realizada a 220°C en presencia de oxígeno sin Fe (valor de producción más alto registrado a esta temperatura). Así mismo, a 220°C en ausencia de oxígeno y con Fe se tuvo una producción máxima de 106 L-CH₄ / kg SV, lo cual indica que la producción de metano aumentó en un 177% al disminuir la temperatura de la explosión de vapor a 185°C, empleando las mismas condiciones de Fe y oxígeno (presencia de Fe y ausencia de oxígeno).

Este comportamiento fue observado por Sapkaite et al. (2017), donde a altas temperaturas y tiempo prolongados de explosión de vapor, la solubilización aumentó súbitamente, mientras que la producción de metano tuvo un comportamiento opuesto. Esto indica que a altas temperaturas pueden llegar a formarse de algunos componentes solubles, pero no biodegradables, por lo que se ve afectada la producción de biogás.

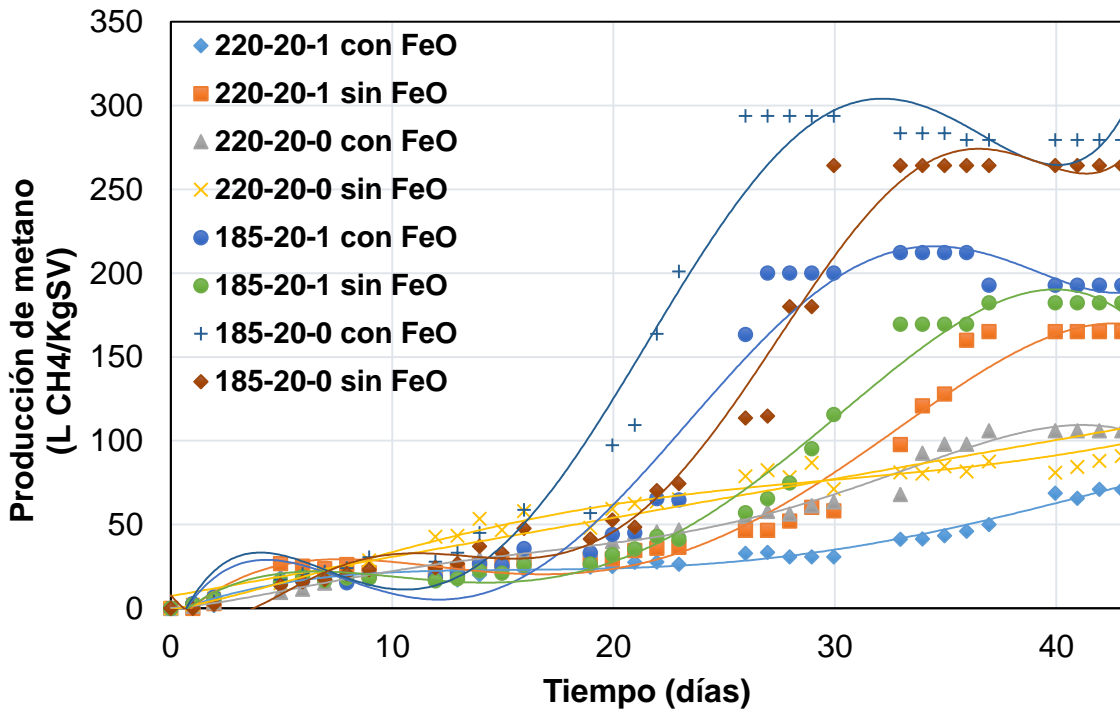


Figura 15. Producción promedio de metano en ensayos donde se realizó una explosión de vapor variando temperatura (185 y 220°C), presencia de oxígeno y suplementadas con nanopartículas de Fe.

En la figura 16 se presentan las velocidades de generación de metano de los ensayos realizados a 185°C. Se observa que la adición de nanopartículas de hierro favorece este valor. Para aquel donde se realizó una explosión de vapor y sin oxígeno, se presenta una velocidad de producción de metano de 34.23 L CH₄ kg SV por cada día de digestión anaerobia. La velocidad de generación de metano para el ensayo realizado con una explosión de vapor y en presencia de oxígeno, se presenta una velocidad 21.11 L CH₄/kg SV por cada día de digestión anaerobia. Un comportamiento similar fue observado por Zhang *et al.* (2018), donde logró aumentar la velocidad de producción de metano del 22.4 L/kg SV a 68.8-122.1 L/kg SV al emplear explosión de vapor, sin embargo, estos ensayos no fueron suplementados con nanopartículas de Fe.

La velocidad de generación de metano en los experimentos con explosión de vapor y presencia de oxígeno se vio favorecida en un 60% con la adición de nanopartículas de Fe, en comparación con aquel donde no se le adicionaron. Así

mismo, la velocidad de producción de metano para los ensayos en ausencia de oxígeno se vio favorecida en un 77% con la adición de nanopartículas de Fe, en comparación con el ensayo donde no le fueron añadidas.

Por lo tanto, en los ensayos donde se adicionaron nanopartículas de Fe se observó un mayor incremento en la velocidad de producción de metano, siendo superior para aquellos ensayos donde el pretratamiento fue realizado en ausencia de oxígeno.

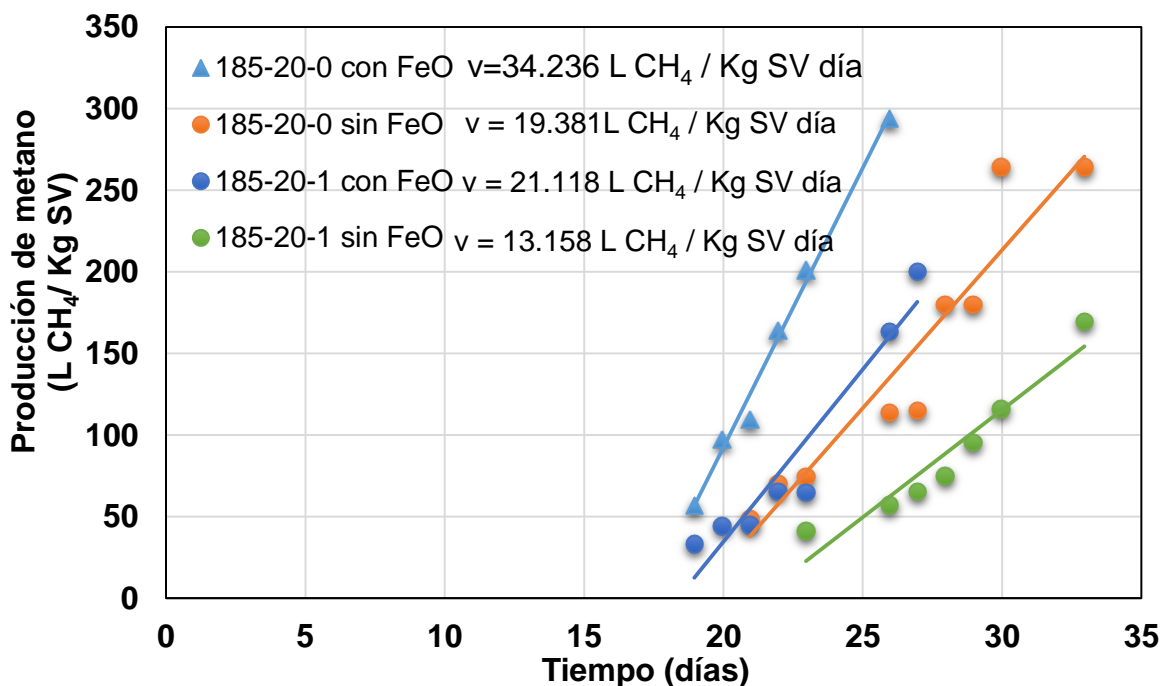


Figura 16. Velocidad de producción de metano empleando una explosión de vapor a 185°C, variando presencia de oxígeno y nanopartículas de hierro.

En los ensayos realizados a 220°C sucede algo contrario a lo observado en aquellos a 185°C. La cinética realizada empleando un pretratamiento de explosión de vapor en presencia de oxígeno y sin la adición de Fe presenta la mayor velocidad de producción de metano, con un valor de 12.41 L CH₄ / Kg SV-día, lo que representa casi 5 veces más, en comparación con los ensayos donde se adicionaron nanopartículas de hierro (figura 17).

Este comportamiento es esperado ya que, de acuerdo a lo que menciona Zhang *et al.*, (2018), se observó que al aumentar el tiempo de explosión de vapor de 8 a 12

min, la velocidad máxima de producción de biogás se vio disminuida. Así mismo, Karuppiah & Azariah (2019) observaron que a altas temperaturas (mayores a 200°C) se produce una reducción en la biodegradabilidad del lodo debido a que se llevan a cabo procesos de degradación de la materia orgánica que dan lugar a la formación de componentes recalcitrantes y/o tóxicos que puedan actuar como inhibidores en la producción de biogás.

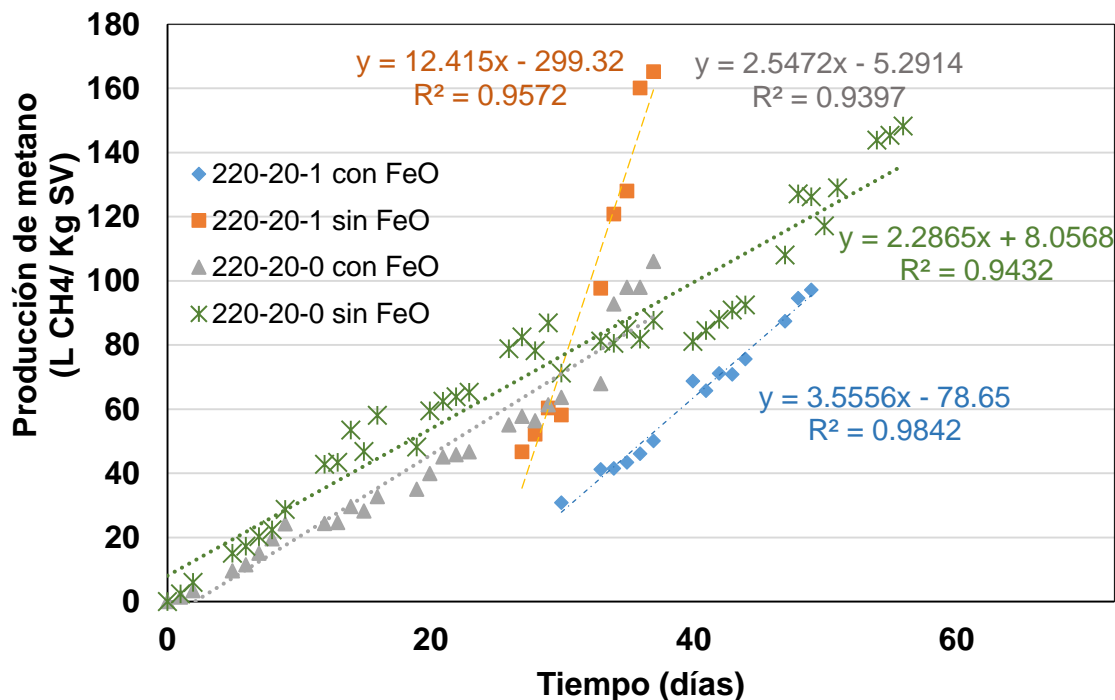


Figura 17. Velocidad de producción de metano empleando una explosión de vapor a 220°C, variando presencia de oxígeno y nanopartículas de hierro.

CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

1. Los ensayos con los inóculos de los digestores presentaron una alta actividad metanogénica y un consumo de ácido acético cercano al 100%, que permitieron la evaluación tanto del efecto del pretratamiento como de las nanopartículas de hierro.
2. Se seleccionó el inóculo del digester PEO para los ensayos posteriores. La producción de metano de los inóculos fue la siguiente: el lodo PEO tuvo una producción de 667 L-CH₄/kg SV, seguido del lodo APA con una producción de 367 L-CH₄/kg SV y finalmente el lodo SP tuvo un valor de 106 L-CH₄/kg SV.
3. Se obtuvo una remoción de DQO, en los ensayos de PBM, entre 35 y 65%, lo que demuestra que el pretratamiento de los lodos activados de purga con explosión de vapor incrementó la solubilización de la materia orgánica, favoreciendo la última etapa de la digestión anaerobia.
4. Los ensayos realizados con los lodos pretratados por explosión de vapor a 185°C y en presencia de nanopartículas de hierro, mostraron la mayor producción de AGV's, permitiendo alcanzar una generación de metano de 294 L-CH₄/kg SV.
5. La aplicación de nanopartículas de hierro como suplemento en la digestión anaerobia de lodos activados de purga incrementa la producción de metano. Esto permitirá obtener energía a partir de un residuo de difícil degradación y que es producido en grandes cantidades por las PTAR municipales.

REFERENCIAS

- Angelidaki, I., Alves, M., Bolzonella, D., Borzacconi, L., Campos, J. L., Guwy, A. J., Van Lier, J. B. (2009). Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: A proposed protocol for batch assays. *Water Science and Technology*, 59(5), 927–934. <https://doi.org/10.2166/wst.2009.040>
- Appels, L., Assche, A. Van, Willems, K., Degrève, J., Impe, J. Van, & Dewil, R. (2011). Peracetic acid oxidation as an alternative pre-treatment for the anaerobic digestion of waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 102(5), 4124–4130. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.12.070>
- Barrios, J. A., Cano, A., Rivera, F. F., Cisneros, M. E., & Durán, U. (2021). Efficiency of integrated electrooxidation and anaerobic digestion of waste activated sludge. *Biotechnology for Biofuels*, 14(1). <https://doi.org/10.1186/s13068-021-01929-7>
- Barrios, J. A., Duran, U., Cano, A., Cisneros-Ortiz, M., & Hernández, S. (2017). Sludge electrooxidation as pre-treatment for anaerobic digestion. *Water Science and Technology*, 75(4), 775–781. <https://doi.org/10.2166/wst.2016.555>
- Begum, S., Golluri, K., Anupoju, G. R., Ahuja, S., Gandu, B., Kuruti, K., ... Yerramsetti Venkata, S. (2016). Cooked and uncooked food waste: A viable feedstock for generation of value added products through biorefinery approach. *Chemical Engineering Research and Design*, 107, 43–51. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2015.10.032>
- Boehler, M., & Siegrist, H. (2006). Potential of activated sludge disintegration. *Water Science and Technology*, 53(12), 207–216.
- Bozym, M., Florczak, I., Zdanowska, P., Wojdalski, J., & Klimkiewicz, M. (2015). An analysis of metal concentrations in food wastes for biogas production. *Renewable Energy*, 77, 467–472. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2014.11.010>
- Carrère, H., Dumas, C., Battimelli, a, Batstone, D. J., Delgenès, J. P., Steyer, J. P., & Ferrer, I. (2010). Pretreatment methods to improve sludge anaerobic

- degradability: a review. *Journal of Hazardous Materials*, 183(1–3), 1–15.
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.06.129>
- Ceja de la Cruz, Z. T. (2019). Tratamiento de Aguas Residuales Industriales. In *INCyTU. Oficina de Información Científica y Tecnológica para el Congreso de la Unión*. (Vol. 028).
- Chen, Y., Cheng, J. J., & Creamer, K. S. (2008). Inhibition of anaerobic digestion process: a review. *Bioresource Technology*.
<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2007.01.057>
- Cheng, J., Zhu, C., Zhu, J., Jing, X., Kong, F., & Zhang, C. (2020). Effects of waste rusted iron shavings on enhancing anaerobic digestion of food wastes and municipal sludge. *Journal of Cleaner Production*, 242, 118195.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118195>
- CONAGUA. (2014). Estadísticas del Agua en México. *CONAGUA, 2014*, 242.
- CONAGUA. (2019). *Manual de Agua Potable, Alcantarillado y Saneamiento: Diseño de plantas de tratamiento de aguas residuales municipales: Tratamiento y disposición de lodos Libro 32*.
- Cowley, C., & Brorsen B., W. (2018). Anaerobic Digester Production and Cost Functions. *Ecological Economics, Elsevier*, 152, 347–357.
- Deublein, D., & Steinhauser, A. (2010). Biogas from Waste and Renewable Resources: An Introduction, Second Edition. In *Biogas from Waste and Renewable Resources: An Introduction, Second Edition*.
<https://doi.org/10.1002/9783527632794>
- Esposito, G., Frunzo, L., Panico, A., & Pirozzi, F. (2012). Enhanced bio-methane production from co-digestion of different organic wastes. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 33(24), 2733–2740.
<https://doi.org/10.1080/09593330.2012.676077>
- González, L. A. (2019). *Efecto de metales traza en la producción de biogás en reactores en lote alimentado a partir de lodos secundarios pretratados*. Instituto

de ingeniería de la UNAM.

- Juntupally, S., Begum, S., Allu, S. K., Nakkasunchi, S., Madugula, M., & Anupoju, G. R. (2017). Relative evaluation of micronutrients (MN) and its respective nanoparticles (NPs) as additives for the enhanced methane generation. *Bioresource Technology*, 238, 290–295. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.04.049>
- Karuppiah, T., & Azariah, V. E. (2019). Biomass Pretreatment for Enhancement of Biogas Production. *IntechOpen*, 32, 137–144.
- Lizama, A. C., Figueiras, C. C., Pedreguera, A. Z., & Ruiz Espinoza, J. E. (2019). Enhancing the performance and stability of the anaerobic digestion of sewage sludge by zero valent iron nanoparticles dosage. *Bioresource Technology*, 275(October 2018), 352–359. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2018.12.086>
- Luo, J., Zhang, Q., Zhao, J., Wu, Y., Wu, L., Li, H., ... Wang, D. (2020). Potential influences of exogenous pollutants occurred in waste activated sludge on anaerobic digestion: A review. *Journal of Hazardous Materials*, 383(August 2019), 121176. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2019.121176>
- Moraes, B. S., Zaiat, M., & Bonomi, A. (2015). Anaerobic digestion of vinasse from sugarcane ethanol production in Brazil: Challenges and perspectives. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 44, 888–903. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2015.01.023>
- Orhon, D., Nazik, A., & Esra, A. (1994). A description of three methods for the determination of the initial inert particulate chemical oxygen demand of wastewater. *Chemical Technology and Biotechnology*, 61(1), 73–80.
- Peralta, E. D., Noyola, A., Barrios, J. A., & Durán, U. (2018). Trace metals stimulation of biochemical methane potential from pretreated waste activated sludge. *6th International Symposium on Sediment Management San Cristóbal de Las Casas, Chiapas, Mexico June 19-23, 2018*, 233.
- Pérez-Rodríguez, M., Cano, A., Durán, U., & Barrios, J. A. (2019). Solubilization of

organic matter by electrochemical treatment of sludge: Influence of operating conditions. *Journal of Environmental Management*, 236. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2019.01.105>

Rajasulochana, P., & Preethy, V. (2016). Comparison on efficiency of various techniques in treatment of waste and sewage water – A comprehensive review. *Resource-Efficient Technologies*, 2(4), 175–184. <https://doi.org/10.1016/j.reffit.2016.09.004>

Sapkaite, I., Barrado, E., Fdz-Polanco, F., & Pérez-Elvira, S. I. (2017). Optimization of a thermal hydrolysis process for sludge pre-treatment. *Journal of Environmental Management*, 192, 25–30. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.01.043>

SEMARNAT. (2003). Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales. Norma Oficial Mexicana NOM-004-SEMARNAT-2002, Protección ambiental. Lodos y biosólidos. Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final. *Diario Oficial de La Federación*. Retrieved from http://dof.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=691939&fecha=15/08/2003

Tapia, M., Cisneros, M. E., Barrios, J. A., & Durán, U. (2011). *ADAPATADO AL EFECTO BIOCIDA DEL ÁCIDO PERACÉTICO*.

Tchobanoglous, G., Burton, F. L., Stensel, H. D., & Metcalf & Eddy, I. (2003). *Wastewater Engineering: Treatment and Reuse* (4th ed.). Retrieved from <https://books.google.co.in/books?id=L1MAXTAKL-QC>

Terreros-Mecalco, J., Olmos-Dichara, A., Noyola-Robles, A., Ramírez-Vives, F., & Monroy-Hermosillo, O. (2009). Anaerobic digestion of primary and secondary sludge in two serial UASB reactors. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 8(2).

U.S. EPA. (2012). U.S. Environmental Protection Agency. *U.S. Environmental Protection Agency*.

- Van Lier Jules B, Nidal, M., & Grietje, Z. (2008). Anaerobic Wastewater Treatment. In *Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design*. <https://doi.org/10.1021/es00154a002>
- Wang, X., Duan, X., Chen, J., Fang, K., Feng, L., Yan, Y., & Zhou, Q. (2016). Enhancing anaerobic digestion of waste activated sludge by pretreatment: Effect of volatile to total solids. *Environmental Technology (United Kingdom)*, 37(12), 1520–1529. <https://doi.org/10.1080/09593330.2015.1120783>
- Yu, B., Xu, J., -, H., Lou, Z., Lin, J., & Zhu, N. (2014). Enhancement of anaerobic digestion of waste activated sludge by electrochemical pretreatment. *Fuel*, 130, 279–285.
- Yuan, Y., Hu, X., Chen, H., Zhou, Y., Zhou, Y., & Wang, D. (2019). Advances in enhanced volatile fatty acid production from anaerobic fermentation of waste activated sludge. *Science of the Total Environment*, 694, 133741. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.133741>
- Zhang, Y., Han, P., Liu, H., Zhang, L., Liu, H., & Fu, B. (2018). Effect of steam explosion on physicochemical properties of waste activated sludge and the performance of anaerobic digestion. *Water Science and Technology*, 77(11), 2687–2698. <https://doi.org/10.2166/wst.2018.227>
- Zhen, G., Lu, X., Li, Y. Y., Liu, Y., & Zhao, Y. (2015). Influence of zero valent scrap iron (ZVSI) supply on methane production from waste activated sludge. *Chemical Engineering Journal*, 263, 461–470. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2014.11.003>
- Zuza, A., Agachi, P. S., Cristea, V. M., Nair, A., Tue, N. N., & Horju-Deac, C. (2018). Case Study on Energy Efficiency of Biogas Production in Industrial Anaerobic Digesters At Municipal Wastewater Treatment Plants. *Environmental Engineering and Management Journal*, 14(2), 357–360. <https://doi.org/10.30638/eemj.2015.036>