

COORDINACIÓN DE DESARROLLO PROFESIONAL E INSTITUCIONAL

TESIS

PRODUCCIÓN DE METANO POR VÍA ANAEROBIA A PARTIR DE LODOS PRETRATADOS MEDIANTE CAMPO MAGNÉTICO Y ULTRASONICACIÓN

que para obtener el grado de

Maestra en Ciencias y Tecnología del Agua

presenta

Andrea García Díaz

Tutor: Dra. Tania Gutiérrez Macías

Jiutepec, Morelos 2022

Paseo Cuauhnáhuac No. 8532, Col. Progreso, CP. 62550, Jiutepec, Morelos. Tel: (777) 329 3600 www.gob.mx/imta



Con fundamento en los artículos 21 y 27 de la Ley Federal del Derecho de Autor y como titular de los derechos moral y patrimoniales de la obra titulada "PRODUCCIÓN DE METANO POR VÍA ANAEROBIA A PARTIR DE LODOS PRETRATADOS MEDIANTE CAMPO MAGNÉTICO Y ULTRASONICACIÓN", otorgo de manera gratuita y permanente al Instituto Mexicano de Tecnología del Agua, autorización para que fijen la obra en cualquier medio, incluido el electrónico, y la divulguen entre su personal, estudiantes o terceras personas, sin que pueda percibir por tal divulgación una contraprestación.

ANDREA GARCÍA DÍAZ

Jiutepec Morelos, noviembre 2022



MAESTRÍA EN CIENCIAS Y TECNOLOGÍA DEL AGUA (SISTEMAS AMBIENTALES)

Comité tutoral:

Dra. Tania Gutiérrez Macias

M.I. Mercedes Esperanza Ramírez Camperos

Dra. Liliana García Sánchez

Dra. Petia Mijaylova Nacheva

Dr. Juan Gabriel García Maldonado

Directora de TESIS

Dra. Tania Gutiérrez Macias

Jiutepec, Morelos Instituto Mexicano de Tecnología del Agua

Agradecimientos

Al Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA) y el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, por la oportunidad de realizar este posgrado.

Al personal de la Subcoordinación de posgrado por el apoyo y la atención brindada durante todo este proceso, por su paciencia, amabilidad y perseverancia.

A mi asesora, la Dra. Tania Gutiérrez Macías, por aceptarme como su asesorada, por su comprensión, apoyo y paciencia. Gracias por darme la confianza para no desistir y por ser tan comprensiva todo este tiempo. Gracias por las facilidades y apertura hacia conmigo. Siempre tendrá un lugar en mi corazón y mi respeto.

A la Mtra. Esperanza Ramírez Camperos, por todo el conocimiento brindado, por su disponibilidad y claridad cada que tenía una duda respecto al campo magnético, así como por la tranquilidad con la que siempre me explicaba. Gracias.

A la Dra. Petia Mijaylova Nacheva, por el apoyo hacia el laboratorio de Tratamiento de aguas residuales, por todas sus enseñanzas en las materias de posgrado y en este documento. Por sus observaciones constructivas y por su buen humor y entusiasmo.

A los Dres. Liliana García Sánchez y Juan Gabriel García Maldonado por su valioso tiempo y las aportaciones y observaciones para esta investigación. En verdad se los gradezco.

A mis compañeros de laboratorio, los maestros Ian y Josué y el Dr. Manuel; sin ustedes esos meses de experimentación habrían sido más difíciles. Gracias por hacerlos más llevaderos y agradables, y por todo el apoyo, conocimiento, experiencias y ayuda que me ofrecieron.

A los ingenieros Monse, Miguel y Alex. Sin ustedes simplemente esto no sería posible. Gracias por ayudarme durante esos meses tan pesados en el laboratorio, por su disposición, por las risas y su buena actitud y compromiso durante su estancia. Ustedes me hicieron ver que disfruto mucho enseñar. Gracias.

Por último, pero no menos importante, a mi familia GaDí. Ustedes influyen en sobremanera sobre mis logros, éxitos y la cara que pongo ante ello. Gracias por su apoyo incondicional, porque me hace más llevaderas todas las dificultades y adversidades. Gracias por su objetivismo y libertad. Sin ustedes no sería la mujer que soy hoy. Los amo.

Dedicatoria

Este logro no puede ser, aparte de mío, de nadie más que tuyo.

Estuviste siempre al pie de cañón durante estos años. Me apoyaste, me alentaste y me enseñaste e hiciste ver muchas cosas. Me tranquilizabas, hacías más llevadero estar horas sentada escribiendo pues sabía que al levantarme iba a estar contigo. Te comparto este esfuerzo y te lo agradezco; el placer de tenerte como compañero de vida, tu integridad, la fuerza y confianza que me transmites es algo que no puedo describir.

Gracias por hacer esto posible. Esto también es tuyo, Pablo García Ortiz.

Índice general

| Índice general | III |
|--|---------------|
| Índice de tablas | V |
| Índice de figuras | VII |
| Resumen | VIII |
| 1. Introducción | 1 - |
| 1.1 Problema de investigación | 1 - |
| 2. Objetivo general | 4 - |
| 2.1 Objetivos específicos | 4 - |
| 2.2 Justificación | 5 - |
| 3. Marco teórico | 6 - |
| 3.1 Situación actual de lodos residuales en México | 6 - |
| 3.2. Características de lodos residuales | 7 - |
| 3.3. Tratamiento de lodos residuales | 9 - |
| 3.4. Normatividad mexicana vigente para aprovechamiento y disposición residuales | |
| 3.5 Digestión anaerobia de lodos residuales | 10 - |
| 3.5.1. Etapas de la digestión anaerobia | 12 - |
| 3.5.2. Tipos de sistemas anaerobios | 16 - |
| 3.5.3. Inoculación y arranque del digestor | 16 - |
| 3.5.4. Factores de control en la digestión anaerobia y parámetros de o | peración 17 - |
| 3.5.5. Producción de biogás a partir de la digestión anaerobia | 20 - |
| 3.6. Métodos para el pretratamiento de lodos residuales | 24 - |
| 3.6.1. Ultrasonicación como pretratamiento de lodos residuales | 25 - |
| 3.6.2. Campo magnético como pretratamiento de lodos residuales | 32 |
| 4. Metodología | 40 |
| 4.1 Planteamiento metodológico | 40 |
| 4.2 Etapa I: Muestreo y caracterización fisicoquímica de los lodos residua | ales 41 |

| 4.3. Etapa II: Pruebas de pretratamiento para determinar el mayor porcentaje de solubilización de la mezcla de lodos residuales | 41 |
|--|---------|
| 4.4.1. Ultrasonicación | 43 |
| 4.4.2. Campo magnético | 44 |
| 4.4.3. Determinación del mayor porcentaje de solubilización para cada pretrata | miento |
| 4.5. Etapa III: Inoculación, aclimatación y operación de los digestores anaerobios | 45 |
| 4.5.1. Análisis estadístico | 47 |
| 5. Resultados y discusión | 48 |
| 5.1. Etapa I: Caracterización de lodos residuales | 48 |
| 5.2. Etapa II: Pruebas de pretratamiento para determinar el mayor porcentaje de solubilización de la mezcla de lodos residuales | 49 |
| 5.2.1. Ultrasonicación | 49 |
| 5.2.2. Campo magnético | 56 |
| 5.3. Etapa III: Inoculación, aclimatación y operación de los digestores anaerobios | 59 |
| 5.3.1. Inoculación y aclimatación a la mezcla 70:30 | 59 |
| 5.3.2. Operación de digestores anaerobios alimentados con lodos pretratados | 62 |
| 6. Conclusiones | 84 |
| 6.1. Recomendaciones | 87 |
| Bibliografía | 88 |
| Anexos | 95 |
| Anexo I: Ecuaciones utilizadas para el cálculo de parámetros de operación | 95 |
| I.1. Ecuaciones para la determinación del número de vueltas por el sistema de inducción de campo magnético (en orden de cálculo) | 95 |
| I.2. Ecuaciones para la operación de los digestores anaerobios | 95 |
| Anexo II: Comportamiento de los parámetros de operación del proceso | 96 |
| II.1. Cambios en la coloración del sobrenadante de las muestras pretratadas y la mezcla | |
| II.3. Modificación de la técnica de DQO _T | 98 |
| Anexo III: Análisis estadístico | 99 |
| III.1. Remoción de carbohidratos, DQO _T , y SSV durante ambas fases experiment | tales99 |
| III.2. Producción de biogás y metano durante ambas fases experimentales | 100 |

Índice de tablas

| Tabla 3.1. Sitios de generación y características de lodos residuales en una PTAR 8 |
|---|
| Tabla 3.2. Clasificación por generaciones de sistemas anaerobios. - 16 |
| Tabla 3.3. Condiciones óptimas para la operación de digestores anaerobios 20 |
| Tabla 3.4. Composición y características del biogás. - 21 |
| Tabla 3.5. PTAR en México con estabilización anaerobia de lodos residuales y aprovechamiento del biogás producido. - 23 |
| Tabla 3.6. Otros usos de la ultrasonicación con lodos residuales 27 |
| Tabla 3.7. Investigaciones relacionadas al uso de ultrasonicación en la digestión anaerobia de lodos residuales. 30 |
| Tabla 3.8. Usos del campo magnético en el tratamiento de aguas residuales. 35 |
| Tabla 3.9. Investigaciones relacionadas al uso de campo magnético en sistemas anaerobios 39. Investigaciones relacionadas al uso de campo magnético en sistemas anaerobios |
| Tabla 4.1. Parámetros evaluados durante caracterización de lodos residuales |
| Tabla 4.2. Variables de operación para pruebas de pretratamiento con UL. 43 |
| Tabla 4.3. Variables de operación para pruebas de pretratamiento con campo magnético. 44 |
| Tabla 4.4. Parámetros fisicoquímicos y frecuencia de determinación para la operación de los digestores anaerobios. 46 |
| Tabla 4.5. Alimentación para cada digestor anaerobio |
| Tabla 5.1. Resultados promedio y desviación estándar de la caracterización de lodo primario, secundario y granular anaerobio. 48 |
| Tabla 5.2. Energías específicas y concentraciones de DQOs resultantes de la variación del tiempo de sonicación para lodos primario y secundario |
| Tabla 5.3 . Energías específicas, concentraciones de DQOs y temperaturas resultantes de la variación del tiempo de sonicación para la mezcla 70:30 de lodo. 53 |
| Tabla 5.4. Resultados de las variables de operación para las pruebas de pretratamiento con campo magnético para lodos primario y secundario. 56 |
| Tabla 5.5. Concentraciones de DQOs y %S resultantes de la variación del tiempo de contacto con los imanes para lodos primario y secundario. 57 |
| Tabla 5.6. Resultados de las pruebas de pretratamiento con campo magnético para la mezcla 70:30 |
| Tabla 5.7. Características de operación de digestores anaerobios alimentados con lodos pretratados. 62 |

| Tabla 5.8. Concentraciones en el efluente durante la operación y monitoreo de los digestores anaerobios |
|---|
| Tabla 5.9. Concentración de materia orgánica en el influente y efluente de los digestores anaerobios durante ambas fases |
| Tabla 5.10. Producción de biogás promedio durante las dos fases experimentales. 7- |
| Tabla 5.11. Teorías relacionadas al efecto del CM en sistemas biológicos. 8 |
| Tabla III.1.1. Resumen de los resultados de ANOVA para las concentraciones en los influentes de los digestores anaerobios |
| Tabla III.1.2. Resumen de los resultados de prueba de Bonferroni de los influentes9 |
| Tabla III.1.3. Resumen de los resultados de ANOVA para los porcentajes de remoción en los efluentes de los digestores anaerobios |
| Tabla III.1.4. Resumen de los resultados de prueba de Bonferroni de los porcentajes de remoción 10 |
| Tabla III.2. Resumen de los resultados de ANOVA para la producción específica de biogás y de metano al finalizar cada fase 10 |

Índice de figuras

| Fig. 3.1 . Diagrama general de la digestión anaerobia. Elaboración propia. Tomado y modificado de Pavlostathis y Gossett, 1986 15 - |
|--|
| Fig.4.1. Síntesis de la metodología en un diagrama de flujo |
| Fig. 4.2. Representación gráfica del proceso metodológico. Elaborado por García-Ortiz, 2020 |
| Figura 5.1. Cambios en el %S de los lodos primario y secundario respecto al tiempo de sonicación |
| Figura 5.2. Cambios en el %S de la mezcla de lodo utilizando dos diferentes potencias respecto al tiempo de sonicación |
| Fig. 5.3. Porcentajes de remoción de DQO _T y SSV durante la fase de aclimatación 60 |
| Fig. 5.4. Producción de biogás durante la fase de aclimatación de digestores anaerobios 61 |
| Fig. 5.5. Concentración de carbohidratos en el efluente de los digestores anaerobios 65 |
| Fig. 5.6. Remoción de materia orgánica en los 3 digestores anaerobios durante las dos fases experimentales |
| Fig. 5.7. Producción de biogás durante ambas fases experimentales |
| Fig. 5.8. Cromatogramas obtenidos durante la cuantificación de biogás mediante cromatografía de gases. A) D1, B) D2, C) D3 |
| Fig. 5.9. Producción de metano durante ambas fases experimentales |
| Fig. II.1. Sobrenadantes de las muestras de lodo pretratadas mediante campo magnético y ultrasonicación tras su centrifugación |

Resumen

El objetivo principal del presente trabajo fue evaluar el efecto de dos diferentes pretratamientos, uno de ellos utilizando ultrasonicación y el segundo aplicando campo magnético, ambos pretratamientos previos a la digestión anaerobia de una mezcla de lodo primario y lodo secundario residual. Para llevarlo a cabo, se instalaron tres digestores anaerobios de acrílico transparente con una capacidad de 1.2 L los cuáles operaron con recirculación continua durante dos fases experimentales y con diferentes variables de operación. La concentración promedio de sólidos totales de la mezcla de lodos a pretratar fue de 32,650±1,850 mg·L⁻¹, por otro lado, el contenido promedio de materia orgánica fue de 17,000±2,010 y 32,500±3,300 mg·L⁻¹ de sólidos suspendidos volátiles y DQO total, respectivamente.

La primera fase experimental constó de pruebas de pretratamiento para determinar las variables de operación para la mezcla de lodo previo a la digestión anaerobia. Para ambos pretratamientos se realizaron pruebas preliminares con lodo primario y secundario a fin de determinar la proporción de la mezcla que presentara un mayor efecto, cuantificado mediante el porcentaje de solubilización (%S) y, posteriormente fungir como alimento de los digestores. Estas fueron con un 50% tanto de lodo primario como secundario y posteriormente otra con 70% lodo primario y 30% lodo secundario. En cuanto al pretratamiento con ultrasonicación, se observó que el mayor efecto sobre la solubilización de la materia particulada tanto del lodo primario como secundario fue similar tras 120 min de sonicación con una potencia de 180 Watts, resultando en valores del 5.1 y 4.5% de solubilización respectivamente. Por lo tanto, se decidió utilizar una proporción 70% del lodo secundario y 30% del primario. Una vez obtenida esta proporción de la mezcla de los lodos primario y secundario, en las siguientes pruebas de pretatamiento se variaron dos potencias de sonicación: 180 y 90 W, así como distintos tiempos de pretratamiento: 15, 30, 45, 60 y 120 min. Tomando en cuenta estas variables, así como la cantidad de sólidos totales en los lodos, se obtuvieron diferentes energías específicas a inducir sobre el lodo con el pretratamiento ultrasónico. Al igual que con los lodos primario y secundario los valores más altos, en términos de kilo Joules por kilogramo de sólidos totales (kJ·kgST⁻¹), también resultaron con 120 min de ultrasonicación obteniéndose porcentajes de solubilización de 4.9 y 6.7% para cada potencia, respectivamente.

Respecto al pretratamiento con campo magnético, se varió la velocidad de paso (6.6, 16 y 32.8 cm·s⁻¹) y los tiempos de pretratamiento (5, 15, 30, 45 y 60 min) por el sistema, lo cual dio lugar al tiempo de contacto del lodo con los imanes (0.60, 0.20 y 0.10 segundos por vuelta), para la presente investigación estos fueron de neodimio con una intensidad magnética de 400 militeslas (mT). Asimismo, se realizaron pruebas tanto con el lodo primario como con el lodo secundario y se observó que los porcentajes de solubilización

(0.6 y 0.7%, respectivamente) fueron similares cuando se tuvieron entre mil y dos mil vueltas por el sistema y, por lo tanto, con un mayor tiempo de contacto con los imanes. Posteriormente, se realizaron las pruebas con la mezcla de lodo determinada en las pruebas mencionadas anteriormente, es decir, 70% lodo secundario y 30% primario (70:30, %V/V). Con dichas pruebas se eligieron los tiempos de pretratamiento. Para la Fase I fue de 30 min y una velocidad de paso por el sistema de 32.8 cm·s⁻¹, lo cual resultó en un %S de 1.5%. Para la Fase II se obtuvo un mayor efecto con 60 min de pretratamiento y una velocidad de paso de 16 cm·s⁻¹, lo cual resultó en un %S del 2.2%.

Una vez determinadas las variables de operación para el pretratamiento de los dos digestores que operaron con un pretratamiento (digestores 1 y 2), se procedió a su aclimatación, así como la de un tercer digestor que funcionó como control; esta etapa finalizó una vez que se obtuvieron remociones de SSV estables, es decir, porcentajes de remoción mayores al 30%. Posteriormente, se comenzó con la evaluación de los digestores, la cual se dividió en dos fases de 45 d donde cada una se operó con dos diferentes condiciones de operación para cada pretratamiento. Referente a la ultrasonicación, las variables que se fijaron tras las pruebas de tratamiento resultaron en un suministro en términos de energía específica (EE). En la primera fase, D1, se operó con una EE de 240,000 kJ·kgST⁻¹, por otro lado, en la segunda fase se operó con la mitad de EE, es decir, 120,000 kJ·kgST⁻¹ debido a que no se presentaron remociones de materia orgánica mayores al 50% en la primera fase. Durante ambas fases experimentales se realizó el monitoreo de parámetros de control de la digestión anaerobia tales como temperatura, pH, nitrógeno amoniacal, sulfuros y alcalinidad total, los cuales se mantuvieron dentro de los rangos óptimos establecidos para un proceso estable.

Respecto a la remoción de materia orgánica, al finalizar la Fase I las remociones de DQO_T fueron del 44, 54 y 40% para D1, D2 y D3, respectivamente, mientras que en la Fase II, las remociones fueron 68, 54 y 48% para D1, D2 y D3, respectivamente. En ambas fases se encontraron diferencias estadísticamente significativas entre los digestores con lodos pretratados y el control, obteniéndose los valores más altos en D2, el cual operó con el pretratamiento magnético. En términos de SSV, en la primera fase los porcentajes de remoción para cada digestor fueron 43, 52 y 25% para D1, D2 y D3 respectivamente, y 31, 45 y 31% en la segunda fase. En este caso únicamente se encontraron diferencias significativas durante la primera fase entre ambos digestores alimentados con lodos pretratados y el control, siendo, al igual que con la DQO_T, mayor el efecto en D2. Finalmente, las producciones específicas de biogás al finalizar la primera fase presentaron valores de 174, 350 y 223 mL·gSSV⁻¹consumidos para D1, D2 y D3, respectivamente, mientras que en la segunda fase estos fueron 559, 525 y 324mL·gSSV⁻¹ consumidos. Por otro lado, las producciones de gas metano (CH₄) al finalizar la Fase I fueron de 41, 234 y 94mL·gSSV⁻ ¹_{consumidos} para D1, D2 y D3 respectivamente, y de 115, 94 y 64 mL·gSSV⁻¹_{consumidos}, respectivamente en la Fase II. A pesar de que se puede observar una clara diferencia entre los valores de cada digestor, así como resultados mayores en los digestores alimentados con lodos pretratados, no se presentaron diferencias estadísticamente significativas en la producción de biogás o metano en comparación con el control. El comportamiento de los resultados mostró que no hubo una relación entre las remociones de materia orgánica y los porcentajes de solubilización en los lodos tras sus pretratamientos ya que no se observó una tendencia a obtener resultados mayores con solubilizaciones más altas. Esto sugiere que, en el caso de la ultrasonicación, hubo un exceso en el suministro de energía específica, lo cual probablemente provocó la solubilización de compuestos no orgánicos resultando en efectos negativos durante la digestión anaerobia. En cuanto al pretratamiento con campo magnético ocurrió lo contrario. A pesar de utilizar los imanes de neodimio y su alta intensidad magnética comparada con otras investigaciones relacionadas (400 mT), la configuración del sistema de pretratamiento no fue la óptima para que el lodo tuviera suficiente tiempo de contacto con los imanes, incluso después de mantenerse 1 h dentro del sistema. Cabe destacar que al ser el campo magnético una opción viable para el tratamiento de lodos debido al bajo gasto energético, se recomienda continuar con las pruebas para encontrar aquellas variables de operación que permitan obtener mayores resultados.

1. Introducción

1.1 Problema de investigación

Durante el tratamiento de aguas residuales se generan subproductos que presentan un mayor riesgo para la salud y el ambiente que el agua residual como tal. Estos comprenden a los lodos residuales, compuestos sólidos con un contenido variable de humedad que presentan la mayor parte de la carga contaminante de las aguas residuales tales como materia orgánica, organismos patógenos, metales pesados y el resto de las sustancias responsables del carácter pevorativo de las aguas residuales (Barrios-Pérez, 2009; Metcalf y Eddy, 2013; Donado-Hoyos, 2013; Sarvenoei et al., 2018). Asimismo, los lodos residuales son un problema ambiental debido a los gases que desprenden como producto de su descomposición, los malos olores y atracción de vectores (Rojas-Remis y Mendoza-Espinosa, 2012; Mantilla-Morales 2016). Pérez-Zúñiga (2016), menciona que en el atlas global para el manejo de excretas, lodos residuales y biosólidos publicado en 2008 por el Programa de las Naciones Unidas para los asentamientos (UNHABITAT por sus siglas en inglés), se especifica que los países en vías de desarrollo no consideran los lodos residuales como un residuo a tratar, por lo que se tiene una nula inversión en infraestructura para su tratamiento, disposición final y/o aprovechamiento, así como la falta de datos estadísticos sobre las cantidades generadas. En el caso de México, la gran mayoría de los diseños de plantas de tratamiento de aguas residuales municipales (PTAR), pasan por desapercibido el tratamiento y disposición final de los lodos residuales (Noyola et al., 2013; Mantilla-Morales, 2017). Esto se debe principalmente a que la prioridad gubernamental en inversión se concentra en el abastecimiento de agua potable, en el drenaje y en el tratamiento del agua (CONAGUA, 2016). Si bien, existe una Norma Oficial Mexicana para la calidad de lodos residuales (NOM-004-SEMARNAT-2002) un gran porcentaje de las PTAR en la República no cuentan con la infraestructura para tratarlos. En 2011 la CONAGUA registró la generación de 640,000 toneladas de lodos residuales y se espera que esta cantidad aumente progresivamente con la construcción de PTARs a causa de la creciente demanda hídrica. Tomando esto en cuenta, cabe mencionar que la definición de desarrollo sostenible de la ONU (2017) menciona que este "promueve la prosperidad y las oportunidades económicas, un mayor bienestar social y la protección del medio ambiente", por lo tanto, conociendo la situación nacional actual, es claro que existe la necesidad de utilizar tecnologías asequibles y sustentables para el tratamiento, reutilización y disposición de subproductos del tratamiento de aguas residuales como lo son los lodos, ya sea disminuyendo o terminando con la disposición en rellenos sanitarios debido a los impactos negativos que provocan al ambiente y, por consiguiente, a la salud humana (Martín et al., 2015). Un tratamiento efectivo que desde principios del siglo XX es el más utilizado para los lodos residuales es la digestión anaerobia, proceso bioquímico que tiene como principal característica la generación de biogás, el cual está compuesto principalmente por metano

(CH₄) y dióxido de carbono (CO₂). Este proceso se lleva a cabo a partir de la degradación microbiana de materia orgánica, bajo condiciones anaerobias (Amani et al., 2010; Braguglia et al., 2012). Asimismo, es posible reducir el peso y volumen de lodos, lo cual disminuye los costos de disposición (Weemaes y Verstraete, 1998; Zhang, 2010). Sin embargo, una considerable desventaja de este proceso es que debido al alto contenido de sólidos en los lodos residuales la biodegradabilidad es lenta, por lo tanto, se requieren tiempos de retención del orden de 20 a 30 d (Bajpai, 2017). Esto se debe a los tiempos de hidrólisis y al lento crecimiento de las bacterias metanogénicas, lo cual, se traduce en eficiencias moderadas (Pavlostathis y Gossett, 1986; Wang et al., 1999; Zhang, 2010). Además, dentro de las cuatro etapas que comprende la descomposición anaerobia: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis, la primera resulta ser la limitante principal del proceso (Tiehm et al., 1997). La complicación se encuentra en la ausencia de materia orgánica biodegradable disponible, lo cual resulta en altos tiempos de retención y digestores de mayor volumen (Mao y Show, 2006; Pilli et al., 2016). Con la finalidad de reducir estos largos periodos y optimizar las cantidades de biogás generadas durante la digestión anaerobia, durante los últimos 30 años se han desarrollado innumerables investigaciones sobre métodos de pretratamiento para lodos generados en PTAR (Weemaes y Verstraete, 1998; Sri Bala et al., 2011; Braguglia et al., 2012; Anjum et al., 2016; Sarvenoei et al. 2018), en general podrían mencionarse cuatro tipos principales: térmicos, químicos, mecánicos y biológicos de las cuales existen todo tipo de variaciones y combinaciones (Kim y Lee, 2011; Pilli et al., 2011). El principal mecanismo de un pretratamiento es la solubilización y conversión de la materia orgánica particulada de lenta degradación en compuestos de bajo peso molecular fácilmente biodegradables (Weemaes y Verstraete, 1998). Esto es posible gracias a la desintegración (denominado así con fines prácticos en la gran mayoría de trabajos relacionados al tema, así como en el presente trabajo) de las partículas que componen al lodo, así como la ruptura de los flóculos presentes (Bougrier et al., 2005). Dentro de los pretratamientos mecánicos se encuentra la ultrasonicación. Este mecanismo cuenta con una gran confiabilidad de operación debido al elevado grado de investigaciones realizadas hasta la fecha; la ausencia de generación de olores, facilidad de deshidratación del producto final, alto grado de desintegración y solubilización de los flóculos presentes en el lodo y la facilidad de implementación en una PTAR (Wang et al., 1999; Tiehm et al., 2000; Salsabil et al., 2009), Sin embargo, la principal desventaja de este proceso es el negativo balance de energía debido al elevado consumo por parte del equipo, lo cual incrementa los costos de tratamiento (Weemaes y Verstraete, 1998; Salsabil et al., 2009; Houtmeyers et al., 2014; Pilli et al., 2016). Aunado a esto, existe un creciente interés en el desarrollo de tecnologías eficientes y a la vez amigables con el ambiente para el procesamiento de lodos residuales y toda la problemática que conlleva. Por ello, durante los últimos 20 años las investigaciones relacionadas han aumentado significativamente. Una de estas tecnologías se encuentra en la inducción de campo magnético a partir de imanes permanentes, estos se caracterizan por un diseño simple y la mayor ventaja que presenta su aplicación es la falta de necesidad de cualquier tipo de suministro de energía, además, la intensidad de inducción del campo magnético no se debilita con el tiempo (Krzemieniewski *et al.*, 2004; Zieliński *et al.*, 2018; Zhang *et al.*, 2021). Esto, junto con otras ventajas como la falta de uso de químicos, la inexistencia de contaminantes secundarios y los bajos costos que representa, lo convierten en una tecnología sustentable y amigable con el ambiente, por lo cual cada vez son más las investigaciones relacionadas (Tomska y Wolny, 2007; Guan *et al.*, 2017; Ren *et al.*, 2018; Sarvenoei *et al.*, 2018; Qu *et al.*, 2020; Zhao *et al.*, 2020; Zhang *et al.*, 2021). Sin embargo, a pesar de las ventajas con las que cuenta, las investigaciones que evalúan su efecto en sistemas anaerobios aún son escasas.

2. Objetivo general

Evaluar la remoción de materia orgánica y la producción específica de biogás y metano en la digestión anaerobia de una mezcla de lodo primario y secundario residuales utilizando la inducción de campo magnético y ultrasonicación como pretratamientos.

2.1 Objetivos específicos

- Determinar las condiciones de operación de los pretratamientos con ultrasonicación y campo magnético que resulten en un mayor porcentaje de solubilización sobre la mezcla de lodo primario y secundario residual.
- Evaluar el desempeño de ambos pretratamientos sobre la digestión anaerobia de la mezcla de lodos residuales a partir de la remoción de sólidos volátiles, demanda química de oxígeno y producción específica de biogás y metano.

2.2 Justificación

Se utilizó una mezcla de lodos residuales primarios y secundarios debido a que la literatura menciona que la hidrólisis de lodos biológicos (secundarios) es más complicada que la de los lodos primarios ya que por su naturaleza presentan mayor cantidad de paredes celulares, por lo tanto, la hipótesis que se plantea es que la inducción de energías específicas mayores a las comúnmente utilizadas en la bibliografía, es decir, superiores a 100,000 kJ·kg ST⁻¹, así como intensidades magnéticas mayores a 100 mT, ofrecerían un efecto adecuado en el rompimiento de estas. No se realizaron las pruebas únicamente con lodo secundario debido a que el lodo primario, al contener mayor cantidad de materia orgánica disponible, funcionó como alimento para las bacterias.

Por otro lado, es bien sabido que el aprovechamiento del metano generado a partir de la digestión anaerobia de lodos residuales, presenta grandes ventajas para la operación de una planta de tratamiento de aguas residuales, además, cubre la necesidad del uso de energías renovables hoy en día. También representa una ventaja en cuanto a costos de disposición ya que con dicho proceso se reducen significativamente las concentraciones de sólidos totales y volátiles. Tomando esto en cuenta, este estudio pretendió maximizar la generación de metano y la reducción de materia orgánica a partir del pretratamiento de lodos residuales. Para ello, se trabajó con un sistema para la inducción de campo magnético, cuyos efectos como pretratamiento y sobre la solubilización de lodos residuales han sido poco estudiados ya que la mayoría de las investigaciones relacionadas se ha enfocado en su efecto directo sobre las bacterias y su rendimiento en la remoción de diversos sustratos. Además, cabe mencionar que buena parte de los estudios se han realizado con sistemas aerobios. Por otra parte, las investigaciones aplicando el pretratamiento con ultrasonicación son numerosas. Los efectos de este mecanismo con distintas frecuencias, potencias y tiempos de sonicación han registrado excelentes resultados durante los últimos 20 años, razón por la cual se seleccionó como método de comparación.

3. Marco teórico

3.1 Situación actual de lodos residuales en México

De los constituyentes removidos en las PTAR, los lodos residuales son, por mucho, los de mayor volumen. Por ello, su procesamiento, eliminación, reúso y disposición final es de los problemas más complejos en el campo del tratamiento de las aguas residuales (Metcalf y Eddy, 2013) y por tal motivo es necesario ser considerados en el diseño de la planta y en el proceso de selección de su tratamiento de manera obligatoria (CONAGUA, 2016). En los países desarrollados se utilizan en promedio un 15% de los residuos generados en las PTAR para la recuperación energética por medio de digestores anaerobios (Milieu Ltd., WRc et al., 2010). Asimismo, reutilizan aproximadamente el 54% del lodo producido como mejoradores de suelo o para la producción de composta, 21% se incinera, 15% se deposita en rellenos sanitarios y el 10% restante utiliza otros métodos de disposición (UNHABITAT, 2008 en Rojas-Remis y Mendoza-Espinosa, 2012). Por ejemplo, en la Unión Europea, de las 9 millones de toneladas de lodo generadas al año, se destina el 45% a la agricultura, el 23% a la generación de energía térmica, el 18% como relleno sanitario y el 14% restante a elaborar composta y otros usos particulares. Por otro lado, en Estados Unidos al año se generan alrededor de 7.2 millones de toneladas de lodos residuales, sin embargo, el 49% de las PTAR cuentan con sistemas para su reducción de volumen y estabilización, los cuales se utilizan benéficamente para su aplicación en la agricultura o silvicultura, o como mejoradores de suelos. El 45% es dispuesto como relleno sanitario o incinerado, y al 6% restante se les dan otros usos (*ibíd.*). En contra parte, los países en vías de desarrollo no prestan la atención necesaria a estos residuos, por lo cual invierten nulamente en su tratamiento (Noyola et al., 2013). En México, este problema se ve reflejado en la insuficiente legislación relacionada al tema, la cual simplemente adopta la de países más industrializados en lugar de adecuarla a la realidad nacional (CONAGUA, 2016). El problema radica en que el manejo y operación de lodos residuales representa hasta un 50% de la infraestructura y un 60% del costo de operación total de la PTAR como consecuencia de la alta demanda energética utilizada para tratar las elevadas cantidades generadas (Zhang et al., 2007; Noyola et al., 2013; Mantilla-Morales, 2017). Del mismo modo, son responsables de la generación del 40% de todas las emisiones de gases de efecto invernadero (GEI) en una PTAR (Pilli et al., 2016). Tanto en México como en el mundo, los sistemas de tratamiento de aguas residuales más utilizados son los lodos activados, proceso en el cual los residuos o sustratos solubles de las aguas residuales son convertidos en biomasa e, incluyen, tanto la materia particulada que se incorpora en esta, como aquella que permanece en el agua después de la sedimentación primaria (CONAGUA, 2007; Limón-Macías, 2013). Este proceso es altamente eficiente en cuanto a la remoción de materia orgánica y nutrientes, sin embargo, el control de la contaminación en el agua se convierte en un problema de disposición de grandes cantidades de residuos sólidos (Weemaes y Verstraete, 1998; Martín et al., 2015). A escala nacional, los sistemas de lodos activados representan el 56% de los tratamientos utilizados en las PTAR (CONAGUA, 2016), y el costo de inversión se distribuye en un 60% para el tren de agua y 40% para el tren de tratamiento del lodo (Noyola *et al.*, 2013). En México la implementación de la digestión anaerobia comenzó tarde en comparación con países europeos o Norteamérica. El primer registro de la construcción de un digestor anaerobio fue en 1987, mientras que el desarrollo posterior fue bastante lento (Monroy *et al.*, 1998). Si bien, a causa de la creciente problemática relacionada a la generación de lodos residuales, importantes instituciones nacionales han comenzado a actuar al respecto durante los últimos años y a tomar en cuenta las oportunidades que representa revalorizar estos residuos, por lo cual han desarrollado proyectos con resultados prometedores. Estos se mencionan más adelante con mayor detalle.

3.2. Características de lodos residuales

Los lodos residuales son el producto de las separaciones sólido-líquido (sedimentación, floculación, etc.) o de la coagulación química y del tratamiento biológico (Noyola *et al.*, 2013). La cantidad y características del lodo varía dependiendo de su edad, del tipo de proceso de tratamiento de agua del cual provienen y del tipo de agua residual que se trata (Donado-Hoyos, 2013; Mantilla-Morales, 2016), (Ver Tabla 3.1). Estos residuos están constituidos principalmente de agua y sólidos suspendidos tanto de compuestos orgánicos como minerales. La biomasa contiene aproximadamente 30% proteínas, 40% carbohidratos y el 30% restante son lípidos en forma particulada (Amani *et al.*, 2010; Zieliński *et al.*, 2018). Dentro de una PTAR, el lodo generado en los diferentes procesos debe retirarse con la velocidad y en el momento adecuado ya que de no ser así la planta no operará de manera eficiente y no se cumpliría con los estándares de calidad en el efluente (CONAGUA, 2016).

En general, las principales fuentes de generación de lodos son el sedimentador primario y el sedimentador secundario (Zhang, 2010). El lodo primario está compuesto principalmente de materia biodegradable que consiste en carbohidratos y grasas de fácil degradación, así como de materiales fibrosos como celulosa, sólidos inorgánicos y arena. (Takashima, 2008; Zhang, 2010). Presenta grandes cantidades de microorganismos anaerobios, incluidos los metanógenos (Amani *et al.*, 2010). Estos se espesan fácilmente por gravedad debido a que presentan una alta tasa de sedimentación, por lo cual forman un lodo espeso que puede bombearse fácilmente sin ayuda química (CONAGUA, 2016). Los lodos biológicos, también llamados lodos de exceso o secundarios, son el resultado de la sobreproducción de microorganismos en procesos de tratamiento como lodos activados, filtros percoladores y biodiscos. Estos contienen carbohidratos, polisacáridos, proteínas e hidrocarburos de cadena larga, lo cual los vuelve más difíciles de degradar (Metcalf y Eddy, 2013; Amani *et al.*, 2010). Las cantidades y características de los lodos biológicos varían con las tasas metabólicas y de crecimiento de los diferentes microorganismos presentes en ellos. Estos presentan una gran área superficial por unidad de masa, lo que resulta en bajas tasas de

sedimentación y una resistencia a la compactación (CONAGUA, 2016). Un componente característico de los lodos biológicos son las sustancias poliméricas extracelulares (SPE). Estos productos metabólicos son una mezcla compleja de polímeros de alto peso molecular excretados por los microorganismos y se acumulan en la superficie de las células bacterianas formando una capa protectora contra ambientes hostiles (Liu y Fang, 2002). Además, sirven como reservas de carbono y energía cuando hay escasez de alimento y juegan un papel esencial en el mantenimiento de la integridad estructural de la matriz microbiana. También se ha observado que son esenciales para la formación de lodos granulares (Liu y Fang, 2002; Amani *et al.*, 2010). Particularmente el procesamiento de los lodos residuales es complejo debido a su composición, ya que está formado en gran parte por materia orgánica altamente putrefactible (entre 59 y 55% de su peso volumétrico), además, sólo una pequeña parte es materia sólida (Weemaes y Verstraete, 1998), de ahí todas las dificultades que conlleva y la necesidad de un manejo y disposición adecuados.

Tabla 3.1. Sitios de generación y características de lodos residuales en una PTAR.

| Lodo | Origen | Sólidos Totales | Características |
|--------------------------|--|--------------------|---|
| Tamizado | Cribas y rejillas | NA | Sólidos gruesos. Todo tipo de basura, material orgánico e inorgánico. Alta concentración de patógenos. |
| Gravas y arenas | Previo a sedimentación primaria | NA | Material abrasivo de alta densidad. Partículas que sedimentan con alta velocidad especialmente arenas y algunas partículas orgánicas. |
| Grasas y aceites | Superficie de sedimentadores primarios y secundarios | NA | Grasas minerales y vegetales, ceras, detergentes, desechos de alimentos, desechos plásticos, papel, algodón y materiales similares. |
| Primario | Sedimentador primario | 4-10% | Color negro. Olor extremadamente ofensivo. Sólidos sedimentables fácilmente deshidratables. Alto contenido de materia orgánica. |
| Secundario/ Activados | Tratamientos biológicos | 0.5-2% | Color café. Apariencia floculenta. Sólidos suspendidos con materia particulada incorporada y biomasa viva. Difícil de deshidratar. |
| Terciario/ Químico | Tratamiento fisicoquímico/ Remoción nutrientes | 0.5- 10% | Color café oscuro. Suspensión semi floculenta y precipitados. Fácil deshidratación. |

^{*}NA: No aplica. Fuente: Barrios-Pérez, 2009; Metcalf y Eddy, 2013; Limón-Macías, 2013.

3.3. Tratamiento de lodos residuales

Metcalf y Edy (2013), describen los principales métodos utilizados para el procesamiento de lodos residuales durante y después de su generación en la PTAR:

a) Bombeob) Espesamientof) Secado a calorg) Compostaje

c) Estabilización h) Aplicación al suelo

d) Acondicionamiento i) Incineración

e) Deshidratación j) Transporte y almacenamiento

Zhang (2010), resume el procesamiento de lodos residuales en una PTAR; como primer paso está el espesamiento por gravedad, la flotación o el uso de filtros banda. Con estos procesos la cantidad de lodo puede reducirse a tan solo un tercio de su volumen inicial. El agua separada se recicla al influente de la PTAR. Segundo paso: Pretratamiento ya sea químico, físico, mecánico o biológico. Este optimiza la deshidratación y digestabilidad del lodo mediante diferentes mecanismos que se describirán a fondo más adelante. Continua el paso crucial: la digestión o estabilización. Los tratamientos más comunes incluyen el compostaje y la digestión aerobia o anaerobia. Frecuentemente, esta última es la más rentable debido a la elevada cantidad de energía recuperada en forma de biogás y su limitado impacto ambiental, siempre y cuando este se aproveche y no solo se libere o se queme. Finalmente, el lodo digerido vuelve a deshidratarse y así es posible disponerlo de manera segura. Para la elección del tratamiento se deben tomar en cuenta las características y composición del lodo; la cantidad de nutrientes y materia orgánica para reducir el contenido de agua y adecuar los sólidos procesados para su reúso o disposición final (Weemaes y Verstraete, 1998; Metcalf y Eddy, 2013; Sarvenoei *et al.*, 2018).

Para reducir los problemas legales, ambientales y sociales asociados a la descarga de lodos en el ambiente, el tratamiento de los lodos tiene como principales objetivos (Mao y Show, 2006; Zhang, 2010; Mantilla-Morales, 2016):

- Reducción del contenido de agua para reducir los volúmenes generados.
- Disminución de materia volátil.
- Mineralización de la materia orgánica.
- Transformar la materia orgánica con alto grado de putrefacción en residuos orgánicos e inorgánicos relativamente estables o inertes.
- Eliminación de olores.
- Control de organismos patógenos y vectores.

La gran mayoría de los tratamientos convencionalmente utilizados (rellenos sanitarios, composteo, incineración) no sólo requieren un procedimiento de pre-secado, sino que

también generan contaminantes secundarios (Sarvenoei *et al.*, 2018). Por ejemplo, el lodo estabilizado (denominado biosólido) alcalinamente, presenta valores de pH elevados, y si bien evita la proliferación y actividad microbiana, no implica la remoción de materia orgánica (Noyola *et al.*, 2013). La mayoría de los tratamientos requiere de elevados consumos energéticos. Por ejemplo, la incineración precisa de combustible adicional para el mantenimiento de las instalaciones. Las cenizas producidas contienen sustancias peligrosas y las emisiones sustanciales procedentes de los incineradores de lodos también contribuyen a la emisión de dioxinas y furanos o la liberación de metales pesados (Fytili y Zabaniotou, 2008 en Sarvenoei *et al.*, 2018).

3.4. Normatividad mexicana vigente para aprovechamiento y disposición de lodos residuales

La Norma Oficial Mexicana *NOM-004-SEMARNAT-2002* describe las especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para el aprovechamiento y disposición final de lodos y biosólidos provenientes del desazolve de sistemas de alcantarillado urbano o municipal, así como de las plantas potabilizadoras y de las plantas de tratamiento de aguas residuales, con el fin de posibilitar su aprovechamiento o disposición final y proteger al medio ambiente y la salud humana. Para efectos de esta NOM, los biosólidos se clasifican en tipo: excelente y bueno en función de su contenido de metales pesados; y en clase: A, B y C en función de su contenido de patógenos y parásitos. La norma también proporciona una estrategia para el muestreo y análisis de los biosólidos (Mantilla-Morales, 2017). El primer paso en la aplicación de esta norma es deshidratar el lodo, ya sea por separado o en forma conjunta, al sistema de tratamiento, que generalmente inicia con el espesamiento. En segundo lugar, deben controlar la atracción de vectores, lo cual se logra con una reducción de solidos volátiles por lo menos del 38%, lo cual se logra a partir del proceso de estabilización. Esto puede ser mediante procesos aerobios, anaerobios o químicos (Anjum *et al*, 2016).

3.5 Digestión anaerobia de lodos residuales

La digestión anaerobia consiste en la descomposición de la materia orgánica en ausencia de oxígeno por una serie de procesos bioquímicos llevados a cabo por un consorcio de microorganismos, principalmente bacterias (Bitton, 2005; Bajpai, 2017). Este proceso tiene como principal característica la generación de biogás, el cual puede utilizarse como fuente de energía (Wang *et al.*, 1999; Kim y Lee, 2003). El biogás está compuesto entre el 55-70% por metano (CH₄), 30-45% de dióxido de carbono (CO₂) y en cantidades menores nitrógeno molecular (N₂), amoniaco (NH₃), hidrógeno (H₂) y ácido sulfhídrico (H₂S), usualmente menos del 5% del volumen total de gas (Bajpai, 2017).

La digestión anaerobia es el proceso estándar para estabilizar lodos biológicos desde principios del siglo XX y continua en desarrollo hasta el presente (Zhang et al., 2007; Amani et al., 2010). Comúnmente es considerada una tecnología rentable, eficiente y amigable con el ambiente debido a que el uso del biogás producido compensa el uso de combustibles fósiles y la emisión de gases de efecto invernadero (Tiehm et al., 1997; Mao y Show, 2006; Takashima, 2008; Kim y Lee, 2011; Pilli et al., 2016). La característica por resaltar de este complejo proceso es que imita aquellos que ocurren en la naturaleza donde no existen los desechos o desperdicios sino materia prima para crear otro tipo de material útil para la vida (Sosa, Chao y del Río, 1999). Para que un sustrato pueda emplearse en la digestión anaerobia debe presentar elevadas concentraciones de materia orgánica biodegradable (López-Hernández et al., 2017). De ahí la posibilidad de tratar desechos con altas cargas orgánicas, las cuales fluctúan entre 10 y 20 kg DQO·m⁻³. Por ello, es común aplicarse para los lodos generados en los sedimentadores primarios y lodos secundarios, siendo estos más difíciles de digerir que los primeros (Tiehm et al., 1997, Bougrier et al., 2005; Khanal et al., 2007). La digestión anaerobia cuenta con las siguientes ventajas (Speece, 1983; Zhang et al., 2007; Pilli et al., 2011; Limón-Macías, 2013):

- No requiere de oxígeno, cuya oferta se suma sustancialmente al costo del tratamiento de agua y lodos residuales.
- Producción de menor cantidad de lodo (de 3 a 20 veces menos que los procesos aerobios), ya que los rendimientos energéticos de las bacterias anaerobias son relativamente bajos.
- Reducción del 30 a 40% de la cantidad de sólidos totales, y del 40 al 60% los sólidos volátiles.
- Reducción significativa de malos olores.
- Producción de energía renovable, siempre y cuando el gas generado se aproveche energéticamente.
- Bajo consumo de energía.
- Capacidad para tratar desechos con alta carga orgánica.
- Reducción de la cantidad de patógenos.

El otro producto final del proceso es el digestato, que es el lodo estabilizado resultado de la conversión de materia orgánica en biogás. Este consiste en una mezcla de productos minerales (N, P, K, Ca) y compuestos de difícil degradación, y puede ser utilizado como compostaje, bio-fertilizante y/o acondicionador de suelos para cultivos forestales o agrícolas siempre y cuando cumpla con las normas correspondientes (IDAE, 2007; FAO, 2011). La aplicación de este tipo de productos representa una buena fuente de nutrientes para el suelo y a su vez constituye la base para el desarrollo de los microorganismos responsables de la conversión de los nutrientes en una forma que puede ser incorporada fácilmente por las plantas. De igual forma, favorece el intercambio de aire a las raíces, evita la erosión, incrementa la retención de agua y mejora la estructura física del suelo (FAO,

2011; Barrios-Pérez, 2009; IMTA, 2017). A pesar de estos beneficios, el proceso cuenta con alta sensibilidad a cambios en las condiciones ambientales y largos periodos de retención de sólidos debido a las limitantes fases de hidrólisis y metanogénesis (Amani *et al.*, 2010; Pilli *et al.*, 2011; Martín *et al.*, 2015). Además, a comparación de la digestión aerobia, la puesta en marcha requiere de largos periodos. (Bitton, 2005; Sarvenoei *et al.*, 2018) y se requiere de un equipo de calentamiento y mezclado para un buen funcionamiento, sin embargo, el biogás generado puede ser empleado para ello (CONAGUA, 2016). Si bien la implementación de un digestor anaerobio en una PTAR requiere de una inversión inicial comparable a la de la propia planta, representa una opción viable ya que además de permitir la recuperación de energía con un rendimiento de 0.35m³ de CH₄·kg de DQO metabolizada, que equivale a la generación de 3,517 kW-h·1000 kg⁻¹ de DQO removida, sus costos de operación y mantenimiento son relativamente bajos (Noyola *et al.*, 2013).

3.5.1. Etapas de la digestión anaerobia

La bioquímica y microbiología de los procesos anaerobios es más compleja que la de los aerobios debido al gran número de rutas que puede utilizar una comunidad anaerobia para la bioconversión de materia orgánica. Estas se caracterizan por la presencia de microorganismos de diferentes velocidades de crecimiento y sensibilidad a los compuestos inhibidores de cada fase (IDAE, 2007; Braguglia *et al.*, 2012).

Gujer y Zehnder (1983) distinguen 6 procesos distintos durante la digestión anaerobia:

- 1. Hidrólisis de biopolímeros.
 - Hidrólisis de proteínas.
 - Hidrólisis de carbohidratos.
 - Hidrólisis de lípidos.
- 2. Fermentación de aminoácidos y azúcares.
- 3. Oxidación anaerobia de ácidos grasos volátiles (AGV) de cadena larga y alcoholes.
- 4. Oxidación anaerobia de productos intermedios tales como ácidos grasos volátiles excepto acetato.
- 5. Conversión de acetato a metano.
- 6. Conversión de hidrógeno a metano.

Sin embargo, en general el proceso puede resumirse en 4 grandes etapas: hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis.

I. Hidrólisis

En esta etapa, bacterias quimioheterótrofas hidrolíticas y acetogénicas usan enzimas extracelulares como hidrolasas, proteasas y lipasas para digerir los compuestos orgánicos complejos (carbohidratos, lípidos y proteínas) y convertirlos en componentes solubles que

se hidrolizan a monómeros (monosacáridos, aminoácidos, ácidos grasos, etc.). Esto se debe a que, por lo general, las bacterias son incapaces de alimentarse del material orgánico particulado, por lo cual la velocidad dependerá estrictamente de la tasa de hidrolisis, la cual está relacionada con la superficie de las partículas (McInerney *et al.*, 1979; IDAE, 2007; Braguglia *et al.*, 2012). Durante esta fase, los componentes citoplasmáticos biodegradables son liberados y degradados por las bacterias acidogénicas. La membrana celular de los microorganismos es una estructura rígida que contiene filamentos de glucano reticuladas con cadenas peptídicas para proteger a la célula de una lisis osmótica. Por lo tanto, la hidrolisis es considerada como el paso limitante de la digestión anaerobia (Pavlostathis y Gossett, 1986; Tiehm *et al.*, 1997; Weemaes y Verstraete, 1998). Esto sucede principalmente cuando se tratan residuos con alto contenido de sólidos, como lo son los lodos residuales. Esta etapa depende de la temperatura del proceso, del tiempo de retención hidráulico, de la composición bioquímica del sustrato (porcentaje de lignina, carbohidratos, proteínas y grasas), del tamaño de partículas, del pH y de la concentración de NH4 (Braguglia *et al.*, 2012).

II. Acidogénesis

Durante esta etapa las macromoléculas que sirven de aceptores y donadores de electrones, son degradadas por organismos fermentadores a H₂, CO₂ y AGVs. Específicamente para la fermentación los sustratos son aminoácidos y azúcares, mientras que los productos finales son biomasa y la degradación de productos intermedios como propionato y butirato (Gujer y Zehnder, 1983). Las bacterias de esta fase tienen tasas de crecimiento 30-40 veces mayores que los metanógenos, y pueden sobrevivir a condiciones extremas como pH bajo y altas temperaturas (Amani *et al.*, 2010). Esta fase junto con la acetogénesis está compuesta por un grupo diverso de anaerobios facultativos y obligados. Los primeros son capaces de sobrevivir tanto en ambientes aerobios como anaerobios, mientras que para los obligados el oxígeno es tóxico (Bajpai, 2017). La importancia de la presencia de este grupo de bacterias no sólo radica en el hecho que produce el alimento para los grupos de bacterias que actúan posteriormente, sino que, además, eliminan cualquier traza del oxígeno disuelto del sistema (FAO, 2011).

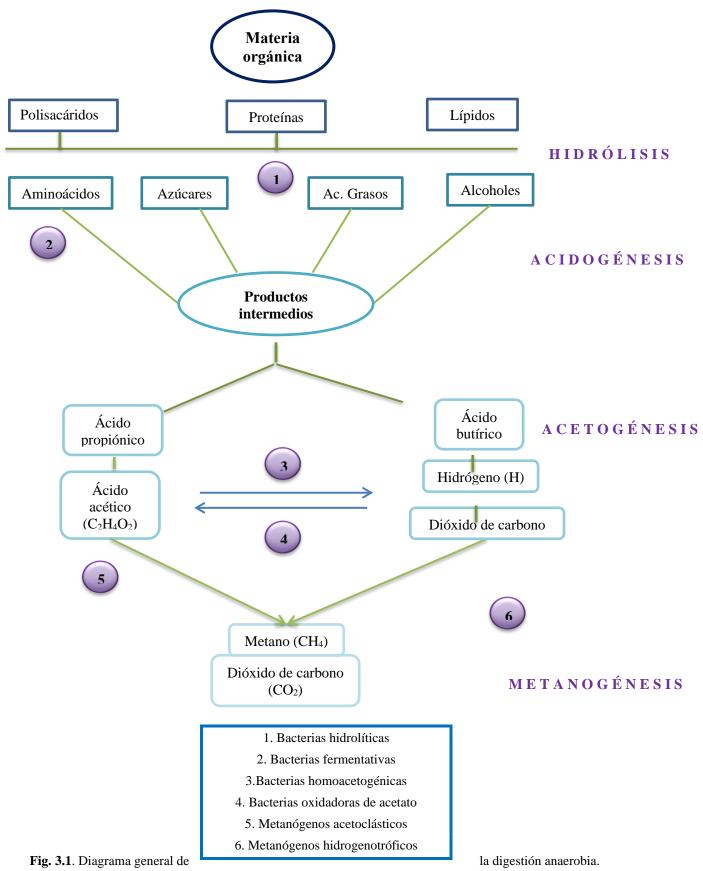
III. Acetogénesis

Subsecuentemente, los alcoholes policarbonados y los AGVs de cadena de más de dos carbonos son oxidadas a CO₂, acetato e H₂ por un grupo de bacterias conocidas como OHPA (bacterias acetogénicas productoras obligadas de hidrógeno por sus siglas en inglés). Estas bacterias deben existir en una relación simbiótica, es decir, un intercambio de nutrientes entre dos organismos dónde los productos que un tipo de bacterias producen sirven de sustrato para el siguiente, con los metanógenos (Speece, 1983; Bajpai, 2017) ya que el buen desempeño del proceso depende de una relación eficiente entre ellos (Amani *et al.*, 2010). A esta altura del proceso, la mayoría de las bacterias anaeróbicas han extraído todo el alimento de la biomasa y, como resultado de su metabolismo, eliminan sus propios

productos de desecho de sus células. Estos productos, ácidos volátiles sencillos, son los que van a utilizar como sustrato las bacterias metanogénicas en la etapa siguiente (FAO, 2011).

IV. Metanogénesis

Esta fase se lleva a cabo por las arqueas metanogénicas, que se subdividen en dos grupos; el primero denominado metanogénicos acetoclásticos, los cuales llevan a cabo la conversión del acetato en CH₄ y CO₂. El 70% del CH₄ proviene del acetato, lo cual lo convierte en el principal precursor de la producción final de metano (Gujer y Zehnder, 1983). El segundo grupo de bacterias llamadas metanogénicas hidrogenófilas; usan el hidrógeno como donador de electrones y el CO2 como aceptor de electrones y fermentan el acetato, H₂ y CO₂ para producir biogás (McInerney et al., 1979; Madigan et al., 2009). Los metanógenos son cruciales para el proceso en general ya que son de lento crecimiento y extremadamente sensibles a cambios ambientales, además pueden asimilar solo un conjunto reducido de sustratos relativamente simples y al ser anaerobios estrictos, están vulnerables a pequeñas cantidades de oxígeno. Esta fase es el punto en el que la carga de contaminación orgánica, en términos de DOO o DBO, es reducida significativamente ya que en las fases anteriores la materia orgánica simplemente cambia de una forma a otra (Bajpai, 2017). La composición del sustrato determinará la predominación de los distintos grupos bacterianos y las relaciones ecológicas que se establecen entre ellos, así también la velocidad de reacción de cada etapa (Ferrer y Pérez, 2010; Bajpai, 2017). Se requiere de un equilibrio durante el desarrollo del proceso global para evitar la acumulación de compuestos intermedios inhibidores o la acumulación de AGVs que podría producir una disminución del pH. (IDAE, 2007; Amani et al., 2010; Sri Bala et al., 2011). En la Figura 3.1 se muestra un diagrama de sintetiza el proceso de digestión anaerobia.



Tomado y modificado de Pavlostathis y Gossett, 1986.

3.5.2. Tipos de sistemas anaerobios

La evolución de los procesos anaerobios ha sido en el sentido de controlar la biomasa activa en el reactor y desacoplar el tiempo de retención de sólidos (TRS), también llamado celular, del tiempo de retención hidráulica (TRH), ya que la capacidad de tratamiento de los reactores biológicos está dada por la cantidad de biomasa activa que puede tener el sistema y por el eficiente contacto que se establezca entre el lodo y el sustrato (Moreno-Rodríguez *et al.*, 2007). La clasificación por generaciones da seguimiento al desarrollo tecnológico de los distintos sistemas anaerobios en forma sistemática y lógica (Noyola *et al.*, 2013).

Tabla 3.2. Clasificación por generaciones de sistemas anaerobios.

| Generación | Reactor | Interacción sustrato- microorganismo | Relación TRH/TRS | TRH | Antigüedad del desarrollo |
|------------|---------------------|--|---------------------------|---------|---------------------------------|
| | Fosa séptica | X | √ | | |
| | Laguna anaerobia | X | \checkmark | | |
| T | Tanque Imhoff | XX | \checkmark \checkmark | Días | 50-100 años |
| 1 | Digestor baja tasa | X | \checkmark | Dias | 30-100 allos |
| | Digestor alta tasa | √ √ | X | | |
| | *Contacto anaerobio | ✓ ✓ | \checkmark | | |
| | Filtro anaerobio | \checkmark | \checkmark \checkmark | | 30-40 |
| II | UASB | \checkmark | \checkmark | Horas | (EGSB 15 |
| | *EGSB | √ √ | \checkmark | | años) |
| III | Lecho fluidificado | \checkmark \checkmark | \checkmark \checkmark | Minutos | 15 años |

^{*} Reactores de transición entre generaciones; X: no adecuado; ✓: adecuado. Tomado y modificado de (Noyola *et al.*, 2013).

3.5.3. Inoculación y arranque del digestor

El arranque de un digestor anaerobio es el proceso en el cual los microorganismos se adaptan a las condiciones de operación del digestor como el pH, temperatura, características del sustrato y al ambiente anaerobio como tal (Nakasima-López *et al.*, 2017). Este período o un período de reanudación después de darle mantenimiento al digestor, es un paso crítico. Su éxito depende de la procedencia de los microorganismos y el modo inicial de operación. Este proceso es lento debido a la baja producción de biomasa en relación al sustrato consumido. Por ello es conveniente la inoculación ya que este contiene a todas las bacterias involucradas en la digestión anaerobia y generalmente permite acelerar la puesta en marcha (Braguglia *et al.*, 2012; Nakasima-López *et al.*, 2017). Los procesos anaerobios requieren de un inóculo que presente una alta acumulación de biomasa e intensa actividad microbiológica. Algunos ejemplos de inóculos comúnmente utilizados son los provenientes de fosas sépticas y lagunas anaerobias, lodos de destilerías o lodos de granjas de ganado, generalmente vacuno y porcino (Torres *et al.*, 2007; Losada *et al.*, 2012).

Actualmente, no hay reglas claras para estimar el volumen conveniente para inocular reactores anaerobios. Un intervalo entre un 10 y un 30% del volumen del reactor, puede considerarse aceptable. En general, mientras más inóculo se utilice, más rápido será el arranque (López-Hernández, 2017), sin embargo, la cantidad utilizada no debe sobrepasar el 60% del volumen del reactor (Losada *et al.*, 2012). Otro lodo comúnmente utilizado es el lodo granular proveniente de la purga de reactores anaerobios tipo UASB que tratan aguas residuales, e incluso llega a presentar un alto valor económico (Noyola *et al.*, 2013). Existen diferentes modelos que explican la particular formación de los gránulos. Uno de ellos, el modelo de las capas múltiples, es bastante sencillo y considera a los gránulos como una acumulación de diferentes capas bacterianas cubiertas una a una, con la presencia de la arquea metanogénica *Methanosaeta spp* en el núcleo y bacterias sulfato reductoras en la parte superior (Guiot *et al.*, 1992 en Amani *et al.*, 2010). De ahí que sean comúnmente utilizados como inóculo de sistemas anaerobios.

3.5.4. Factores de control en la digestión anaerobia y parámetros de operación

La mayor parte del control en la digestión anaerobia se realiza directamente por los propios microorganismos. Sin embargo, las condiciones operacionales juegan un papel importante ya que los microorganismos involucrados requieren condiciones ambientales específicas para su crecimiento y actividad óptima (Moreno-Rodríguez *et al.*, 2007). Los parámetros de operación pueden ser físicos, como la temperatura, mezclado, pH y sólidos totales y volátiles; químicos, como la alcalinidad total, producción de biogás, nitrógeno orgánico y total, fosfatos, sulfuros, AGVs, DBO, DQO, Ni, Co, Cu, y Fe; o biológicos, tales como huevos de helminto, coliformes fecales y totales (CONAGUA, 2016). Los límites de algunos de estos parámetros se muestran en la Tabla 3.3.

- ➤ Temperatura: La velocidad de reacción de los procesos biológicos depende de la velocidad de crecimiento de los microorganismos involucrados que, a su vez, dependen de la temperatura. A medida que aumenta la temperatura, aumenta la velocidad de crecimiento de los microorganismos y se acelera el proceso de digestión, dando lugar a mayores producciones de biogás (FAO, 2011). El rango mesofílico comprende temperaturas de 25 a 40°C con un óptimo de 30-35°C. Por otra parte, la digestión termofílica opera a rangos de 50-65°C (Bitton, 2005). A causa de su lento crecimiento, comparadas con las acetógenas, las bacterias metanogénicas son muy sensibles a pequeños cambios de temperatura, por lo que variaciones de unos cuantos grados centígrados afectan el proceso (Amani, et al., 2010).
- ➤ pH: La mayoría de las bacterias metanogénicas funcionan en un rango de pH entre 6.7 y 7.4, pero el óptimo es de 7.0-7.2. Los valores de pH bajos reducen la actividad de estos microorganismos, provocando la acumulación de ácido acético y H₂. De

hecho, el proceso puede empezar a fallar si el pH está cerca de 6.0 (Bitton, 2005). En el caso de las bacterias acidogénicas, el pH óptimo está entre 5.0 y 6.5. Por tanto, para cultivos mixtos el pH de un reactor debe mantenerse en un intervalo de 6.8 a 7.4. Si este parámetro, se mantiene en el intervalo señalado, se considera que existe una actividad bioquímica balanceada. Cabe señalar que el valor del pH en el digestor no solo determina la producción de biogás si no también su composición. Su influencia sobre la producción de metano se relaciona principalmente con la concentración de AGVs provenientes de la fase acidogénica (Moreno-Rodríguez *et al.*, 2007; Mantilla-Morales, 2017).

- ➤ Tiempo de retención hidráulico (TRH): Es el cociente entre el volumen y el caudal, es decir, el tiempo medio de permanencia del influente en el reactor, sometido a la actividad de los microorganismos. Los TRH de los digestores meso y termofílicos, están en el rango de 25 a 35 d (IDAE, 2007; Metcalf y Eddy, 2013). El tiempo de retención, junto con la velocidad de carga orgánica determinada por el tipo de sustrato, son los principales parámetros de diseño y, por lo tanto, definen el volumen del digestor (FAO, 2011).
- ➤ Carga orgánica volumétrica (COV): Es la cantidad de materia orgánica introducida por unidad de volumen y tiempo. Valores bajos implican baja concentración en el influente y/o elevado tiempo de retención. En ocasiones, un incremento en la COV implica una reducción en la producción de biogás (Sosa, Chao y del Río, 1999; IDAE, 2007; Martín *et al.*, 2015). Sin embargo, altas COV fomentan la generación de considerables concentraciones de acetato por parte de las bacterias fermentadoras (Ferrer y Pérez, 2010). La tasa de COV para un digestor con buen mezclado y calentamiento se encuentran en el rango de 1.6-3.2 kgSV·m⁻³·d⁻¹ (CONAGUA, 2016).
- ➤ Nutrientes: Además de una fuente de carbono orgánico, los microorganismos requieren de macronutrientes como nitrógeno (N) y fósforo (P) y micronutrientes como lo son los elementos traza tales como fierro (Fe), cobalto (Co), molibdeno (Mo) y níquel (Ni) (Speece, 1983). Sin embargo, una de las ventajas de los procesos de digestión anaeróbica, frente a los procesos aeróbicos, es su baja necesidad de nutrientes derivada de los bajos índices de producción de biomasa que presentan los microorganismos anaeróbicos (FAO, 2011).
- ➤ Alcalinidad: Durante el proceso de degradación de la materia orgánica y la consiguiente generación de biogás, algunos productos gaseosos se disuelven en la fase líquida, como es el caso del dióxido de carbono (CO₂), que se disocia en ion bicarbonato (HCO₃-) y en iones hidrógeno (H⁺), los cuales tienen un efecto ácido. Este efecto puede amortiguarse ante la presencia de alcalinidad debida precisamente a los iones bicarbonato, por lo que si el agua no contiene suficiente alcalinidad es necesario

- adicionarla (López-Hernández *et al.*, 2017). Para asegurar la capacidad tampón y evitar la acidificación es recomendable una alcalinidad superior a 1,500 mg·L⁻¹ CaCO₃ (IDAE, 2007).
- ➢ Ácidos grasos volátiles: este parámetro es uno de los más utilizados para el control del proceso debido a su rápida respuesta ante variaciones del sistema. Cuando la relación simbiótica entre acidógenos y metanógenos se rompe, los AGV se acumulan. Al igual que con el sulfuro y el amoníaco, las formas no ionizadas de AGV inhiben la actividad de las bacterias metanogénicas al presentar concentraciones de 30-60 mg·L⁻¹. Por lo tanto, un aumento en la concentración AGVs en el sistema, implica una desestabilización del proceso y, en consecuencia, una disminución de la producción de biogás (FAO, 2011; Bajpai, 2017).
 - ➤ DQO: Es una medida para expresar la concentración contaminante mediante la cantidad de oxígeno consumido para la oxidación de la materia. El consumo o destrucción de DQO en el reactor anaerobio se relaciona directamente con la producción de metano (Bougrier *et al.*, 2005; Gliniak *et al.*, 2018). Durante la digestión anaerobia, la DQO puede dividirse en tres fracciones principales:
 - 1) Compuestos fácilmente biodegradables que entran fácilmente en la cadena del proceso.
 - 2) Compuestos de difícil degradación, para lo cual los microorganismos necesitan un período de adaptación.
 - 3) Compuestos orgánicos inertes o recalcitrantes que son posibles de biodegradarse (López-Hernández *et al.*, 2017).
 - ➤ Sólidos totales y volátiles (ST, SV): Los ST son aquellos que permanecen en una cápsula después de evaporar y secar una muestra a una temperatura de 105°C ± 2°C. La fracción remanente corresponde al contenido de ST tanto orgánicos como inorgánicos, y la fracción evaporada al contenido de agua (NMX-AA-034-SCFI-2015). Por otro lado, los SV indican la parte de materia orgánica que se volatiza durante la incineración a temperaturas mayores de 500°C. Además, estos contienen los compuestos orgánicos que teóricamente se convierten en metano (Sosa, Chao y del Río, 1999).
 - ➤ Sulfuros: Los compuestos sulfurosos pueden inhibir directamente la digestión anaerobia ya que las bacterias sulfatoreductoras crecen óptimamente con sulfatos y sulfuros y suprimen las reacciones de la metanogénesis (Chen et al., 2008 en Amani et al., 2010). Por ejemplo, en presencia de sulfatos se generan concentraciones considerables de acetato lo cual favorece el crecimiento de dichas bacterias. Con ello, existe una competencia entre estos y los metanógenos acetoclásticos. Sin embargo, debido al bajo crecimiento de los metanógenos, estos se encuentran altamente

desfavorecidos, por lo tanto, no habría mayor producción de CH₄ (Ferrer y Pérez, 2010).

➤ Nitrógeno amoniacal: El nitrógeno amoniacal es la suma del ion amonio (NH₄⁺) y del amoníaco (NH₃). Ambas especies se encuentran en equilibrio químico, y la concentración relativa de cada una depende del pH. El amoniaco puede estar presente en las materias primas que entran al digestor o ser producido durante la degradación anaerobia de compuestos orgánicos nitrogenados tales como proteínas o aminoácidos. Aunque el nitrógeno amoniacal es un nutriente importante para el crecimiento bacteriano, una concentración excesiva puede limitar su crecimiento (FAO, 2011).

El pH, la alcalinidad total, concentración de AGVs, DQO, los sólidos totales y volátiles, así como la producción de gas, se consideran parámetros de respuesta primarios ya que con ellos se puede evaluar el funcionamiento del reactor anaerobio (CONAGUA, 2016). En la Tabla 3.3 se muestra el rango de valores de los parámetros de operación de la digestión anaerobia.

Tabla 3.3. Condiciones óptimas para la operación de digestores anaerobios.

| Parámetro | Unidades | Óptimo | Máximo |
|------------------------|---------------------------------------|---------------|-------------|
| Ác. grasos volátiles | mg·L-1 de ác. acético | 50 - 500 | 500 - 2000 |
| Carga orgánica | kg SV m ⁻³ d ⁻¹ | 0.8 - 2.0 | 0.4 - 6.4 |
| Temperatura | $^{\circ}\mathrm{C}$ | 32 - 37 | 20 - 42 |
| pН | | 6.8 - 7.4 | 6.3 - 7.9 |
| DQO: N:P | | | |
| Residuos de alta carga | | 1000:7:1 | NL |
| Relación C: N | | 25:1 | NL |
| Alcalinidad | mg CaCO ₃ ·L ⁻¹ | 1,300 - 3,000 | 1,000-5,000 |
| TRS | días | 12-20 | 7-30 |
| Composición del biogás | | | |
| Metano | % volumen | 65 - 70 | 60 - 75 |
| Dióxido de carbono | % volumen | 30 - 35 | 25 - 40 |

^{*}NL: No limitado. (Tomada y modificada de Amani et al., 2010).

3.5.5. Producción de biogás a partir de la digestión anaerobia

Actualmente, la creciente actividad y crecimiento poblacional del ser humano amenaza su propia existencia con problemas como el cambio climático, la desertificación, el estrés hídrico y la degradación de los ecosistemas (ONU, 2017). Esto lo ha obligado a utilizar tecnologías amigables con el ambiente basadas en la utilización de energías renovables.

El biogás puede ser producido a partir de una gran variedad de materias primas y puede utilizarse para servicios energéticos como calor, combinación de electricidad y calor, o como combustible tanto a nivel industrial como doméstico. Su explotación ha contribuido a impulsar el desarrollo económico sostenible y ha proporcionado una fuente energética renovable alternativa al carbón y el petróleo. Por ello, tarde o temprano en países desarrollados inevitablemente reemplazará a los combustibles fósiles debido a su creciente estilo de vida con alta demanda energética (Zhang, 2010; FAO, 2011). Algunas ventajas del uso de 1 m³ de biogás totalmente combustionado:

- Generación de 1.25 kw·h⁻¹ de electricidad.
- Generación de 6 h de luz equivalente a un foco de 60 W.
- Poner a funcionar un refrigerador de 1 m³ de capacidad durante 1 h.
- Hacer funcionar un motor de 1 caballo de fuerza durante 2 h.

Asimismo, con esta cantidad es posible evitar la deforestación de 0.335 ha de bosque con un promedio de 10 años de vida de los árboles (Sasse 1989 en Sosa, Chao y del Río, 1999). Dentro de las trazas de otros gases que contiene el biogás, es posible encontrar una variedad de gases contaminantes como sulfuro de hidrógeno (H₂S) y otros compuestos sulfurados, vapor de agua, siloxanos, halógenos, nitrógeno, mercaptanos y ocasionalmente compuestos orgánicos volátiles, cuya presencia y composición dependen del tipo de sustrato a partir del cual el biogás fue generado (IDAE, 2007; Mantilla-Morales, 2017). La composición del biogás y sus características se presentan en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4. Composición y características del biogás.

| | 55 – 70% metano |
|----------------------------|--|
| Composición | 30 – 45% dióxido de carbono |
| | <5% Trazas de otros gases |
| Contenido energético | $6.0-6.5 \text{ kW}\cdot\text{h}\cdot\text{m}^{-3}$ |
| 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 | $1.2~\mathrm{kg}\cdot\mathrm{m}^{-3}$ |
| Olor | Huevo podrido (el olor del biogás desulfurado es imperceptible) |

Fuente: Deublein v Steinhauser, 2008 en Mantilla-Morales, 2017.

Durante las últimas dos décadas, la biomasa ha sido la fuente de energía renovable más común utilizada, de ahí la importancia de sacarle un provecho a los lodos residuales (Pilli *et al.*, 2016). Tomando en cuenta la significativa cantidad de investigaciones que evalúan la

eficiencia de la digestión anaerobia para la producción de biogás, se puede concluir que esta aumenta conforme disminuye la carga orgánica. Así también que la máxima producción depende de la composición de la materia orgánica del sustrato y su potencial de las condiciones de operación del digestor y de la presencia de compuestos inhibidores (IDAE, 2007; Mantilla-Morales, 2017). Este gas contiene cerca del 90% de energía y puede quemarse directamente en el sitio para proveer calor a los digestores o transformar la generación de energía calorífica en mecánica o eléctrica según las necesidades existentes en el sitio. (Bitton, 2005; Moreno-Rodríguez et al., 2007). Sin embargo, el manejo del biogás resulta ser relativamente complicado debido a que se tienen que realizar algunos pasos de purificación antes de su almacenamiento (Mantilla-Morales, 2017). En el campo de aguas residuales, los valores típicos de producción de biogás en digestores de lodos son 0.5 a 0.75 m³ CH₄ por kg SSV alimentados o bien 0.75 a 1.12 m³ CH₄ por cada kg SSV eliminados. Esto varía en función del contenido y edad del lodo (IDAE, 2007). En la mayor parte de los procesos utilizados en México se requiere de energía eléctrica, con excepción del proceso anaerobio, de ahí la conveniencia de implementar un sistema de digestión anaerobia en la PTAR. El beneficio principal radica en que la energía producida disminuye los costos de operación, ya que es posible reducir aproximadamente el 24% del volumen de lodos y producir un 25% adicional de energía, por lo que representa una reducción del 30% en el costo anual de manejo y disposición del lodo residual, el cual se estima es de aproximadamente el 45% del gasto anual de una PTAR. Además, como se ha mencionado a lo largo del presente trabajo, coadyuva en la disminución de emisiones a la atmósfera al no utilizar las fuentes convencionales de energía eléctrica (Rojas-Remis y Mendoza-Espinosa, 2012; CONAGUA, 2016).

En 2017, la CONAGUA registró 3,041 PTAR, de las cuales únicamente se tiene registro de 17 que estabilizan de manera anaeróbia los lodos residuales generados y que aprovechan el biogás producido (Tabla 3.5). Las ventajas que se obtienen de esta aplicación son diversas, por ejemplo, la PTAR de León, Guanajuato cuenta con infraestructura para la limpieza y el uso del biogás en la generación de energía eléctrica. Esta inversión le ha permitido generar energía y disminuir en un 40% la tarifa por consumo de energía eléctrica (Mantilla-Morales, 2017).

Tabla 3.5. PTAR en México con estabilización anaerobia de lodos residuales y aprovechamiento del biogás producido.

| PTAR | Estado | Uso de biogás generado |
|---------------------|--------|---|
| La Paz | BCS | Quemador |
| Villa Álvarez | COL | Generación energía eléctrica |
| Chihuahua Norte | CHIH | Quemador |
| Chihuahua Sur | СНІН | Quemador |
| Juárez Norte-Sur | CHIH | Quemador |
| Principal | COAH | Generación energía eléctrica |
| Purísima del Rincón | GTO | Generación energía eléctrica y quemador |
| León | GTO | Generación energía eléctrica |
| Atotonilco | HGO | Generación energía eléctrica |
| Agua Prieta | JAL | Generación energía eléctrica |
| El Ahogado | JAL | Generación energía eléctrica |
| SEAPAL Norte II | JAL | Quemador |
| Acapatzingo | MOR | Quemador |
| Norte | NL | Quemador |
| San Pedo Mártir | QRO | Generación energía eléctrica |
| Tanque tenorio | SLP | Quemador |
| Hermosillo | SON | En prueba de operación |

*Fuente: Mantilla-Morales, 2017.

Tomando en cuenta estas cifras es posible entender porque existe una carencia de guías prácticas de manejo y uso del biogás adaptadas a las necesidades del país (CONAGUA, 2016; López-Hernández, 2017). Durante el 2017 se publicaron manuales técnicos para el aprovechamiento del biogás generado en PTARM a partir de los procesos anaerobios. Los cuales se encuentran disponibles *Energía limpia del agua sucia: aprovechamiento de lodos residuales*, realizado en conjunto por la Secretaría de Energía y el Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA), y la *Guía técnica para el manejo y aprovechamiento de biogás en plantas de tratamiento de aguas residuales* elaborada por el Instituto de Ingeniería de la UNAM y otras instituciones internacionales. Ambos documentos se realizaron con el compromiso de reducir la emisión de GEI e impulsar el desarrollo sustentable a través del aprovechamiento energético de recursos renovables, como lo es el biogás generado a partir de residuos urbanos.

3.6. Métodos para el pretratamiento de lodos residuales

Las investigaciones en búsqueda de tecnologías económicamente factibles para optimizar el proceso de digestión anaerobia han ido en constante crecimiento durante los últimos 30 años alrededor del mundo. Durante la digestión anaerobia, los largos tiempos de retención, grandes volúmenes de lodo producidos y la constante limitación con la fase hidrolítica, dieron lugar a la necesidad de aplicar un tratamiento previo a este proceso (Pavlostathis y Gossett, 1986; Takashima, 2008; Pilli *et al.*, 2011; Salsabil *et al.*, 2009; Braguglia *et al.*, 2012). Estas limitantes se deben principalmente a la indisponibilidad de materia orgánica y soluble fácilmente biodegradable en el lodo residual crudo, ya que la mayor parte se encuentra compactada entre los microflóculos, agregados de SPE y las membranas celulares microbianas. Estas generalmente contienen intrincados carbohidratos hidrofóbicos en forma de filamentos de glucano reticulados mediante cadenas peptídicas, lo cual causa resistencia sobre la disolución, tensión, deformación, reacción y biodegradación de las células. Por ello la hidrólisis es la fase más lenta de la digestión anaerobia en comparación con las demás, y esto ocurre en mayor grado en lodos activados que en el lodo primario. (Weemaes y Verstraete, 1998; Amani *et al.*, 2010).

Actualmente se han desarrollado un gran número de métodos mecánicos, químicos, biológicos y térmicos, así como sus combinaciones, con el principal propósito de solubilizar y/o reducir el tamaño de los compuestos orgánicos refractarios, y volverlos biodegradables (Tiehm et al., 1997; Bougrier et al., 2005). El mecanismo de los diferentes pretratamientos consiste en la ruptura de la membrana y pared celular de las bacterias presentes en el lodo, proceso denominado comúnmente como desintegración, resultando en la liberación de sustancias orgánicas al exterior de la célula, es decir, a la fase acuosa del lodo. Por ello, estas sustancias pueden ser hidrolizadas fácilmente a sus moléculas unitarias por acción de enzimas extracelulares de microorganismos anaerobios, lo cual conduce a una mejora de la digestión anaerobia ya que es posible alcanzar menores tiempos de retención y mayor producción de biogás (Weemaes and Verstraete, 1998; Wang et al., 1999; Pilli et al., 2011; Anjum et al., 2016; Pilli et al., 2016). La gran mayoría de estos pretratamientos se basan en la destrucción húmeda, es decir, que no se requiere de operaciones de deshidratación precedentes. De ahí el interés en técnicas que se enfoquen en el tratamiento del lodo en la fase acuosa. Además, este tipo de procesos no produce o produce pocos gases nocivos (Weemaes y Verstraete, 1998). Dentro de los métodos más utilizados para el pretratamiento de lodo está el térmico. Este promueve la eficiencia de la digestión anaerobia suscitando la solubilización parcial de los sustratos durante la hidrólisis (Mudhood, 2012). Sin embargo, presenta como gran desventaja que las temperaturas mayores a 180°C pueden conducir a la generación de materiales refractarios e inhibidores intermediarios recalcitrantes, los cuales decrecen la biodegradabilidad (Wilson y Novak, 2009 en Sarvenoei et al, 2018).

Por otro lado, los métodos químicos que incluyen tratamientos ácidos o alcalinos, oxidación de ozono y el uso de detergentes y sales, resultan ser efectivos. Sin embargo, presentan un grave problema con la alteración del pH de los lodos con cambios drásticos de valores neutros a alcalinas o ácidas (Zhang, 2010; Mudhood, 2012). Las altas temperaturas y la duración del pretratamiento son dos factores de operación importantes. Esto se debe, entre otras cosas, al elevado consumo energético, sin embargo, en algunos casos es posible compensarlo con el biogás producido. También es necesario comparar los distintos tipos de pretratamiento para elegir el más económico y de menor impacto ambiental al momento de la disposición del lodo (Pilli *et al.*, 2011).

3.6.1. Ultrasonicación como pretratamiento de lodos residuales

Pilli y colaboradores (2011), resumen de manera clara el mecanismo de la ultrasonicación: "La ultrasonicación es una tecnología mecánica que produce ondas cíclicas de presión sonora (compresión y expansión) con frecuencias mayores a 20 kHz. Cuando estas ondas se propagan en el lodo, se generan compresiones y rarefacciones. Los ciclos de compresión ejercen una presión positiva en el líquido empujando a las moléculas juntas. Por otro lado, las rarefacciones ejercen presiones negativas tirando a las moléculas unas de otras. A causa de esta excesiva presión negativa se forman unas microburbujas, denominadas burbujas de cavitación, en las regiones de rarefacción. Estas crecen en ciclos sucesivos y alcanzan un diámetro inestable, provocando un colapso violento que produce ondas de choque, las cuales presentan temperaturas alrededor de los 1,000°C y presiones de 500 atmósferas en tan solo microsegundos. Este proceso, en el cual se forman las microburbujas aumentan de tamaño y posteriormente colapsan, se conoce como cavitación." Las frecuencias de 20 a 40 kHz son las más frecuentemente utilizadas ya que los ultrasonidos de bajas frecuencias crean burbujas de cavitación más grandes y, por lo tanto, generan fuerzas de corte hidrodinámicas más potentes, lo cual optimiza la desintegración del lodo (Tiehm et al., 1997; Zhang et al., 2007; Pilli et al, 2011; Braguglia et al., 2012). La lisis ultrasónica es una técnica de disrupción celular que ha sido utilizada en el campo de la bioquímica por muchos años (Wang et al., 1999). Por ello, las investigaciones relacionadas con el uso de la ultrasonicación y lodos activados se han investigado desde hace más de 20 años. Los investigadores han utilizado esta técnica para diferentes objetivos debido principalmente a las implosiones de las microburbujas generadas por las ondas ultrasónicas (Chu et al., 2001).

Williams y colaboradores (1970), supusieron que las fuerzas de corte hidrodinámicas generadas fueron lo suficientemente fuertes para romper los flóculos del lodo sin causar pérdidas en la viabilidad de los componentes celulares y de esta manera evaluaron el tipo y cantidad de bacterias presentes para entender mejor el proceso en lodos activados. Los autores encontraron que con la sonicación aumentó significativamente el número de células

bacterianas libres en comparación con las muestras sin tratamiento y el número de estas fue mayor utilizando mayores tiempos de sonicación.

Otros autores como Banks y Walker (1976) aplicaron diferentes intensidades de sonicación y variaron cortos períodos de inducción (20 a 240 s) a fin de obtener la liberación de bacterias en el interior de los flóculos del lodo sin dañarlos. La mayor liberación de microorganismos viables se alcanzó entre los 80 y 100 s de sonicación. Los autores observaron que las cantidades obtenidas estuvieron relacionadas con la potencia, el tamaño de la muestra y la concentración de sólidos. Por ello, el hecho de que el rompimiento de los flóculos dependió más de la intensidad de inducción que de la duración de sonicación, sugirió que los flóculos pudieron caracterizarse por la energía de unión de sus partículas, por lo tanto, estas deben ser superadas para que el rompimiento pueda lograrse. Continuamente los objetivos de la inducción de ultrasonicación en lodos residuales han continuado expandiéndose (Ver Tabla 3.6).

En otro estudio realizado por King y Forster (1990), se evaluaron los efectos de la ultrasonicación sobre la sedimentación, filtrabilidad y tamaño de partículas del lodo. Lo autores reportaron que en las muestras sin sonicar se encontraban grandes flóculos porosos con algunos protozoarios y muy pocos microorganismos entre estos. Sin embargo, al aumentar la potencia a 45 W·min⁻¹ obtuvieron efectos más pronunciados ya que el rompimiento de los flóculos fue muy evidente y generó un gran número de organismos libres en la fase líquida. Del mismo modo, el incremento de la potencia de ultrasonicación condujo a un significativo aumento en el número de pequeñas partículas de lodo, con un tamaño de 4-8 μm, el cual es mucho más pequeño en comparación con los 220 y 120 μm que normalmente miden las partículas de lodos activados. Esto claramente demostró los efectos de la lisis ultrasónica.

Tabla 3.6. Otros usos de la ultrasonicación con lodos residuales

| Objetivo | Sustrato | Vol. tratado (mL) | Frecuencia (kHz) | Tiempo sonicación (min) | Potencia de entrada | Resultados | Autores |
|--|---|-------------------------|---------------------|-------------------------------|------------------------------------|---|--|
| Disrupción de flóculos. Cambios en sedimentación y turbiedad | Lodos activados | 0.25 | 20 | 5-30 | NE | Cambios significativos en la estructura de flóculos. Mayor número de células bacterianas libres sin afectar su viabilidad. Mayor sedimentación y turbiedad a mayor tiempo de sonicación | Williams <i>et al.</i> , 1970 |
| Liberación bacterias dentro de flóculos sin daños | Licor mezclado de lodos activados | 125 | NE | 20-240 s | NE | Liberación de mayor numero de bacterias viables con 80 y 100 s y mayor potencia, así como mayor temperatura | Banks y Walker, 1976 |
| Cambios en la filtrabilidad y sedimentación del lodo | Lodos activados | 100 | 20 | NE | 0-140 W·min ⁻¹ | Deterioro en la filtrabilidad y sedimentación con altas concentraciones de SS y cambio del color del sobrenadante | King y Forster, 1990 |
| Evaluación desintegración del lodo | Mezcla 53% primario- 47% secundario | NE | 31 | 10-96 s | 3.6 kW | Reducción significativa del tamaño de sólidos. De 165 a 135 μm después de 29.5 s, y a 85 μm después de 96 s | Tiehm <i>et al.</i> , 1997 |
| Efecto intensidad y tiempo de sonicación sobre propiedades físicas, químicas y biológicas | Lodos activados | 250 | 20 | 20-120 | 0.11-0.44 W·mL ⁻¹ | Flóculos más pequeños y menos bacterias viables a mayores intensidades. Sin efectos significativos en la deshidratación del lodo. | Chu et al., 2001 |
| Efectos físicos en flóculos del lodo. | Lodos activados residuales | 500 | 20 | NE | 0-15,000 kJ·kg ST ⁻¹ | Con 14,550 kJ·kg ST ⁻¹ las partículas de 1 µm ocuparon 1.5% del volumen total, mientras que, sin sonicación, el 0.1%. Bajas ES redujeron el tamaño de flóculos. Altas ES rompieron flóculos y células. | Bougrier, Carrère y Delgenès, 2005 |

Las investigaciones relacionadas al uso de ultrasonicación sobre lodos residuales indican que las fuerzas de corte generadas a partir de las burbujas de cavitación desintegran la estructura de los flóculos presentes. De la misma forma, la temperatura localizada y los gradientes de altas presiones rompen las paredes celulares de los microorganismos para transformar una porción de la materia orgánica particulada en forma soluble, además de que se liberan las moléculas intracelulares (Tiehm et al., 1997; Weemaes y Verstraete, 1998; Mao y Show, 2006; Pilli et al., 2011; Sri Bala et al., 2011). Los efectos mencionados son los que se denominan desintegración del lodo. Los mecanismos durante la ultrasonicación son los siguientes:

- Fuerzas de corte hidrodinámicas.
- Efectos oxidantes de radicales OH, ·H, N, y O producidos durante la radiación ultrasónica.
- Incremento de la temperatura.

Las altas temperaturas producidas por el colapso de las microburbujas (implosión) descomponen el agua en átomos de hidrógeno extremadamente reactivos (H⁺) y radicales hidroxilo (·OH), siendo estos los que producen un mayor efecto. Durante la fase de enfriamiento, estos radicales se recombinan para formar peróxido de hidrógeno (H₂O₂) e hidrógeno molecular (H₂) (Riesz *et al.*, 1995 en Pilli *et al.*, 2011; Tiehm *et al.*, 2000; Grönroos *et al.*, 2005; Khanal *et al.*, 2007). Considerando que el efecto de la temperatura produce baja solubilización del lodo a partir de valores mayores a 80°C durante una hora, así como un bajo grado de desintegración, indica que el efecto de la desintegración del lodo ocurra generalmente de dos maneras; 1) por las fuerzas de corte hidrodinámicas en su mayoría y, 2) por el efecto de oxidación de los radicales ·OH (Pilli *et al.*, 2011). Los principales efectos de la sonicación sobre los lodos residuales reportadas por diversos autores (Banks y Walker 1976; King y Forster 1990; Bougrier *et al.*, 2005; Salsabil *et al.*, 2009; Zhang, 2010) son:

- Reducción del tamaño de flóculos y partículas del lodo.
- Rompimiento de membranas celulares microbianas.
- Solubilización y liberación de componentes orgánicos.
- Reducción de la etapa hidrolítica.
- Menores tiempos de retención en la digestión anaerobia.
- Optimización de la biodegradabilidad y, por ende, la producción de biogás.
- Incremento del porcentaje de metano en el biogás.
- Ausencia de adición de químicos.
- Optimización de la deshidratación del lodo.
- Mejoramiento de la calidad del biosólido.

Para el grado de desintegración del lodo es necesario analizar los cambios en las propiedades físicas de los mismos: distribución del tamaño de partículas, turbiedad, sedimentabilidad, composición de la masa y examinación microscópica; biológicas: incremento de la DQO soluble, concentración de proteínas, contenido de polisacáridos en el sobrenadante, y liberación de NH₃; y biológicas: conteo de heterótrofos y tasa específica de consumo de oxígeno (Pilli et al., 2011). Se ha observado que la UL está influenciados por tres factores: suministro de energía, frecuencia ultrasónica y la naturaleza del influente (Müller et al., 2001 en Bougrier, Carrère y Delgenès, 2005; Grönroos et al., 2005; Pilli et al., 2011; Azman et al., 2020). En cuanto al desempeño de la ultrasonicación como pretratamiento de la digestión anaerobia, también cuenta con basta bibliografía, tanto a escala laboratorio como piloto (Tiehm et al., 2000; Houtmeyers et al., 2014) e incluso a gran escala (Hogan et al., 2004; Zhang et al., 2007). Además, existen variaciones al tema. Por ejemplo, Salsabil et al., (2009), evaluaron el efecto de la desintegración de lodos mediante sonicación sobre la digestión aerobia y anaerobia de estos. Como resultados obtuvieron que la digestión del lodo, en términos de reducción de sólidos, no se observó favorecida bajo condiciones aerobias en comparación con las anaerobias, siendo estas 10% mayores a las primeras. Los autores atribuyeron el comportamiento del tratamiento aerobio únicamente al efecto del pretratamiento, mientras que para el anaerobio fue tanto a este como al proceso de digestión. Existe un alto grado de investigación y desarrollo respecto a la UL de lodos, lo cual indica que es un mecanismo operacionalmente confiable. Igualmente, es fácil de implementar en cualquier PTAR y en comparación con el resto de los pretratamientos y es considerado uno de los métodos más poderosos para el rompimiento de flóculos y membranas celulares del lodo (Weemaes y Verstraete, 1998).

En la Tabla 3.7 se resumen algunos resultados de remoción de materia orgánica utilizando la ultrasonicación como tratamiento previo a la digestión anaerobia variando distintas condiciones de operación del pretratamiento tales como potencia de UL, concentración de sólidos, EE suministradas, tiempos de sonicación, etc.

Si bien la UL presenta grandes ventajas, su principal desventaja es, hasta la fecha, el alto consumo de energía por parte del equipo (Kim y Lee, 2011; Qu *et al.*, 2020). Lo anterior fue demostrado por Azman *et al.* (2020), quienes realizaron un análisis costo-beneficio básico para el proceso a escala laboratorio en el cual se observó que la demanda energética para la desintegración del lodo utilizando inducciones de energías específicas menores a 10,000 kH·kg ST⁻¹ fue mayor que la que podía ser recuperada del biogás producido adicionalmente mediante la digestión anaerobia. Por lo tanto, y cómo se ha mencionado a lo largo del presente trabajo, es necesario continuar con la búsqueda de técnicas lo más sustentables posibles y económicamente viables para así reducir el impacto ya existente con la creciente generación de lodos residuales.

Tabla 3.7. Investigaciones relacionadas al uso de ultrasonicación en la digestión anaerobia de lodos residuales.

| Objetivo | Sustrato | Contenido ST | Vol. tratado (mL) | Frecuencia (kHz) | Tiempo sonicación (min) | Potencia de entrada | TRS (días) | Resultados | Autores |
|---|---|-------------------------|-------------------------|---------------------|-------------------------------|---|---------------------|--|-------------------------------------|
| Solubilización del lodo y producción de CH ₄ | Lodo activado residual | 3.3-4.0% | 100 | 9 | 10-40 | 2.0 W·mL ⁻¹ | 1-11 (operación) | Mayor concentración proteínas y carbohidratos, y 37% mayor remoción SV con 30 min. Aumento DQOs 98%. 64% mayor producción CH ₄ a los 11 d. | Wang <i>et</i> <i>al.</i> , 1999 |
| Efecto en desintegración y degradación de lodos residuales | 53% lodo primario y 47% lodo de exceso | 27.8 g·kg ⁻¹ | NE | 31 | 10-96 s | 3.6 kW | 22, 16, 12 y 8 | Aumento DQOs 72% con 96 s de UL. 9% mayor remoción SSV con TRS de 22 d. Mayor producción biogás a menores TRS | Tiehm <i>et al.</i> , 2000 |
| Aumentar DQOs y producción de CH ₄ | Lodo secundario | 2.45% | NE | 22 y 40 | 5-30 | 3,000- 15,000 kJ·kg TS ⁻ | 19 (operación) | Aumento 68% DQOs con 15,000 kJ·kg TS ⁻¹ por 30 min. Producción CH ₄ 17 veces mayor con 10 min | Grönroos et al., 2005 |
| Reducción TRH | Lodo secundario | 2.48% | NE | 20 | 1 | 0.18, 0.33 y 0.52 W·mL ⁻¹ | 2, 4 y 8 | %S de 7%, 93% mayor remoción SSV con 0.52 W·mL ⁻¹ y 8 d de TRH. Mayor contenido de CH ₄ y | Mao y Show, 2006 |

| | | | | | | | | producción biogás | |
|---|--|---------------------------------------|--------------|----------|-------------------------------|---|--------------------|--|------------------------------|
| | | | | | | | | con menores TRH. | |
| Aumento DQOs lodo primario y secundario de curtidurías. Optimización co- digestión anaerobia. | Lodo primario y secundario de curtiduría | 35–37 y 19–21 g·L ⁻¹ | 250 | 20 | 0.5-5 con pausas de 1 s | 230 V | 45 (operación) | TC óptimo de 2 y 1 s para primario y secundario; incremento DQOs 85% y 97%, producción biogás 45 y 53% mayor, respectivamente | Sri Bala et al., 2011 |
| Comparación rendimiento de DA con 20 y 200 kHz | Lodo secundario | 2.5-3.0% | 300 y 500 | 20 y 200 | NE | 4,500- 6,000 y 20,000- 25,000 kJ·kg ST- | 20 (operación) | Mejores resultados con 20 kHz y menores EE. Aumento 89% DQOs. 73% mayor %R DQOs. 37% mayor producción biogás | Braguglia et al., 2012 |
| Efectos sobre la biometanización del lodo | Mezcla lodo residual primario y secundario | 132 g·kg ⁻¹ | NE | NE | 45 | 775 J·g SV ⁻¹ | 15, 30, 45 y 60 | Óptimo de 45 min de UL, aumento concentración N. Remoción SSV del 81%, 27% mayor producción CH ₄ | Martín et al., 2015 |
| Evaluación efecto UL como pretratamiento | Digestato de estiérol | 90 g·kg ⁻¹ | 750 | 20 | NE | 1,500 y 3,000 kJ·kg ST ⁻ | 20 y 30 | Incremento producción CH ₄ 18% y mayor producción biogás con menor EE | Azman et al., 2020 |

^{*}Todos los resultados son en comparación con el control y en digestores *batch*. Las potencias de entrada se reportan en términos de EE o densidad ultrasónica. NE: No especifica.

3.6.2. Campo magnético como pretratamiento de lodos residuales

El campo magnético (CM) es una magnitud vectorial que puede ser producido por una carga puntual en movimiento o un conjunto de cargas en movimiento, es decir, una corriente eléctrica (Martín-Blas y Serrano-Fernández, 2014). Este campo se puede observar por las líneas de inducción o flujo (Ford y Sears, 2004). A diferencia de las líneas de campo eléctrico, las líneas de flujo magnético no tienen puntos de origen. Pareciera que las líneas se originan en el polo norte y terminan en el polo sur; no comienzan ni se detienen en medio del espacio, forman circuitos continuos que pasan a través de una barra metálica (Tippens, 1992; Cutnell y Johnson, 1999). En el Sistema Internacional, su unidad es el tesla (T). Este se define como el campo magnético que ejerce una fuerza de 1 newton (N) sobre una carga de un culombio (C) y que se mueve a velocidad de 1 m·s⁻¹ dentro del CM y perpendicularmente a las líneas de flujo generadas (Martín-Blas y Serrano-Fernández, 2014). El CM es típicamente generado por el uso de imanes permanentes. Un imán permanente es un material que puede proporcionar un flujo magnético cuando se magnetiza con la aplicación de un CM (IMA, 2018). Estos están típicamente hechos de sinterizadores magnéticos, imanes de neodimio, óxidos de hierro sinterizados cerámicos, o imanes de plástico hechos de compuestos de aluminio, níquel y cobalto (Al-Ni-Co) (Drzewicki et al., 2017). Los imanes se caracterizan por un diseño simple. La mayor ventaja de aplicación de estos es la falta de necesidad de cualquier tipo de suministro de energía, y que la intensidad de la inducción del campo magnético no se debilita con el tiempo (Zieliński et al., 2018). El creciente interés de los investigadores sobre el uso de imanes permanentes y su uso para la protección del medio ambiente se debe principalmente a que representan una tecnología con las siguientes características (Krzemieniewski et al., 2004; Tomska y Wolny, 2007; Guan et al., 2017; Chen et al., 2019; Ren et al., 2018; Sarvenoei et al., 2018; Zieliński et al., 2018; Qu et al., 2020; Zhao et al., 2020):

- Bajo consumo energético.
- Ausencia de utilización de químicos.
- Sin contaminantes secundarios.
- Bajo costo.
- Simple mantenimiento, por lo cual pueden operar eficientemente durante años.
- Utilización en sistemas tecnológicos sin la necesidad del período de adaptación.

Generalmente todos los organismos tienen su propio magnetismo. Por lo tanto, la adición de un campo magnético puede afectar su organización y metabolismo. Esto se denomina efecto biológico magnético (Moore, 1979 en Liu *et al.*, 2008). En 2003, Rosen clasificó las intensidades de flujo magnético con base en los efectos biológicos que ocasiona:

- Oébiles → <1 mT.</p>
- Moderados \rightarrow 1 mT 1T.
- Intenso \rightarrow 1-5 T.
- o Muy intenso \rightarrow 5 T.

Desde los años 60s se han investigado ampliamente los efectos de la adición de un CM en microorganismos, sin embargo, su aplicación en el campo de las aguas residuales comenzó aproximadamente a principios de este siglo (Tomska y Wolny, 2007; Liu et al., 2008). Por lo que entonces, había una escasa información disponible sobre el efecto de CM en aguas residuales. Yavuz y Celebi (2000), mencionan que la mayoría de la escasa información relacionada estaba enfocada en la separación de sólidos o microorganismos en el efluente. A partir de entonces, se han publicado múltiples investigaciones relacionadas al efecto de la inducción de un CM sobre los procesos biológicos para el tratamiento de aguas residuales. Los principales efectos biológicos son la alteración del crecimiento microbiano, y la habilidad de biodegradación de distintos sustratos (Ji et al., 2009; Filipic et al., 2012; Kr'iklavová et al., 2014; Zielinski et al., 2017; Zaidi et al., 2019). Asimismo, se ha reportado el aceleramiento del arranque de los sistemas de tratamiento (Tomska y Wolny, 2007; Ji et al., 2010; Zielinski et al., 2018). También se ha observado que la inducción del CM tiene un efecto en algunas propiedades de los líquidos como son: tensión superficial, densidad, viscosidad, y humectabilidad de sustancias sólidas (Drzewicki et al., 2017; Zielinski et al., 2018). Esto resulta en cambios de la estructura molecular del líquido, polarización y arreglo de partículas y, finalmente, en cambios del potencial eléctrico (Krzemieniewski et al., 2004).

La mayoría de los estudios concluye que CM de bajas intensidades tienden a beneficiar el crecimiento bacteriano, mientras que las de alto nivel pueden presentar efectos negativos (Ji et al., 2010; Wang et al., 2012; Kr'iklavová et al., 2014; Dębowski et al., 2016; Gliniak et al., 2018., Ren et al., 2018). Esto es posible de explicar con el hecho de que cada organismo tiene un nivel único de susceptibilidad magnética. Por ello, su comportamiento y efecto biológico será positivo o negativo, dependiendo de la especie o cepa bacteriana (Filipic et al., 2012; Drzewicki et al., 2017), así como de la intensidad de inducción de CM (Liu et al., 2008). Por ejemplo, Ji et al., 2010 investigaron el efecto del CM de imanes permantes sobre la actividad de lodos activados de dos diferentes PTAR. A pesar de que en términos de remoción de DQO los resultados fueron similares, el comportamiento entre los lodos de cada planta varío debido al diferente contenido de materia orgánica y biomasa presente. La mayor tasa de remoción en una planta fue de 39.4%, y en la otra, de 41.7%. Por otro lado, Filipic et al. (2012), evaluaron el efecto de un CM de baja intensidad sobre el crecimiento y actividad enzimatica de E. coli y Pseudomonas putida, ya que son bacterias que comúnmente se encuentran en las PTAR. Los autores reportaron que intensidades magnéticas mayores a 17 mT influyeron negativamente en el crecimiento bacteriano, sin embargo, la inhibición fue reversible después de que la exposición terminó. Además, observaron que el CM tuvo un efecto positivo en actividades enzimáticas y en los niveles de ATP de ambas bacterias. Durante los últimos 10 años, la aplicación de materiales magnéticos permanentes durante el proceso de tratamiento de aguas residuales ha tenido variaciones que han presentado resultados prometedores tanto en la degradación de materia orgánica, como en la remoción de N, deshidratación del lodo (Tomska y Wolny, 2007; Liu et al. 2008), aceleramiento de la granulación (Zhang et al., 2012), aceleración del proceso de sedimentación (Zielinski et al., 2018) y eliminación de bacterias filamentosas en el proceso de lodos activados (Drzewicki et al., 2017; Zaidi et al., 2019). Algunas investigaciones relacionadas al efecto de CM en el tratamiento de aguas residuales se muestran en la Tabla 3.8.

Tabla 3.8. Usos del campo magnético en el tratamiento de aguas residuales.

| Objetive | Custosto | Tipo | Intensidad | Tiempo | Dispositivo | Resultados | Automog |
|---|---|-------------|---|---|-------------------------------------|---|-----------------------------|
| Objetivo | Sustrato | tratamiento | CM (mT) | inducción | magnético | Resultados | Autores |
| Efecto en actividad y crecimiento de microorganismos en estado libre en lodos activados variando el pH (6.0-8.5), corriente alterna y directa | Glucosa (agua sintética) | Aerobio | 8.9-46.6 | Modo pulsado: 2 s prendido/2s apagado por 40 min | Solenoide de alambre de cobre | Remoción del agua sintética de 44% y crecimiento de microorganismos con pH 7.5 y 17.8 mT. Intensidades mayores disminuyeron las remociones. Reducción de la fase <i>lag</i> con todas las intensidades magnéticas. | Yavuz y Celebi, 2000 |
| Remoción compuestos orgánicos. Determinación de transformación de compuestos nitrogenados y tasa de sorción de O ₂ de microorganismos nitrificantes | Agua residual sintética de tipo doméstico | Aerobio | 40 | Inducción periódica durante 20 d | Imanes permanentes | Sin diferencias significativas en remoción de DQO. Eliminación compuestos orgánicos de N 10% mayor. Intensificación de tasa de absorción de O ₂ de organismos nitrificantes. | Tomska y Wolny, 2007 |
| Cambios en morfología de cepas de <i>E. coli</i> y <i>Paracoccus</i> denitrificans | | | 10 | 1 h | Solenoide cilíndrico | No se encontraron cambios morfológicos. Las bacterias se mantuvieron vivas con el tratamiento y su actividad no se vio afectada. | Fojt <i>et al</i> . 2009 |
| Efecto del tiempo e inducción de CM y temperatura en viabilidad de <i>E. coli</i> | | | 45 y 450, 1,200, 1,800 y 3,500 | 0-60 min | Imanes permanentes de Nd-Fe-B | Disminución exponencial del número de UFC a mayor tiempo de exposición. Algunas bacterias se adaptaron y otras murieron durante la fase inicial. Daño en la superficie celular. | Ji <i>et al.</i> , 2009 |
| Efectos en actividad de lodos activados variando duración biodegradación (0-60 hrs), intensidad magnética, temperatura (10-50) y pH (3.0-12.0) | Lodos activados | Aerobio | 0-500 | NE | Imanes permanentes circulares | Disminución fase <i>lag</i> de 7.5 a 5.0 h con intensidades de 5 y 20 mT, extención a 10 hrs con 200 y 500 mT. Degradación DQO 1.5 mayor con pre-aclimatación e inducción magnética (20 mT), 30°C, pH 8.0 y 48 hrs para biodegradación. | Ji <i>et al.</i> , 2010 |
| Remoción MO y N con lodos activados magnetizados con aireación continua e intermitente | Aguas residuales | Aerobio | NE | TRS de 3 d | Polvo de magnetita | 91% remoción DQO y 99% nitrato de amonio en promedio, tanto con la aireación continua, como intermitente. | Ying <i>et al.</i> , 2010 |

| Optimización granulación nitrificante aerobia. Influencia en SPE | Lodos activados | Aerobio | 48 | Inducción permanente en diferentes etapas durante 120 d | Imanes permanentes | Acumulación de compuestos férricos. La agregación de estos disminuyó el tiempo total de granulación de 41 a 25 d, así como el de sedimentación. Estimulación producción de SPE. Mejoría en actividad y crecimiento de bacterias oxidantes de nitritos. | Wang <i>et al.</i> , 2012 |
|--|---------------------------------|---------|------|---|--|--|--|
| Efecto combinación CM y floculante de poliacrilamida catiónica (CPAM) para deshidratación del lodo | Lodos secundarios | Aerobio | 0-50 | 30 min | Solenoide de alambre de cobre | Mayor deshidratación y concentración de proteínas y polisacáridos en el sobrenadante utilizando una concentración de 40 mg·L ⁻¹ de CPAM y CM de 40 mT durante 30 min. Reducción del 33.3% de la dosis del floculante. | Bi <i>et al.</i> , 2015 |
| Impacto exposición repetida a corto plazo en células de <i>Rhodococcus erythropolis</i> | Fenol | Aerobio | 370 | 30, 15, 7.5 y 3.5 min | Dispositivo de acero en forma de herradura con imanes de neodimio en los extremos | Degradación de fenol 27-42% más efectiva. Disminución de crecimiento y reproducción a mayor contacto con CM. Aumento población 28% con flujos mayores a 40mL·hr-1. Reducción 50% de la fase lag. Aumento 33% fase de crecimiento exponencial y 13% actividad respiratoria. | Kr [*] iklavová et al., 2014 |
| Caracterización microfauna y comunidad de bacterias filamentosas en lodos activados | Aguas residuales lecheras | Aerobio | 600 | 11 d | Anillos de fritas de cerámica permanentemente magnetizadas | Los filamentos de la bacteria Eikelboom tipo 0092 se acortaron y estaban escondidos dentro de los flóculos del lodo, esto mejoró la sedimentación. En el control los filamentos eran más largos y unían los flóculos en conglomeraciones libres y reticuladas. | Drzewicki et al., 2017 |

| Efectos en actividad y abundancia de bacterias oxidantes de amoníaco (BOA) y toda la comunidad microbiana | Lodos activados | Aerobio | 8.1 | NE | Anillos de fritas de cerámica permanentemente magnetizadas | Mayor concentración de biomasa. Sin diferencias significativas en remoción de DQO y eficiencia de nitrificación, sin embargo, la actividad de las BOA fue 2 veces más rápida. | Zielinski <i>et</i> al., 2017 |
|--|-------------------------------------|---------|--------------------------|-----------------------------------|---|---|-------------------------------|
| Aceleración de la tasa de biodegradación de materia orgánica variando el pH (5.0-7.0) | Aguas residuales industriales | Aerobio | 0-50 | 0-5 min con pausas de 1 min | Bobina de alambre de Cu esmaltado | Mayor remoción DQO y DBO ₅ con pH de 6.5, inducción 40 mT y 4 min de reacción. Valores mayores redujeron las remociones. | Gliniak <i>et al.</i> , 2018 |
| Efecto del CM en sedimentación, eficiencia de coagulación y deshidratación del lodo utilizando coagulantes a base de Fe y Al | Lodos activados | Aerobio | 600, 1,210- 1,250 | NE | Anillo de imanes de cerámica, imanes de neodimio | Mayor sedimentación con aplicación de magnetos en el bioreactor y sedimentador. Sin efectos al utilizar coagulante a base de hierro y mejoría del 5% con coagulante a base de aluminio. | Zielinski <i>et</i> al., 2018 |
| Efecto en remoción de aceites por <i>Acinetobacter</i> sp. Cambios en morfología de superficie celular, permeabilidad y actividad celular | Aceites | Aerobio | 0,15, 25, 35, 45 o 60 | 0-12 h | Imán permanente de ferrita | Con 25 mT, remoción de aceite del 66% y el control fue 57.5%. Con intensidades mayores a 30 mT la remoción disminuyó. Menores remociones que el control y daños en la superficie celular con 60 mT. | Ren <i>et al.</i> , 2018 |
| Determinación de diferencias morfológicas en flóculos de lodos activados, así como dominancia y abundancia de microorganismos filamentosos en la biomasa | Lodos activados | Anóxico | 88.0 | 8 h | Imanes permanentes | Posible efecto de eliminación en la proliferación de bacterias filamentosas, por lo cual hubo mejor desarrollo de flóculos con inducción de CM. | Zaidi <i>et al.</i> , 2019 |

Otra de las investigaciones relacionadas fue las de Ying et al. (2010), quienes evaluaron el proceso de lodos activados magnetizados el cual fue una modificación del tratamiento convencional para mejorar la separación sólido-líquido. Esto lo obtuvieron a partir de la adición de polvo ferromagnético a los lodos activados, los cuales exhibieron una fuerte propiedad magnética de atracción, por lo tanto, se depositaron fácilmente. Con este proceso los autores obtuvieron remociones promedio de 91% y 99% de DQO y nitrato de amonio, respectivamente. Por otro lado, Ren et al. (2018), evaluaron características microscópicas de una cepa bacteriana con la finalidad de entender el proceso de biodegradación microbiana. Ellos midieron la morfología de la superficie celular, así como la permeabilidad y actividad de Acinetobacter sp. y observaron que a intensidades mayores de 30 mT las tasas de remoción disminuyeron, presentando incluso valores menores que el control. En cuanto a la morfología de la superficie celular, sin la inducción de CM, la forma era esférica, tenía un límite claro y una superficie lisa sin daños; el diámetro era de aproximadamente 1.2-1.4 µm. Por otro lado, con la exposición a 25 mT no hubo un claro daño celular, sin embargo, la superficie presentó pequeños pliegues, lo cual indicó que el CM comenzaba a afectar las células. Fue con la inducción de 60 mT que el daño en la superficie de las células de Acinetobacter sp; los autores observaron una morfología rugosa, las superficies estaban abultadas y el centro de la célula se encontraba suprimido.

Cabe mencionar que la gran mayoría de investigaciones se ha enfocado en sistemas de tipo aerobio y la variedad de sustratos a remover, así como la intensidad magnética y dispositivos de inducción, es bastante amplia. Los estudios relacionados con sistemas anaerobios han sido menos comunes. En la Tabla 3.9 se presentan aquellos relacionados a la optimización de la digestión anaerobia con la inducción de CM antes o durante el proceso.

De manera general, la literatura citada es bastante heterogénea respecto a la intensidad magnética (10⁻⁷-10T), así como el tipo de CM (estático o variando el tiempo), por ello, la influencia de estos sobre la fisiología bacteriana y los mecanismos responsables de los efectos en ellas aún no se entienden en su totalidad (Filipic *et al.*, 2012), lo cual alude a que los resultados continúen siendo conflictivos y difíciles de comparar entre sí. Sin embargo, en general, se presentan buenos rendimientos (Bi *et al.*, 2015; Kr*iklavová *et al.*, 2014; Chen *et al.*, 2019).

Tabla 3.9. Investigaciones relacionadas al uso de campo magnético en sistemas anaerobios.

| Objetivo | Sustrato | Intensidad CM (mT) | Tiempo inducción | Dispositivo magnético | Resultados | Autores |
|---|---|------------------------|---------------------------------------|---|---|--------------------------------------|
| Optimización de oxidación anaerobia de amonio | Agua residual sintética | 16.8-95 | 10 d de operación | Imanes permanentes | Incremento remoción de N del 30% con 60 mT. Reducción del tiempo de arranque del reactor 3/4 menor. | Liu <i>et al.</i> , 2008 |
| Determinación impacto de CM en la cantidad y calidad de biogás en la DA de biomasa algal | Biomasa algal | 600 | 72-432 min·d ⁻¹ | Anillo de imanes sobre una tubería en los digestores | Mayor rendimiento de biogás (449-456 L·kgSV ⁻¹), concentración de CH ₄ del 65% con 216 min·d ⁻¹ . | Dębowski et al., 2016 |
| Optimización de la reducción de SSV, producción de biogás y contenido de CH ₄ con diferentes intensidades magnéticas como pretratamiento | Mezcla lodo primario y secundario | 65, 250 y 600 | 60 min | Imanes de ferrita | Mejores resultados: mayor reducción de SSV (53%), 13% mayor producción de biogás que el control y mayor contenido de CH ₄ (75%), con menores COV y 20 días de TRS. | Ramírez- Camperos et al., 2017 |
| Optimización producción de biogás y remoción de materia orgánica con diferentes factores magnéticos | Lodos municipales deshidratados | 20 | N/E | Imanes permanentes, nanopartículas magnéticas y partículas magnéticas ordinarias | Con SMF de 20 mT: remoción de materia orgánica, producción de biogás y contenido de CH ₄ 17, 17 y 11% mayor al control, respectivamente. De todas las variaciones, los mejores resultados con nanopartículas magnéticas. | Chen <i>et al.</i> , 2019 |
| Optimización del contenido de CH4 y aceleramiento degradación lignocelulosa con campo magnéticos y electromagnéticos (EMF) | Estiércol de lecherías | 230-260 y 0.3-0.8 V | 4 semanas de operación de DA | Imanes de ferrita | Mejores resultados al combinar el CM y EMF (0.5 V), con producciones acumuladas de biogás y CH ₄ (mL·gSV ⁻¹) 42 y 45%, mayores al control, respectivamente. Degradación de lignocelulosa 68% mayor al control. | Qu <i>et al</i> ., 2019 |

4. Metodología

4.1 Planteamiento metodológico

La fase experimental del presente trabajo se llevó a cabo durante tres etapas. En la Figura 4.1 se describen las actividades realizadas durante cada una de ellas.

Etapa I 1) Muestreo de lodos residuales en PTAR y PTAR de industria papelera. 2) Caracterización lodos residuales primario, secundario y granular. Purga sedimentador primario. Lodo secundario espesado. ST y STV. Lodo granular anaerobio. DQO_T y DQOs. Almacenamiento de las muestras a 4º C. Etapa II 1) Pruebas de pretratamiento con ultrasonicación 2) Pruebas de pretratamiento con campo magnético. Variación frecuencias y tiempos de sonicación Variación de caudales y tiempos de para determinación de la energía específica de recirculación en el sistema. suministración. Determinación DQO_T y DQOs de las Determinación DQO_T y DQOs de las variables variables para el porcentaje de solubilización. para cálculo del porcentaje de solubilización. Selección de resultados óptimos para la Selección de resultados óptimos para la alimentación de los digestores anaerobios. alimentación de los digestores anaerobios. Etapa III 2) Arranque y aclimatación de 3) Determinación parámetros 1) Inoculación de digestores anaerobios digestores anaerobios fisicoquímicos para el monitoreo de la aclimatación de Tamizado de lodos granulares los digestores anaerobios. Aclimatación del inóculo a anaerobios como inóculo. la mezcla de lodo 70:30. ST y STV DQO_T Producción biogás. 5) Determinación parámetros fisicoquímicos para las dos fases de operación de los 2 digestores 4) Operación digestores anaerobios anaerobios con lodos pretratados y el control. alimentados con lodos pretratados ST y STV Operación con resultados óptimos DQO_T y DQOs obtenidos de las pruebas de Carbohidratos pretratamiento con UL y CM, N total y amoniacal dividida en de dos fases de 45 d Alcalinidad para cada variación de los Sulfuros pretratamientos. Producción biogás y metano

Fig.4.1. Síntesis de la metodología utilizada.

4.2 Etapa I: Muestreo y caracterización fisicoquímica de los lodos residuales

Los lodos residuales provinieron de una PTAR ubicada en Cuernavaca, Morelos con una capacidad de 750 L·s⁻¹. Las muestras se tomaron de la purga del sedimentador primario y del sedimentador secundario tras su espesamiento. La mayoría de los métodos de pretratamiento están orientados hacia la aplicación en lodos activados residuales, seguido de lodos primarios debido a su mayor dificultad de hidrólisis durante la digestión anaerobia. Es por ello que se decidió utilizar una mezcla con mayor proporción de lodo secundario, y, como se mencionó anteriormente, la porción de lodo primario funcionó como alimento debido a su mayor disponibilidad de materia orgánica. Por otro lado, para la inoculación de los digestores se utilizó lodo granular anaerobio proveniente de un reactor UASB para el tratamiento de aguas residuales de una industria papelera debido a que los gránulos ya se encontraban aclimatados a condiciones anaerobias.

A lo largo de la fase experimental se realizaron cuatro muestreos para la obtención de los lodos primario y secundario, por lo que fue necesario caracterizarlos cada vez. Una vez obtenidas las muestras se almacenaron y conservaron en una cámara fría a 4°C hasta su caracterización (Kim y Lee, 2011). En la Tabla 4.1 se muestran los parámetros fisicoquímicos determinados, así como las técnicas analíticas para la caracterización de los lodos.

Tabla 4.1. Parámetros evaluados durante caracterización de lodos residuales.

| Parámetro | Técnica |
|-----------|--|
| DQO_T | NMX-AA-030/2-SCFI-2011 |
| DQO_S | Reflujo cerrado y colorimetría, Standard Methods |
| ST STV | NMX-AA-034-SCFI-2015 |
| SST SSV | NMX-AA-034-SCFI-2015 |

4.3. Etapa II: Pruebas de pretratamiento para determinar el mayor porcentaje de solubilización de la mezcla de lodos residuales

En la Figura 4.2 se muestra gráficamente y de manera general el proceso de la fase experimental con los lodos residuales.

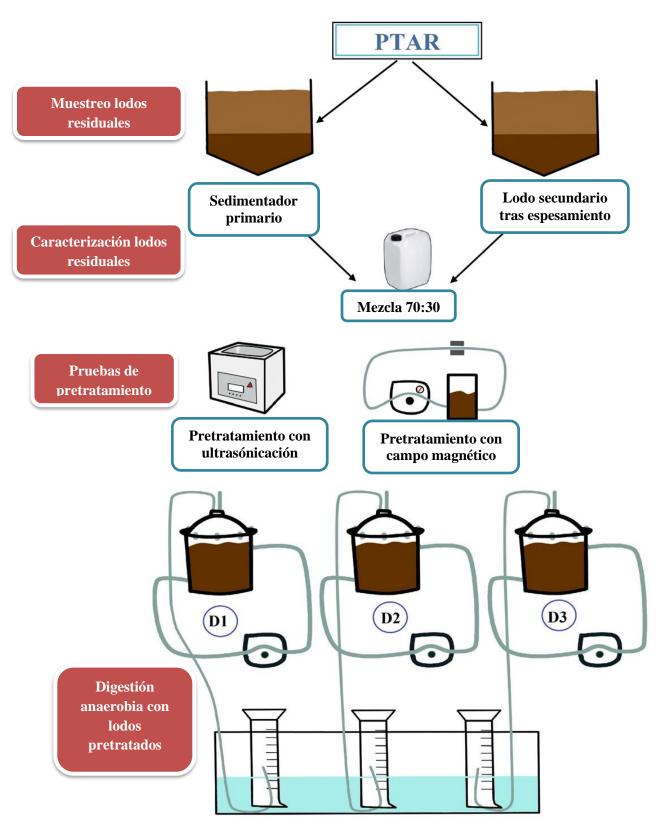


Fig. 4.2. Representación gráfica del proceso metodológico. Elaboración propia.

4.4.1. Ultrasonicación (UL)

Para las pruebas de pretratamiento con ultrasonicación (UL) se utilizó un sonicador digital de la marca *Auto Science* modelo AS5150B con una potencia de 180 watts (W), capacidad de 6 L y ajuste de potencia del 10 al 100%. Para todas las corridas se indujo una frecuencia de UL de 40 kHz (Tiehm *et al.*, 1997; Pilli *et al.*, 2011). Las potencias de UL utilizadas fueron de 90 y 180 W y el volumen de lodo a pretratatar fue de 200 mL. Primeramente, con la finalidad de observar el efecto de la ultrasonicación en cada tipo de lodo y para determinar la proporción de la mezcla, se realizaron las pruebas tanto con el lodo primario como el secundario por separado. Los tiempos de pretratamiento fueron seleccionados con los utilizados por diversos autores y con la potencia de 180 W (Tiehm *et al.*, 2000; Pilli *et al.*, 2011; Martín *et al.*, 2015). Posteriormente, se realizaron las pruebas con ambas potencias sobre la mezcla seleccionada utilizando los mismos tiempos. Las distintas pruebas se resumen en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Variables de operación para pruebas de pretratamiento con UL.

| Lodo | Frecuencia (kHz) | Potencia(W) | Tiempo sonicación (min) |
|------------|------------------|-------------|-------------------------|
| Primario | 40 | 180 | |
| Secundario | 40 | 180 | 15 20 60 120 |
| Marala | 40 | 90 | 15, 30, 60, 120 |
| Mezcla | 40 | 180 | |

La potencia del sonicador inducida, el volumen y tiempo de pretratamiento, así como la cantidad de sólidos en la muestra de lodo sonicado, se utilizan para calcular la energía específica (EE). Para calcular la EE se utilizó la ecuación reportada por Pilli *et al.* (2016):

$$EE = \frac{P \times t}{V \times ST_0}$$
 (Ec. 4.1)

Donde:

EE = Energía específica (kJ·mg⁻¹ ST).

P = Potencia del sonicador (W).

t = Tiempo de sonicación (s).

V = Volumen sonicado (L).

 $ST_0 = Concentración de sólidos totales en el lodo crudo (mg·L⁻¹).$

4.4.2. Campo magnético (CM)

Para el pretratamiento con CM, se realizaron corridas experimentales bombeando 100 mL de la mezcla 70:30 de lodo residual con una bomba peristáltica a través de un sistema tubular siguiendo el método de Sarvenoei *et al.* (2018). Para ello se utilizaron tres diferentes velocidades de paso (VP) por el sistema y cinco tiempos de recirculación, el cual se denominó tiempo de pretatamiento (TP). Las variaciones se muestran en la Tabla 4.3. Se utilizaron imanes permanentes de neodimio debido a las altas intensidades magnéticas que proporcionan en relación con su tamaño. Estos se instalaron cubriendo únicamente una pequeña área de la manguera por la cual se recirculó la mezcla de lodo para obtener un mayor TP (Ver Fig. 4.2). Por lo tanto, con la longitud del imán (cm) y las diferentes VP se calculó el tiempo de contacto con los imanes por cada vuelta al sistema (TC). Todos los cálculos y fórmulas correspondientes se muestran en el Anexo I.1. Por otro lado, la intensidad magnética de los imanes se midió con un gaussímetro portátil, modelo 410 de la marca *Lake Shore*, con un rango de intensidad de 0.2-2.0 Teslas (T).

Tabla 4.3. Variables de operación para pruebas de pretratamiento con campo magnético.

| Velocidad de paso (cm·s ⁻¹) | Tiempo de pretratamiento (min) |
|---|--------------------------------|
| 6.6 | |
| 16.0 | 5, 15, 30, 45, 60 |
| 32.8 | |

4.4.3. Determinación del mayor porcentaje de solubilización para cada pretratamiento Como se mencionó anteriormente, la concentración de DQOs en el sobrenadante se cuantificó para evaluar el proceso de solubilización del lodo, por lo tanto, un incremento en la concentración indicaba la liberación de materia orgánica de los flóculos hacia el sobrenadante (Mao y Show, 2004; Sarvenoei *et al.*, 2018). Para la cuantificación de la DQOs se centrifugaron las muestras de lodo durante 1 h a 620 rpm, posteriormente se filtraba el sobrenadante a través de un papel filtro de 0.45μm para su posterior digestión a 150°C como lo mencionan los trabajos de Zhang *et al.*, 2010 y Braguglia *et al.*, 2012.

Para calcular la eficiencia del pretratamiento se utilizó el porcentaje de solubilización (%S) del lodo, el cual se determinó mediante la siguiente ecuación (Kim *et al.*, 2003; Kim y Lee, 2011):

$$\%S = \frac{DQO_S \text{ despues del pretratamiento}}{DQO_T \text{ antes del pretratamiento}} \times 100$$
(Ec. 4.2)

4.5. Etapa III: Inoculación, aclimatación y operación de los digestores anaerobios

El sistema experimental estuvo conformado por tres digestores anaerobios de alta tasa acrílico transparente con una capacidad de 1.5 L y tres entradas en la parte superior: una para la alimentación, otra para la colecta del biogás producido y una tercera para el efluente (Ver Fig. 4.2). Toda esta etapa se operó dentro del rango mesofílico (32-37°C), por lo cual los digestores se instalaron en un cuarto de incubación a 34±2°C. Los digestores operaron de forma semi-continua (tipo *batch*) con mezcla completa. Por ello, la agitación del lodo dentro de los digestores se mantuvo mediante la recirculación de estos con el uso de bombas peristálticas.

De acuerdo con Takashima, (2008), Amani *et al.* (2010), y López-Hernández *et al.* (2017), cada digestor se inoculó con el 30% de su volumen útil haciendo uso del lodo granular anaerobio previamente caracterizado. Para evitar el taponamiento de las mangueras, los gránulos se trituraron pasándose por dos tamices: primero por una abertura de poro de 0.50 mm, y después por 0.25 mm.

Durante la fase de aclimatación los tres digestores se alimentaron únicamente con la mezcla 70:30 del lodo residual. De acuerdo a Ramírez-Camperos *et al.* (2017), esta fase finalizó cuando se observaron los primeros resultados estables de reducción de sólidos volátiles y producción de biogás, y una vez concluida se procedió a alimentar los digestores con los lodos pretratados. En la Tabla 4.4 se enlistan los parámetros analizados durante el monitoreo y operación de los digestores, mientras que el tipo de alimentación para cada digestor se muestra en la Tabla 4.5.

Es importante mencionar que se realizó una modificación de la técnica para determinar la DQO_T mediante la adición de H₂SO₄ concentrado. Esto se realizó con la finalidad de facilitar la ruptura de los flóculos del lodo secundario. Los pasos detallados se muestran en el Anexo II.3. Por otro lado, de acuerdo con Metcalf y Eddy (2013), los tiempos de retención de sólidos (TRS) para digestores anaerobios mesofílicos de alta tasa, van del orden de los 15 a los 20 d. Esto se debe a que, con tiempos de retención menores a 15 d, los organismos formadores de CH₄ no se reproducen suficientemente rápido, además también se reduce la capacidad para neutralizar ácidos volátiles. Por dichas razones, para la presente investigación se decidió operar con 15 d de TRS. Cabe mencionar que en este tipo de digestores el tiempo de retención hidráulica es equivalente al tiempo de retención de sólidos (López-Hernández *et al.*, 2017).

Tabla 4.4. Parámetros fisicoquímicos y frecuencia de determinación para la operación de los digestores anaerobios.

| Parámetro | Frecuencia | Técnica |
|---------------|--------------------|--|
| рН | Diario | Potenciométrico |
| Temperatura | Diario | Potenciométrico |
| $DQO_T DQO_S$ | 2 veces por semana | Reflujo cerrado y colorimetría, Standard Methods |
| SST SSV | 2 veces por semana | NMX-AA-034-SCFI-2015 |
| $N-NH_4$ | 1 vez por semana | Método HACH TNT 832 |
| Alcalinidad | 1 vez por semana | NMX-AA-036-SCFI-2001 |
| Sulfuros | 1 vez por semana | Método HACH 8131 |
| Carbohidratos | 1 vez por semana | DuBois et al., 1956 |
| Biogás | Diario | Desplazamiento líquido |
| Metano | 1 vez por semana | Cromatografía de gases |

La operación de cada digestor constó de dos fases de 45 d de operación cada una. La variación entre fase y fase estuvo dada por dos diferentes suministros de energía específica para D1, y dos tiempos de contacto con los imanes para D2, los cuales se especificarán posteriormente en el apartado de resultados. Es importante mencionar que se realizaron menos determinaciones durante la operación de la fase II, debido a que el país entró en fase de contingencia por la pandemia debida al SARS-COV-2 por lo que el acceso al Instituto se vio limitado.

Cada pretratamiento presentó un efecto diferente sobre la materia orgánica del lodo, lo cual se reflejó en las cargas orgánicas de aplicación (kg SSV·m⁻³d⁻¹). En cuanto a la remoción de materia orgánica de cada digestor, en términos de DQO_T y DQOs, así como de SSV, se calculó el porcentaje de eficiencia de remoción (ER). Los cálculos para ambas determinaciones se presentan en el Anexo I.1.

Tabla 4.5. Alimentación para cada digestor anaerobio.

| Digestor | D1 | D2 | D3 |
|--------------|-------------------------|----------------------------|----------------|
| Alimentación | Lodo con pretratamiento | Lodo con pretratamiento de | Lodo sin |
| Aimentacion | de ultrasonicación | campo magnético | pretratamiento |

Para la cuantificación del biogás producido, se utilizó la técnica de desplazamiento líquido mediante probetas graduadas, donde el volumen de agua desplazada es el equivalente al volumen de biogás generado (Itodo *et al.*, 1992 en Tiehm *et al.*, 2000; Kim y Lee, 2011). En cuanto a la cuantificación de la composición del biogás obtenido, las muestras se almacenaron en bolsas Tedlar® de 5L para su posterior determinación en cromatografía de

gases. Para ello se utilizó un cromatógrafo SRI 8610 con detector de conductividad térmica; para la cuantificación se inyectó 1 mL de la muestra. El gas acarreador fue helio (INFRA) a una presión de 60-80 psi. Por otro lado, la temperatura tanto de la columna como del horno y el inyector, se mantenía a 100°C. Previo a la medición de las muestras fue necesario realizar una curva de calibración para cada uno de los gases componentes del biogás (hidrógeno, metano y dióxido de carbono) en el cromatógrafo. Para ello se inyectó un volumen de cada gas con un estándar de concentración conocida de 0.1 a 1 mL.

4.5.1. Análisis estadístico

Se realizaron análisis de varianza (ANOVA) de una vía con el 95% de confianza mediante el programa de análisis estadístico NCSS para determinar diferencias significativas entre las concentraciones de carbohidratos, SSV, DQO_T y DQOs de los influentes de los digestores anaerobios, así como de sus respectivos porcentajes de remoción, producción específica de biogás y de metano. Esto con la finalidad de determinar si las diferencias eran debido al efecto de los pretratamientos. En caso de que existieran diferencias significativas, se realizó como prueba adicional la comparación múltiple de Bonferroni (tomando en cuenta el control) para determinar con qué otro digestor o digestores se presentaba una diferencia.

5. Resultados y discusión

5.1. Etapa I: Caracterización de lodos residuales

En la Tabla 5.1 se muestran los valores promedio con sus respectivas desviaciones estándar (DE) de la caracterización de los lodos residuales utilizados a lo largo de la experimentación (Tiehm *et al.*, 2000). Es importante mencionar que la variación en las concentraciones pudo atribuirse a que los muestreos se realizaron en diferentes temporadas del año.

De acuerdo con Metcalf y Eddy (2013), las concentraciones típicas de ST en lodos residuales primarios y secundarios espesados son de 60,000 y 40,000 mg·L¹, respectivamente. En este trabajo se observó que en ambos casos las concentraciones de ST estuvieron por debajo de los valores mencionados. La razón principal fue que el influente de la PTAR en cuestión llegaba de un alcantarillado combinado, es decir, conducía simultáneamente aguas residuales domésticas, industriales y aguas pluviales. Esto llega a presentar perjuicios en las PTAR debido a las variaciones en el caudal y, por ende, en la concentración de sólidos (CONAGUA, 2007). Por otro lado, el contenido de materia orgánica del lodo, o bien, el porcentaje de la concentración de sólidos disponible para la biodegradación en términos de STV o SSV, se mantuvo dentro del rango de 60-80% de los ST. Las elevadas concentraciones de ST y SST en el lodo granular, el cual se utilizó como inóculo de los digestores anaerobios, se deben a que estos fueron previamente tamizados para que el tamaño de partículas de los lodos fuera más uniforme. Asimismo, en estos se presentaron porcentajes de materia orgánica adecuados con valores de los STV y SSV del 65%.

Tabla 5.1. Resultados promedio y desviación estándar de la caracterización de lodo primario, secundario y granular anaerobio.

| | 2000 | | | | | |
|-----------------|---------------|--------------|--------------|--------------|-----------------------------|--------|
| Muestra lodo | ST | STV | SST | SSV | $\mathbf{DQO}_{\mathbf{T}}$ | DQOs |
| Primario | 44,690±10,200 | 24,200±5,360 | 35,790±5,620 | 20,000±780 | 30,200±770 | 170±1 |
| Secundario | 38,750±950 | 24,050±450 | 28,500±4,900 | 16,850±1,530 | 25,350±2,230 | 180±17 |
| Mezcla 70:30 | 30,650±1,890 | 18,660±2,400 | 25,370±5,760 | 18,000±2,010 | 32,500±3,300 | 320±47 |
| Granular | 123,350±5,020 | 78,780±1,380 | 115,000±920 | 75,100±1,060 | 88,600±4,300 | N/D |

^{*}N/D: no determinado.

5.2. Etapa II: Pruebas de pretratamiento para determinar el mayor porcentaje de solubilización de la mezcla de lodos residuales

5.2.1. Ultrasonicación

5.2.1.1. Solubilización del lodo primario y secundario

En la Tabla 5.2 se muestran las energías EE resultantes de las pruebas de pretratamiento variando únicamente los tiempos de UL en un rango de 15 a 120 min, una potencia de 180 W y una frecuencia de 40 kHz. Como resultado se observó que hubo una relación directa entre el aumento del tiempo de UL y las EE, es decir, con 15 min se obtuvieron EE de 23,754 y 32,400 kJ·kg ST⁻¹, mientras que con 120 min fueron de 190,029 y 259,200 kJ·kg ST⁻¹, para el lodo primario y secundario, respectivamente. Cabe hacer notar que se obtuvieron valores mayores para el lodo secundario, lo cual coincide con lo reportado por varias investigaciones (Bougrier et al., 2005; Salsabil et al., 2009; Carrère et al., 2010; Pilli et al., 2016), quienes adjudican este comportamiento a una mayor cantidad de sólidos presentes en los lodos biológicos. Respecto a la concentración de la DQOs, se observó que al igual que con las EE las concentraciones aumentaron con respecto al tiempo de sonicación, es decir, en 15 min se obtuvo una concentración de 229 mg·L⁻¹ y en 120 min de 1,897mg·L⁻¹ para el lodo primario, este mismo comportamiento se observó también para el lodo secundario. Cabe mencionar que la concentración inicial de los lodos sin pretratamiento fue de 147 y 106 mg·L⁻¹ de DQOs, lo cual indicó que sí se presentó un efecto por parte de la sonicación. Algunos autores (Tiehm et al., 1997; Mao y Show, 2006) mencionan que la potencia del sonicador es un factor que influye sobre la EE inducida. Para las pruebas anteriormente descritas con el lodo primario y secundario, tomando la potencia, así como el volumen de la muestra a sonicar, se determinó la densidad de UL, cuyo valor para dichas pruebas fue de 0.90 W·mL⁻¹. En estos términos, los rangos que se han utilizado van de los 0.10 a los 3.7 W·mL⁻¹ (Wang et al., 1999; Chu et al., 2001; Grönroos et al, 2005; Mao y Show, 2006; Salsabil et al., 2009; Braguglia et al., 2012; Pilli et al., 2016).

Tabla 5.2. Energías específicas y concentraciones de DQOs resultantes de la variación del tiempo de sonicación para lodos primario y secundario.

| Lodo | Primario | | Secundario | |
|-------------------|-------------------------|---------------------|---------------------------|---------------------|
| Tiempo sonicación | EE | DQOs | EE | DQOs |
| (min) | $(kJ\cdot kg\ ST^{-1})$ | $(mg \cdot L^{-1})$ | (kJ⋅kg ST ⁻¹) | $(mg \cdot L^{-1})$ |
| 15 | 23,754 | 229.4 | 32,400 | 166.7 |
| 30 | 47,507 | 371.7 | 64,800 | 465.7 |
| 45 | 71,261 | 444.9 | 97,200 | 391.1 |
| 60 | 95,015 | 560.8 | 129,600 | 364.6 |
| 120 | 190,029 | 1,896.8 | 259,200 | 883.4 |

En la Figura 5.1 se presentan los porcentajes de solubilización (%S) obtenidos a partir del aumento de la DQOs posterior al pretratamiento con UL (Ec 4.2), los cuales con tiempos entre 30 a 60 min presentaron %S de 1.6 a 1.7% y de 1.0 a 1.4% para el lodo primario y secundario, respectivamente. Esto se puede atribuir a que al inducir un pretratamiento como la UL se logra liberar hacia la fase acuosa una mayor cantidad de la materia orgánica contenida en los flóculos bacterianos del lodo biológico (Weemaes y Verstarete, 1998; Bougrier et al., 2005; Amani et al., 2010; Zhang, 2010). Posteriormente, a los 120 min, la solubilización máxima fue de 5.2% para el lodo primario, mientras que para el lodo secundario fue de 4.5%, sin embargo, esto no representó una diferencia significativa, además, otros autores han reportado dicho comportamiento (Show et al., 2007; Sri Bala et al., 2010; Pilli et al., 2016). Por otro lado, se observó que en ambos tipos de lodo el aumento del %S estuvo directamente relacionado con mayores tiempos de sonicación (Wang et al., 1999; Tiehm et al., 2000). Esto confirmó lo que mencionan numerosas investigaciones sobre la UL como un mecanismo adecuado para la transferencia de los compuestos orgánicos de los sólidos del lodo hacia la fase acuosa o, en otras palabras, para la solubilización de la materia orgánica (Tiehm et al., 2000; Salsabil et al., 2009; Carrère et al., 2010; Braguglia et al., 2012). Los resultados obtenidos del %S en los lodos pretratados son similares a los reportados por Kim et al. (2003), quienes también utilizaron 120 min de UL y 42 kHz de frecuencia y reportaron %S del lodo secundario del 18% el cual, en comparación con el presente trabajo, fue aproximadamente tres veces mayor tanto para el lodo primario como secundario. Además, también se reportó una relación directa entre el aumento del %S y un mayor suministro de EE. Por otro lado, Pilli et al. (2016), también evaluaron el efecto de UL en la solubilización del lodo (primario, secundario y mezcla), con diferente concentración de sólidos, un tiempo de pretratamiento de 15 min y la inducción de diferentes EE (4,200 a 9,040 kJ·kgST⁻¹). Para los tres tipos de lodo utilizaron concentraciones de sólidos de 20,000 30,000 y 40,000 mg SST·L⁻¹. Los autores observaron que, a medida que aumentaba la concentración de sólidos, la solubilización en los lodos era menor. Tomando estos resultados en cuenta y a pesar de que las EE de los autores fueron significativamente menores a las del presente trabajo, el hecho de que las solubilizaciones aquí obtenidas no superaran el 10% probablemente esté relacionadoa las altas concentraciones iniciales de sólidos en las muestras de lodo (35,000 mg SST·L⁻¹).

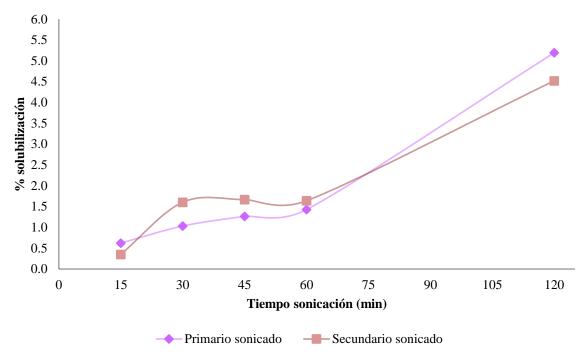


Figura 5.1. Cambios en el porcentaje de solubilización de los lodos primario y secundario respecto al tiempo de sonicación.

5.2.1.2. Solubilización de la mezcla 70:30

En la Tabla 5.3 se presentan las EE obtenidas, así como las concentraciones de DQOs para la mezcla 70:30 al finalizar las pruebas de pretratamiento con diferentes tiempos de sonicación. Las pruebas se realizaron con 180 y 90 W de potencia. Como resultado se observó que con 90 W las EE aumentaron de 15,000 a 120,000kJ·kg ST⁻¹ con respecto al tiempo (15 a 120 min), mientras que con 180 W estos valores se duplicaron, presentando EE de 30,000 a 240,000 kJ·kg ST⁻¹. Como se mencionó anteriormente, esta relación del aumento en las EE con el tiempo de sonicación se ha reportado por diversos autores (Tiehm *et al.*, 1997; Bougrier *et al.*, 2005; Carrère *et al.*, 2010).

En cuanto a las concentraciones de DQOs, se obtuvieron los valores más altos con la potencia de 90 W. Es decir, con 15 minutos de sonicación y la inducción de 180 W, la concentración de DQOs fue de 117.8 mg·L⁻¹, mientras que con 90 W esta fue de 1,376.1 mg·L⁻¹. De esta forma, las siguientes corridas experimentales con 90 W continuaron presentando concentraciones de DQOs mayores a los 1,000 mg·L⁻¹, caso contrario a aquellas con 180 W donde únicamente tras 120 min de sonicación se obtuvo una concentración de 1,667.1 mg·L⁻¹. Estos resultados difieren de lo mencionado por la mayoría de los artículos relacionados acerca de que a mayor potencia mayor solubilización (Banks y Walker, 1976; Tiehm *et al.*, 1997; Mao y Show, 2006), sin embargo, al tomar en cuenta otras variables como la concentración de sólidos, el tiempo de sonicación o el volumen de

la muestra y no únicamente la potencia inducida, se tiene un mayor panorama respecto a los resultados y su comportamiento. De esta manera es posible que, para la cantidad de sólidos y el bajo volumen de la muestra, haber inducido una potencia de 180 W durante 120 min de pretratamiento no resultara en mayores solubilizaciones (Chu et al., 2001; Pilli et al., 2016). Cabe mencionar que las concentraciones iniciales de DQOs en la mezcla de lodo fueron de 124.5 y 227.8 mg·L⁻¹ para las pruebas con 180 y 90 W, respectivamente, lo cual indicó que, a pesar de que se presentaron %S menores al 10%, en todas las corridas hubo un aumento en la concentración de DQOs. Es importante mencionar que, durante la determinación de la DQOs en las pruebas de pretratamiento con las tres muestras de lodo, se observó que en comparación con el control y conforme aumentaban los tiempos de sonicación, el color del sobrenadante se obscurecía (Ver Anexo II.1). La turbidez en el sobrenadante está relacionada con la potencia, el tamaño de la muestra y la cantidad de sólidos presentes (Banks y Walker, 1976). El aumento de esta refleja la ruptura de la materia particulada del lodo (Chu et al., 2001). Tomando esto en cuenta, Tiehm et al. (2000), determinaron la turbidez en lodos secundarios sonicados bajo frecuencias de 41 a 3,200 kHz, obteniendo los mayores resultados 41 kHz. Esto coincide con lo mencionado sobre la obtención de mayores eficiencias de la desintegración del lodo a bajas frecuencias de UL. Si bien en la presente investigación no se determinó la turbidez de los sobrenadantes, a simple vista era bastante claro el cambio de color, lo cual indicó que, aunque los %S presentaron bajos valores, sí ocurrió una hidrolización de la materia particulada.

En la Tabla 5.3 se muestran los valores promedio de temperatura tomados después de la sonicación de los lodos, estos se presentan con su respectiva desviación estándar. Debido a que las variaciones eran mínimas entre las pruebas con 180 y 90 W se promediaron los valores. Se pudo observar que la temperatura aumentó de 33 hasta 48°C de los 15 a los 120 min de pretratamiento. Al parecer, ese incremento de la temperatura no influyó sobre la solubilización de los lodos ya que a pesar de que los valores fueron similares con ambas potencias, las concentraciones de DQOs resultantes presentaron diferencias notables. El aumento de temperatura ha sido reportado por autores como Banks y Walker (1976); Tiehm *et al.*, (1997) y Chu *et al.*, (2001). Estos últimos observaron que tras 120 min de sonicación y una densidad de UL de 0.44 W·mL⁻¹ observaron que la muestra de lodo aumentó de 4 a 60°C en menos de 5 min. Por otro lado, Pilli *et al.* (2011), mencionan que un aumento en la temperatura mayor a los 60°C decrece la eficiencia de la UL. Cabe hacer notar que en la presente investigación a los 120 min de sonicación la temperatura fue de 48°C, y probablemente aumentando el tiempo de pretratamiento o la EE, se habría alcanzado una temperatura mayor.

Tabla 5.3. Energías específicas, concentraciones de DQOs y temperaturas resultantes de la variación del tiempo de sonicación para la mezcla 70:30 de lodo.

| Tiempo de sonicación | EE (kJ·kg ST ⁻¹) | DQOs (mg·L·1) | EE (kJ·kg ST ⁻¹) | DQOs (mg·L ⁻¹) | Temperatura |
|----------------------|---------------------------------|------------------|---------------------------------|-------------------------------|--------------|
| (min) | 180 v | | 90 w | ` | (°C) |
| 15 | 30,000 | 117.8 | 15,000 | 1,376.1 | 33±2.0 |
| 30 | 60,000 | 310.1 | 30,000 | 1,995.4 | 38±1.0 |
| 45 | 90,000 | 653.7 | 45,000 | 2,165.8 | 41 ± 0.8 |
| 60 | 120,000 | 401.9 | 60,000 | 1,795.8 | 46±1.0 |
| 120 | 240,000 | 1,667.1 | 120,000 | 2,477.4 | 48 ± 0.9 |

En la Figura 5.2 se presentan los %S obtenidos para las pruebas con las potencias de 180 y 90 W sobre la mezcla de lodo 70:30. Se puede observar que los %S fueron mayores con 90 W, resultando en solubilizaciones entre 4.0 y 7.5 %, los cuales se obtuvieron bajo mayores tiempos de sonicación (45 a 120 min). Dichos resultados son comparables con los de Mao v Show (2006), quienes indujeron como pretratamiento ultrasónico densidades de 0.33 y 0.52 W⋅mL⁻¹ en lodos secundarios con una concentración de sólidos de 24,700 mg⋅L⁻¹. Con estas densidades, los autores obtuvieron %S de 4.4 a 6.1% y 5.1 a 6.9% para cada densidad, respectivamente. Estos porcentajes son similares a los del presente trabajo, los cuales fueron de 4.0 a 7.5% obtenidos bajo una densidad de 0.45 W·mL⁻¹ que resultó de la inducción de 90 W de potencia y se encuentra dentro del rango presentado por los autores. Por otro lado, Chu et al. (2001), mencionan que es de suma importancia tomar en cuenta la cantidad de lodo y la concentración de sólidos a sonicar para la obtención de solubilizaciones óptimas. En el presente trabajo la concentración inicial de sólidos en la mezcla 70:30 fue de 27,000±800 mg·L⁻¹, y la de DQO_T fue de 27,500±1,800 mg·L⁻¹. Ya que tanto estas concentraciones como los tiempos de pretratamiento fueron los mismos para las pruebas con 180 y 90 W, se puede inferir que la diferencia en los %S resultantes tras 120 min de sonicación (4.9 y 6.7% respectivamente), fue por efecto de las potencias y la concentración de sólidos sobre la EE. Esto concuerda con lo mencionado por Pilli et al. (2016), quienes evaluaron el efecto de los ST sobre la solubilización de lodos residuales con diferentes concentraciones de sólidos (20,000 a 40,000 mg·L⁻¹) y concluyeron que es posible obtener mayor solubilización de la materia particulada de difícil degradación al utilizar muestras con concentraciones de ST menores a 20,000 mg·L⁻¹ ya que una mayor concentración de sólidos provoca que las ondas ultrasónicas decaigan y el efecto se atenúe. Cabe mencionar que para ello los autores trabajaron con EE de 4,200 a 9,040 kJ·kgST⁻¹. Si bien en la presente investigación la concentración de sólidos (27,000 mg·L⁻¹) no se encuentra tan alejada del valor sugerido, el volumen de la muestra a sonicar fue de 100 mL, por lo que había una mayor concentración en un volumen reducido, lo cual tuvo un efecto directo sobre la EE (Ver Ec.4.1). Un ejemplo de la respuesta en la solubilización del lodo utilizando elevadas EE es el trabajo de Salsabil et al. (2009), quienes indujeron como pretratamiento ultrasónico 108,000 kJ·kgST⁻¹, siendo este el valor más parecido a los utilizados en el presente trabajo con 120 min de UL (240,000 y 120,000 kJ·kgST⁻¹). De igual forma, con estas características los autores obtuvieron %S bajos ya que no sobrepasaron un 10% de solubilización. Ellos atribuyeron sus resultados a la composición del lodo, ya que la cantidad de materia mineral representó una parte importante (20%), y la materia orgánica presente se encontró de forma particulada (98%), lo cual fue adjudicado a la presencia de compuestos orgánicos refractarios, por lo que únicamente una pequeña fracción pudo hidrolizarse con la inducción de la UL. Tomando esto en cuenta, para la presente investigación se calculó la cantidad de materia particulada en la mezcla del lodo previo a la sonicación. Esto se realizó a partir de la diferencia entre la DQO total y la DQO soluble. De manera similar a los autores, la materia particulada presente en la mezcla de lodo sin pretratamiento fue del 99%. En cuanto a la cantidad de materia mineral, las cantidades también fueron ligeramente mayores a las de los autores, representando un 25%. Por lo tanto, conociendo estos porcentajes es posible explicar por qué, a pesar de las elevadas EE, los %S fueron tan bajos en comparación a la mayoría de las investigaciones.

Aunado a esto, y cómo se mencionó anteriormente, la cantidad de ST también influyó en los resultados. Si la concentración de sólidos es muy alta, el aumento de la viscosidad dificulta la formación de burbujas de cavitación ya que las ondas ultrasónicas decaen a medida que se propagan a través de un material, dando como resultado el deterioro del efecto de UL sobre la solubilización del lodo a pesar del uso de elevadas EE (Grönroos *et al.*, 2005; Mao y Show, 2006; Pilli *et al*, 2016). Por ello, Show *et al.* (2007), mencionan que el rango óptimo del contenido de sólidos para la UL se encuentra entre 23,000 y 32,000 mg·L⁻¹. Los valores obtenidos en el presente trabajo entran en el rango mencionado, sin embargo, las EE suministradas fueron mayores, por lo que la unión de estos dos factores probablemente resultó en un efecto negativo en la solubilización del lodo.

Considerando todo lo anteriormente expuesto, la explicación más adecuada para los valores obtenidos de %S es la cantidad y el tipo de sólidos del lodo previo al pretatamiento con UL, así como lo mencionado por Grönroos *et al.* (2005), quienes indicaron que una potencia elevada es más efectiva en cuanto a la desintegración del lodo que un tiempo de sonicación elevado. Sin embargo, el hecho de que se hayan utilizado altos tiempos de pretratamiento, así como elevados valores de EE resultó en un efecto negativo (Chu *et al.*, 2001).

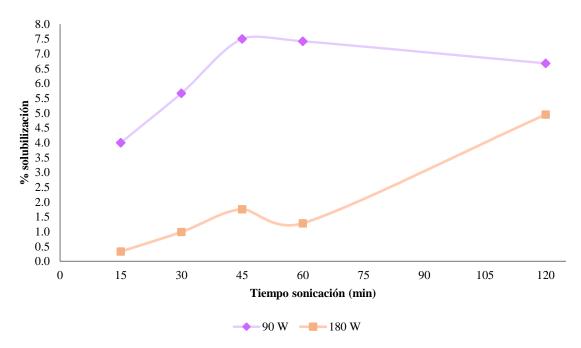


Figura 5.2. Cambios en el %S de la mezcla de lodo utilizando dos diferentes potencias respecto al tiempo de sonicación.

Carrère et al. (2010) mencionan que, si bien es complicado comparar los resultados del efecto de un pretratamiento debido a que esto depende del tipo de lodo y los parámetros de operación de la posterior digestión anaerobia, un criterio importante a tomar en cuenta es el costo del método, particularmente en términos de consumo energético. La energía es uno de los insumos más significativos ambiental y financieramente hablando, de tal forma que, al tratarse de pretratamientos, la energía utilizada debería coincidir con la energía producida a partir del aumento en la producción de biogás (Pilli *et al.*, 2016). Por ello, la optimización del consumo energético es esencial al utilizar la ultrasonicación, y se recomienda utilizar una propia combinación de estas variables para lograr la eficiencia del método (Grönroos *et al.*, 2005).

5.2.2. Campo magnético

5.2.2.1. Solubilización del lodo primario, secundario y mezcla 70:30

En la Tabla 5.4 se muestran las variables de operación de las pruebas de pretatamiento con la inducción de una intensidad magnética de 400 mT. Al variar la velocidad de paso (VP) por el sistema, resultaron tres diferentes tiempos de contacto con los imanes (TCI), las ecuaciones se presentan en el Anexo I.1, los cuales se operaron a diferentes tiempos de pretratamiento (TP) y dieron lugar a un determinado número de vueltas al sistema, de tal forma que a mayor número de vueltas mayor inducción de CM. Se puede observar que cuando se aumentó la VP de 6.6 a 32.8 cm·s⁻¹, el TC con los imanes disminuyó de 0.60 a 0.10 s, sin embargo, el número de vueltas al sistema incrementó con lo cual la interacción del lodo con los imanes aumentó considerablemente, favoreciendo el contacto de los microorganismos con el CM.

Tabla 5.4. Resultados de las variables de operación para las pruebas de pretratamiento con campo magnético para lodos primario y secundario.

| Velocidad de paso (cm·s ⁻¹) | TC por vuelta con imanes (s) | Tiempo de pretratamiento (min) | Número de vueltas al sistema |
|--|------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|
| | | 15 | 112 |
| 6.6 | 0.60 | 30 | 225 |
| | | 60 | 450 |
| | | 15 | 274 |
| 16.0 | 0.20 | 30 | 547 |
| | | 60 | 1,094 |
| | _ | 15 | 561 |
| 32.8 | 0.10 | 30 | 1,122 |
| | | 60 | 2,244 |

Al igual que con el pretratamiento con UL, se realizaron pruebas para observar el efecto en los lodos residuales primario y secundario por sí solos, y posteriormente para la mezcla 70:30 que funcionó como alimento de los digestores anaerobios. Como se ha mencionado a lo largo del presente trabajo, las investigaciones relacionadas al efecto del CM sobre la solubilización o desintegración de lodos residuales son escasas ya que su estudio es bastante reciente. Sin embargo, Guan et al. (2017), mencionan que es una tecnología con alto potencial para ello.

En la Tabla 5.5 se muestran las concentraciones de DQOs de los lodos primario y secundario pretratados con CM, las concentraciones iniciales en los lodos crudos sin pretratamiento fueron 179.5 y 167.3 mg·L⁻¹, respectivamente. En general, se alcanzaron mayores concentraciones para el lodo secundario posterior al pretratamiento, lo cual también sucedió con el pretratamiento con UL. Esto se adjudicó a una mayor cantidad de

sólidos presentes en los flóculos de los lodos biológicos, lo cual también observaron otros autores (Bougrier *et al.*, 2005; Salsabil *et al.*, 2009; Carrère *et al.*, 2010). Con respecto a los %S tanto del lodo primario como secundario estos no sobrepasaron el 1%, lo cual indicó que no hubo efecto por parte del CM. Esto es posible de explicar con el hecho de que el TC directamente con los imanes en el sistema fue menor a un segundo (0.60, 0.20 y 0.10 s) y aunque este aumentó con los TP (15, 30 y 60 min), esto no presentó efectos significativos en la solubilización de la materia particulada.

Tabla 5.5. Concentraciones de DQOs y %S resultantes de la variación del tiempo de contacto con los imanes para lodos primario y secundario.

| TC por vuelta | DQOs | (mg·L·1) | % de solubilización | | |
|----------------|------------------|--------------------|---------------------|-----------------|--|
| con imanes (s) | Lodo primario | Lodo secundario | Lodo primario | Lodo secundario | |
| | 114.1 | 169.3 | 0.27 | 0.47 | |
| 0.10 | 128.1 | 185.8 | 0.29 | 0.49 | |
| | 141.7 | 201.9 | 0.33 | 0.45 | |
| | 148.0 | 157.8 | 0.34 | 0.36 | |
| 0.20 | 168.3 | 191.7 | 0.43 | 0.59 | |
| | 186.5 | 226.6 | 0.48 | 0.59 | |
| | 149.3 | 206.7 | 0.35 | 0.53 | |
| 0.60 | 196.9 | 261.6 | 0.55 | 0.69 | |
| | 244.0 | 291.0 | 0.64 | 0.72 | |

Posteriormente, se realizaron las pruebas con la mezcla de lodo 70:30. Los resultados de las variables de operación, las concentraciones de DQOs y los %S obtenidos se muestran en la Tabla 5.6. Se puede observar que, a diferencia de las pruebas con los lodos primario y secundario, se realizaron pruebas con dos TP adicionales (5 y 45 min) esto con la finalidad de observar mejor el comportamiento de los %S, ya que la mezcla pretratada posteriormente funcionó como alimento de los digestores anaerobios. Se pudo observar que los %S de la mezcla fueron mayores en comparación con las pruebas de lodo primario y secundario y, en general, los valores aumentaron conforme mayor fue la VP y el TP en el sistema. De esta manera, se decidió operar en cada una de las fases de la digestión anaerobia con los mayores %S obtenidos, los cuales fueron 2.20% y 2.31%. Estos valores resultaron de un TP de 60 min, un TC de 0.20 s, una VP de 16 cm·s·¹, así como de un TP de 30 min, 0.10 s de TC con los imanes y una VP de 32.8 cm·s·¹, respectivamente.

Se ha observado que entre mayor sea la concentración de sólidos, menor será el efecto del pretratamiento sobre la solubilización de la materia particulada. Tomando esto en cuenta, la concentración inicial de ST en el lodo primario, secundario y la mezcla sin pretratamiento fue de 35,800±900; 28,500±1,020 y 22,300±810 mg·L⁻¹, respectivamente. Con ello es, posible explicar que los %S resultantes fueron mayores para la mezcla a pesar de que se

utilizaron los mismos tiempos de pretratamiento que con los lodos primario y secundario. Lo anterior también fue reportado por Grönroos *et al.*, (2005) y Mao y Show (2006). Cabe mencionar que a pesar de los bajos %S, en todas las pruebas se observó una tendencia al aumento de la solubilización conforme aumentó el tiempo de contacto con los imanes.

Como se mencionó anteriormente, los mayores %S en el presente estudio fueron de 2.20% y 2.31%, cabe mencionar que todas las pruebas se realizaron con una intensidad magnética de 400 mT. En una investigación realizada por Guan et al., (2017), evaluaron la desintegración de lodos activados residuales induciendo diferentes intensidades de CM (80-200 mT). Los autores obtuvieron con 180 mT y en términos de grado de desintegración (GD), un valor máximo del 44%, sin embargo, el mayor GD de todas sus pruebas (65%) resultó de combinar el CM con UL de 45 kHz. En la presente investigación no se registraron los resultados en términos de GD ya que este toma en cuenta la concentración de DQO_T antes del pretratamiento, así que el que los autores hayan reportado un GD del 44%, indicó que obtuvieron mejores efectos con las variables que utilizaron para el pretratamiento. La principal diferencia entre las variables de operación fue el tiempo de contacto con los imanes ya que, a pesar de que el tiempo de pretratamiento también fue de 30 min, la muestra de los autores se mantuvo todo el tiempo en contacto con el dispositivo utilizado (bobina magnética), mientras que en el presente trabajo fue de minutos debido a que se encontraba girando a través el sistema y el área con los imanes era reducida. Por otro lado, la concentración de ST fue mucho menor a la suya (15,000 mg·L⁻¹), lo cual definitivamente influyó sobre la hidrólisis de la materia particulada. Asimismo, la relación SST/SSV que registraron fue 15% mayor, de tal forma que, con una mayor concentración de materia orgánica, menor fue la concentración de materia particulada para solubilizar. Tomando esto en cuenta, y a causa de la falta de investigaciones relacionadas para comparar y explicar los resultados obtenidos, se calculó el contenido de materia particulada de los lodos residuales previo al pretratamiento con base en las investigaciones de Zhang et al., (2007) y Salsabil et al., (2009). Como resultado se obtuvo que tanto el lodo primario, secundario y la mezcla de estos, presentaron un porcentaje del 99% de materia particulada la cual, al estar asociada con los sólidos suspendidos, es más lenta de biodegradar, esto puede explicar los bajos %S. Esto alude a que el bajo tiempo de contacto con los imanes no indujo la fuerza suficiente para una óptima solubilización de la materia.

Tabla 5.6. Resultados de las pruebas de pretratamiento con campo magnético para la mezcla 70:30.

| VP | TC | TP | Número de vueltas al | DQOs (mg·L·1) | % de solubilización |
|-----------------------|----------------|-------|----------------------------|------------------|------------------------|
| (cm·s ⁻¹) | por vuelta (s) | (min) | sistema | | |
| | | 5 | 37 | 91.3 | 0.27 |
| | | 15 | 112 | 162.8 | 0.65 |
| 6.6 | 0.60 | 30 | 225 | 96.3 | 0.28 |
| | | 45 | 337 | 141.1 | 0.44 |
| | | 60 | 450 | 281.3 | 0.82 |
| | | 5 | 91 | 117.9 | 0.35 |
| | | 15 | 274 | 110.6 | 0.43 |
| 16.0 | 0.20 | 30 | 547 | 230.0 | 0.93 |
| | | 45 | 821 | 370.8 | 1.20 |
| | | 60 | 1,094 | 817.1 | 2.20* |
| | | 5 | 187 | 133.9 | 0.39 |
| | | 15 | 561 | 175.6 | 0.67 |
| 32.8 | 0.10 | 30 | 1,122 | 863.7 | 2.31* |
| | | 45 | 1,683 | 223.4 | 0.93 |
| | | 60 | 2,244 | 491.7 | 1.54 |

^{*}Los valores destacados son aquellos que se utilizaron posteriormente para el pretratamiento de los lodos como alimentación de los digestores anaerobios, ya que presentaron los mayores porcentajes de solubilización.

5.3. Etapa III: Inoculación, aclimatación y operación de los digestores anaerobios

5.3.1. Inoculación y aclimatación a la mezcla 70:30

El volumen útil de los digestores anaerobios fue de 1.2 L. Estos se inocularon al 30% con el lodo previamente tamizado, y el resto del volumen se aforó con la mezcla de lodo 70:30 de acuerdo con Martín *et al.*, (2015). La ventaja principal de utilizar este tipo de lodo como inóculo fue que, al provenir de un reactor UASB a gran escala, los gránulos fueron metanogénicos, además de que la elevada concentración de microorganismos presentes estaba aclimatada a las condiciones anaerobias, lo cual fomentaría la aceleración del proceso (Bakraoui *et al.*, 2019).

En cuanto al período de aclimatación al sustrato, este finaliza una vez que se alcanzan los primeros resultados estables de reducción de sólidos volátiles y producción de biogás (Ramírez-Camperos *et al.*, 2017). Esto se logró tras de 1 mes de operación, durante el cual se alimentó únicamente con la mezcla de lodo 70:30 para que la biomasa lograra

aclimatarse (Mao y Show, 2006). El TRS de esta etapa fue de 15 días; para ello diariamente se alimentaban y purgaban 80 mL de lodo a los digestores. La concentración promedio de DQO_T en el influente fue 26,200±1,300 mg·L⁻¹, con la cual se obtuvo una COV de 1.75 kgSSV·m⁻³·d⁻¹. Los ST del influente presentaron una concentración elevada, ya que poco antes de comenzar con ella se realizó uno de los muestreos. Esta fue de 42,000±3,100 mg·L⁻¹, mientras que la de SST y SSV fue de 33,600±800 y 21,800±1,050 mg·L⁻¹, respectivamente. Estos últimos representaron el 65% de los SST, lo cual indicó un contenido adecuado de materia orgánica (Metcalf y Eddy, 2013). En la Figura 5.3 se muestran los % de remoción tanto de DQO_T como de SSV de los tres digestores anaerobios durante el mes de aclimatación a la mezcla de lodo 70:30.

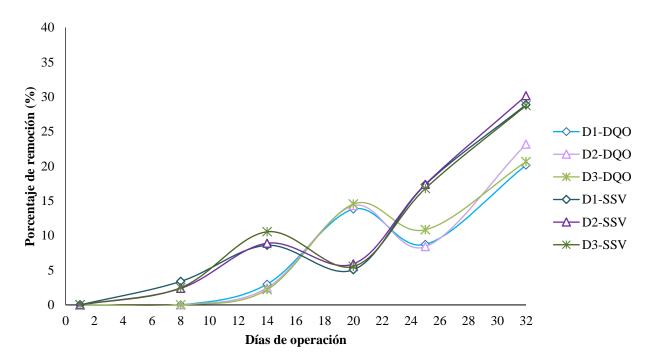


Fig. 5.3. Porcentajes de remoción de DQO_T y SSV durante la fase de aclimatación.

Cómo se mencionó anteriormente, una de las desventajas de la digestión anaerobia es el requerimiento de largos periodos para el arranque o aclimatación de los digestores (Bitton, 2005; Sarvenoei *et al.*, 2018), de ahí que los porcentajes de remoción hayan sido bajos. Se puede observar que a pesar de que los tres digestores se operaron a la par, hubo ligeras variaciones en los resultados de cada uno a causa del error sistemático durante el proceso. Al finalizar esta etapa, en términos de DQO_T, las remociones en los digestores 1, 2 y 3 resultaron en 20, 23 y 21%, respectivamente, mientras que los de SSV fueron del 29, 30 y 28%. De acuerdo a la literatura las remociones fueron bajas (Khanal *et al.*, 2007; López-Hernández *et al.*, 2017), ya que estas deben ser de un 40%, sin embargo, se decidió comenzar a alimentar los digestores con los lodos pretratados para disponer del tiempo

suficiente para el resto de las pruebas. Por otro lado, el que las remociones de SSV fueran mayores a las de DQO_T. fue porque, a pesar de que la concentración final de SSV fue incluso menor a la de DQO_T (21,800 contra 26,200 mg·L⁻¹), esta indica prácticamente materia orgánica en su totalidad, mientras que con la concentración de DQO_T también se cuantifican compuestos de difícil degradación en forma de materia particulada, así como compuestos orgánicos inertes o recalcitrantes (López-Hernández *et al.*, 2017). Por lo tanto, en términos de SSV, se cuantificó ligeramente mejor la degradación de materia orgánica durante la aclimatación.

En cuanto al pH de los digestores, este se mantuvo dentro del rango adecuado para la operación de digestores anaerobios (Amani *et al.*, 2010) con un valor de 7.35±0.15; mientras que la temperatura promedio del efluente fue de 30±1.0°C. Por otro lado, el biogás producido presentó mayor variación entre cada digestor durante la aclimatación a pesar de que las condiciones de operación y remociones de materia orgánica fueran prácticamente iguales. Estos resultados se presentan en la Figura 5.4. La producción promedio de biogás en los digestores 1, 2 y 3 fue de 150±26, 236±64, y 208±52 mL·d⁻¹, respectivamente. Se puede observar que a partir del día 24 la producción diaria comenzó a estabilizarse y aumentar, sin embargo, se decidió operar el mes completo para una mayor estabilidad y aclimatación de las bacterias a la mezcla de lodo. Con estos resultados, se comenzó a alimentar a los digestores anaerobios con la mezcla de lodo pretratada.

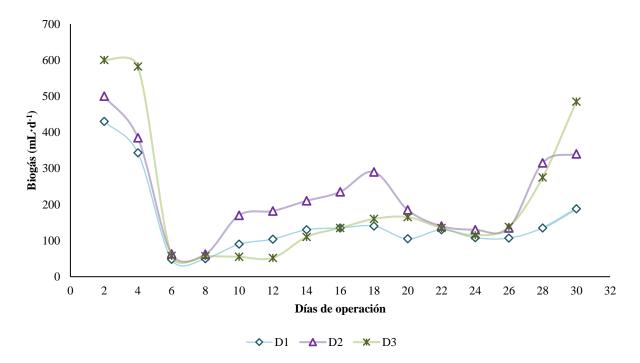


Fig. 5.4. Producción de biogás durante la fase de aclimatación de digestores anaerobios.

5.3.2. Operación de digestores anaerobios alimentados con lodos pretratados

5.3.2.1. Parámetros de operación y control de la digestión anaerobia

Las características de operación de cada digestor resultantes de las pruebas de pretratamiento se muestran en la Tabla 5.7. En ambas fases y para los tres digestores se operó con un TRS de 15 d y un tiempo de operación de 45 d por cada fase. Con respecto a las COV, se mantuvieron entre 2.1-2.5 kgSSV·m⁻³·d⁻¹. Referente a las características del digestor alimentado con UL, cada una de las fases se operó con las mayores EE resultantes de las pruebas de pretratamiento, es decir, 240,000 y 120,000 kJ·kg ST⁻¹, las cuales se obtuvieron con las potencias de 180 y 90 W, respectivamente, ambas con un tiempo de pretratamiento de 120 min. Por otro lado, para el pretratamiento con CM se utilizaron los mayores porcentajes de solubilización resultantes, los cuales se obtuvieron con 0.10 s de contacto con los imanes durante 30 min de pretratramiento y 0.20 s de contacto con los imanes durante 60 min de pretratramiento, para la fase 1 y 2, respectivamente.

Tabla 5.7. Características de operación de digestores anaerobios alimentados con lodos pretratados.

| | Digestor | Lodo de alimentación | Características pretratamiento | COV aplicada (kgSSV·m ⁻³ ·d ⁻¹) |
|----------|----------|-------------------------|--------------------------------------|---|
| | D1 | Ultrasonicación | 240,000 kJ·kg ST ⁻¹ | 2.5±0.5 |
| Fase | D2 | Campo magnético | 0.10 s con los imanes durante 30 min | 2.5 ± 0.6 |
| <u> </u> | D3 | Mezcla | | 2.2±0.3 |
| 7 | D1 | Ultrasonicación | 120,000 kJ·kg ST ⁻¹ | 2.1±0.1 |
| Fase | D2 | Campo magnético | 0.20 s con los imanes durante 60 min | 2.5 ± 0.3 |
| üμ | D3 | Mezcla | | 2.5 ± 0.3 |

En cuanto a los parámetros de monitoreo del proceso, los resultados promedio obtenidos durante cada fase se muestran en la Tabla 5.8. En ambas fases la temperatura y el pH de los digestores se mantuvo entre 31-33°C y 7.2-7.4, respectivamente, estos rangos se encuentran dentro de los intervalos de control establecidos por la Water Enviroment Federation (WEF, 2008 en CONAGUA, 2007) los cuales son de 32-38°C y 6.8-7.4 para la temperatura y el pH, respectivamente.

Por otro lado, en el proceso de digestión anaerobia existe un requerimiento obligado de nitrógeno y sulfuros para la actividad de la biomasa activa. Respecto a la concentración de sulfuros (S²-) en ninguna de las fases experimentales se rebasaron los 100 mg·L¹-l lo cual indicó un proceso adecuado ya que concentraciones mayores a 200 mg·L¹-l presentan efectos inhibitorios sobre la digestión anaerobia, esto se debe a que las bacterias sulfatoreductoras crecen óptimamente con sulfatos y sulfuros y suprimen las reacciones de la metanogénesis, provocando una disminución en la producción de CH4 (Chen *et al.*, 2008 en Amani *et al.*, 2010). En cuanto a los resultados obtenidos en la Tabla 5.8, se puede

observar que la concentración de S_2 - no varió de manera relevante entre los tres digestores, además que la concentración de los efluentes permaneció constante durante la segunda fase (79 mg·L⁻¹). El hecho de que la concentración en el efluente de D1 y D2 hayan sido menores que el control (D3) durante toda la primera fase probablemente se debió a que la alimentación de los digestores con lodos pretratados estimuló el crecimiento de la biomasa anaerobia, de tal forma que esa mayor cantidad de organismos empleó mayores concentraciones de S^2 -) (Speece y McCarty, 1964 en Mao Show, 2006).

Por otro lado, las concentraciones promedio de N-amoniacal en los influentes de cada digestor fueron de 306±32, 226±125 y 295±59 mg·L⁻¹, para D1, D2 y D3, respectivamente. El N-NH₄ puede estar presente en el sustrato de alimentación y también puede producirse durante la degradación anaerobia de compuestos orgánicos nitrogenados tales como proteínas o aminoácidos (Kayhanian, 1999 en Giri et al., 2016). Esto último se observó durante ambas fases experimentales ya que las concentraciones en los efluentes aumentaron el doble en la Fase 1 (665-702 mg·L⁻¹) y casi el triple en la Fase II (800-844 mg·L⁻¹), en comparación con las concentraciones de los influentes, asimismo se pudo observar que los valores de los influentes variaron con cada pretratamiento obteniéndose la mayor concentración con UL. Lo anterior es posible de explicar de acuerdo con los resultados obtenidos por Tiehm et al., (2000), y Bougrier et al., (2005), quienes observaron que, con el aumento de la energía específica o el tiempo de sonicación, aumentó la concentración de N-NH₄ en el sobrenadante en comparación con el control. A pesar de ser el N-NH₄ un nutriente importante para el crecimiento bacteriano durante la digestión anaerobia, una concentración excesiva puede limitar su crecimiento y la producción de biogás lo cual ocurre cuando se superan los 1,500 mg·L⁻¹ a un pH de 7.4 a 7.6 (Amani et al., 2010; FAO, 2011), respecto a ello se pudo observar que, aunque la concentración de los tres efluentes fue mayor en la segunda fase con un valor promedio de 820±22, no se rebasó el límite mencionado. Otro parámetro para el monitoreo de la digestión anaerobia es la alcalinidad, en la Tabla 5.8 se puede observar que en ambas fases experimentales los tres digestores se encontraron dentro del rango de 1,500-5,000 mg·L⁻¹ el cual representa el óptimo para el correcto funcionamiento de los digestores sugiriendo así un proceso estable (WEF, 2008 en CONAGUA, 2007; Bakraoui et al., 2019). Los gráficos del comportamiento de todos los parámetros de operación mencionados se encuentran en el Anexo II.2.

Tabla 5.8. Concentraciones en el efluente durante la operación y monitoreo de los digestores anaerobios.

| Parámetro | | Fase I | | | Fase II | |
|-------------------|----------------|---------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| Parametro | D 1 | D2 | D3 | D1 | D2 | D3 |
| pН | 7.3±0.1 | 7.4±0.2 | 7.4±0.1 | 7.4±0.1 | 7.2±0.1 | 7.3±0.1 |
| Temperatura | 33.5 ± 1.4 | 31.7±1.9 | 33.5 ± 1.4 | 32.8 ± 1.3 | 33.5 ± 1.4 | 33.3 ± 1.4 |
| Sulfuros | 76±10 | 75±11 | 82±22 | 79±16 | 79±11 | 79±6 |
| N Amoniacal | 702±131 | 665±116 | 686±162 | 844±65 | 814±86 | 800±95 |
| Carbohidratos | 2,060±901 | 1,775±731 | 2,091±853 | 2,683±901 | 3,536±689 | 2,996±166 |
| Alcalinidad total | 1,937±430 | $2,167\pm400$ | 1,930±430 | 2,360±57 | $1,840\pm226$ | 1,865±93 |

^{*}Todas las unidades se reportan en mg·L⁻¹, a excepción de la temperatura (°C) y el pH (unidades).

Se cuantificó la concentración de carbohidratos tanto en el influente como el efluente de los digestores anaerobios con la finalidad de observar el comportamiento de una de las macromoléculas más abundantes en la materia orgánica después del pretratamiento de los lodos y durante su digestión anaerobia. La concentración promedio en los influentes durante la primera fase fue de 3,400±356 para D1, 3,490±218 en D2, y 2,680±190 para D3. Por otro lado, en la segunda fase se obtuvieron valores más elevados, con 3,780±138, 4,550±176 y 2,860±136 mg L⁻¹ para D1, D2 y D3, respectivamente, sin embargo, al realizar una prueba de ANOVA para calcular diferencias significativas entre los influentes de ambas fases, estas no se presentaron (Ver Anexo III.1). Es importante señalar que en ambos casos las concentraciones fueron mayores en los lodos pretratados debido al efecto de hidrólisis de la materia orgánica.

En la Figura 5.5 se muestra el comportamiento de la concentración de carbohidratos en el efluente de los 3 digestores durante las dos fases experimentales. Se puede observar que en ambos casos las concentraciones disminuyeron con el paso del tiempo de operación, de tal forma que las concentraciones mínimas obtenidas fueron 1,002 mg·L¹en D2 al finalizar la primera fase, y 1,400 mg·L¹ para D1 al finalizar la segunda. En términos de porcentaje de remoción, al final de cada fase experimental se obtuvieron valores del 67, 56 y 26%, para D1, D2 y D3, respectivamente, mientras que en la segunda fase estas fueron del 62, 59 y 38%, respectivamente. Al parecer, la mayor concentración de carbohidratos en el influente de los digestores alimentados con lodos pretratados indicó una mayor cantidad de materia orgánica disponible para las bacterias, lo cual se tradujo en remociones más altas tanto en D1 como D2. Al realizar las pruebas de ANOVA (Ver Anexo III.1), se observó que en ambas fases se presentaron diferencias significativas en comparación con el control; en la primera fase se presentaron tanto en D1 como D2, mientras que en la segunda fue únicamente en D1. El que los resultados hayan sido mayores para el pretratamiento con UL coincide con lo reportado por Houtmeyers *et al.* (2014), quienes obtuvieron un aumento en

la concentración soluble de carbohidratos de una muestra de lodos espesados tras un pretratamiento ultrasónico de 96 kJ·kgST^{.1}, por lo cual concluyeron que dichas macromoléculas se solubilizaron como consecuencia del pretratamiento. Por otro lado, Yang *et al* (2015) y Giri *et al* (2016), obtuvieron una remoción final de carbohidratos del 50% y 52%, sin ningún tratamiento previo a la digestión anaerobia de lodos secundarios residuales. El hecho de que dichos porcentajes sean menores a los obtenidos en la presente investigación para D1 y D2 señalan nuevamente el efecto positivo del uso de los pretratamientos.

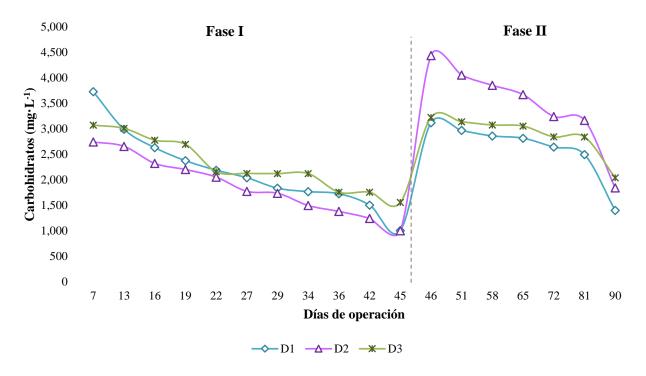


Fig. 5.5. Concentración de carbohidratos en el efluente de los digestores anaerobios.

5.3.2.2. Remoción de materia orgánica en términos de SSV, DQO total y soluble

En la Tabla 5.9 se muestran las concentraciones promedio de SSV, DQO_T y DQOs en el influente y efluente de cada digestor. De acuerdo con los análisis de varianza (ANOVA de 1 vía con 95% de confianza) no se encontraron diferencias significativas en la DQO_T y SSV de los influentes de cada digestor. Esto coincide con lo mencionado por Houtmeyers *et al* (2014), y Kim y Lee (2011), quienes tampoco encontraron diferencias estadísticamente significativas para dichos parámetros, por ello mencionan que la diferencia se encuentra en la fase soluble de las muestras, es decir, en la concentración de la DQOs. Esto sucedió también en la presente investigación como resultado del efecto de los pretratamientos, lo cual se vio reflejado en las diferencias significativas de las concentraciones de los

influentes, así como en la disminución de las concentraciones en los efluentes. El resumen de los resultados de las pruebas estadísticas se muestra en el Anexo III.1.

Tabla 5.9. Concentración de materia orgánica en el influente y efluente de los digestores anaerobios durante ambas fases.

| | | Fase I | | | Fase II | |
|-----------|---------------|--------------|--------------|---------------------|--------------|--------------|
| | D 1 | D2 | D3 | D 1 | D2 | D3 |
| | | | Influente (m | g•L-1) | | |
| SSV | 22,900±934 | 21,060±1,702 | 20,140±411 | 19,210±1,052 | 20,220±836 | 15,980±1,270 |
| DQO_{T} | 34,740±3,325 | 36,935±2,340 | 33,510±2,700 | 37,180±3,600 | 38,000±3,050 | 31,640±2,400 |
| DQOs | $1,605\pm130$ | 450±40 | 275±10 | $1,973\pm245$ | 522±52 | 243±85 |
| | | | Efluente (mg | g·L ⁻¹) | | |
| SSV | 16,330 | 15,975 | 19,100 | 14,845 | 16,100 | 15,610 |
| DQO_T | 27,925 | 26,480 | 32,710 | 22,455 | 25,055 | 25,100 |
| DQOs | 1,120 | 720 | 815 | 650 | 605 | 525 |

En la Figura 5.6 se presentan los % de remoción de DQO_T, DQOs y SSV. Durante la primera fase experimental, las remociones finales de DQO_T en los digestores presentaron valores del 44, 54 y 40%, para D1, D2 y D3, respectivamente, mientras que para la segunda fase los valores fueron del 68, 54 y 48%. Los porcentajes obtenidos fueron 53 y 31% en la primera fase para D1 y D2, respectivamente, y 78 y 19% para la segunda, cabe destacar que en ninguna de las dos fases experimentales hubo remoción en el control (D3). En cuanto a la degradación de SSV, los valores fueron del 43, 52 y 25% en la primera fase, y 31, 45 y 31% en la segunda para D1, D2 y D3, respectivamente. En la figura se puede observar que, al cambiar las condiciones de operación de una fase a otra, los porcentajes de remoción de DQO_T y SSV disminuyeron principalmente en D3, lo cual sugiere que la biomasa activa ya se encontraba aclimatada a los lodos pretratados, presentando a los 5 d remociones mayores al 20% en D1 y D2 mientras que para D3 fue únicamente del 5%. Este comportamiento también se observó en el trabajo de Kim y Lee (2011), cuyas concentraciones de SV comenzaron a disminuir gradualmente a partir del décimo día de digestión con UL como pretratamiento. De manera similar, Yavuz y Celebi (2000), Ji et al (2010); Kr iklavova et al (2014) y Gliniak et al (2018), observaron que el tiempo en el que los microorganismos comenzaron a degradar los diferentes sustratos era menor en los reactores bajo una inducción magnética que sin ella. Como se mencionó anteriormente, la digestión anaerobia estabiliza los sólidos mediante la reducción de masa de SSV, típicamente de un 40 a 60% (Metcalf y Eddy, 2013; López-Hernández et al., 2017). Tomando esto en cuenta, se puede observar que los valores obtenidos se encuentran dentro del rango mencionado. No obstante, el hecho de que no se haya sobrepasado el 55% de remoción en ninguno de los

digestores difiere con lo reportado por Khanal *et al.* (2007) quienes mencionan que teóricamente la remoción de SV con el uso de un pretratamiento es al menos 10% mayor a los resultados obtenidos convencionalmente. Una posible explicación a ello es la concentración de SV de la mezcla de lodo 70:30 antes de ser pretratada cuyo contenido durante toda la fase experimental fue del 67±8%, así como el elevado contenido de materia particulada que se mantuvo en un 99% antes de los pretratamientos, de ahí también que los porcentajes de solubilización hayan sido bajos.

Para determinar la existencia de diferencias significativas entre los porcentajes de remoción obtenidos se realizó una prueba de ANOVA (Ver Anexo III.1). Respecto a los % de remoción de SSV, solo se presentaron diferencias significativas entre los dos digestores alimentados con lodo pretratado y el control durante la Fase I. En cuanto a la DQO_T los resultados indicaron que en ambas fases hubo diferencias significativas entre D3, D1 y D2. Cabe mencionar que en la primera fase D2 también presentó diferencias significativas con D1. En cuanto al pretratamiento con UL los resultados son comparables con los reportados por Kim y Lee (2011), quienes evaluaron el pretratamiento con UL de lodos activados residuales durante la DA utilizando diferentes TRS (7, 14, 21 y 28 d). Dentro de sus resultados obtuvieron las mayores remociones de DQO_T y sólidos con el mayor TRS y %S utilizados, es decir, 28 d y 50%, respectivamente. En la presente investigación con 15 d de TRS, D1 presentó el mayor % de remoción de DQO_T al finalizar la Fase II (68%) siendo esta 30% mayor al control, de manera similar los autores obtuvieron una remoción 39% mayor y 42% para SV, mientras que en el presente trabajo fue del 40%, sin embargo, esta última se obtuvo al finalizar la Fase I. En cuanto a la remoción de DQOs, sus remociones reportadas no sobrepasaron valores mayores al 20% respecto al control. Es importante mencionar que, si bien las remociones de materia orgánica reportadas por los autores son prácticamente iguales a las del presente trabajo, sus %S fueron mayores (16, 30 y 50% contra 5 y 7%), y a pesar de ello no encontraron diferencias significativas con el control. Finalmente, adjudican el comportamiento de sus resultados a que el exceso de irradiación de UL, probablemente convirtió los SV en compuestos inertes o inhibitorios de la metanogénesis en la DA. Sin embargo, no presentan las bases suficientes para concluirlo.

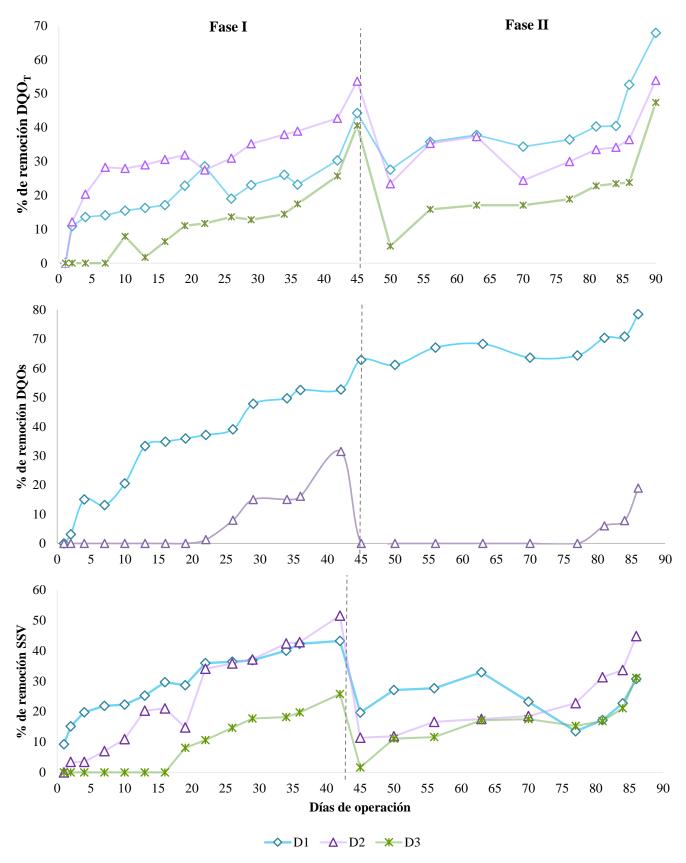


Fig. 5.6. Remoción de materia orgánica en los 3 digestores anaerobios durante las dos fases experimentales.

Otro estudio relacionado es el de Pilli *et al.* (2016), quienes evaluaron el efecto de la sonicación sobre la remoción de SV de lodo primario, secundario y la mezcla de ambos, esto con diferentes EE (4,200 a 9,040 kJ·kgST⁻¹) y distintas concentraciones de ST (20,000, 30,000 y 40,000 mg·L⁻¹). Después de 30 d de digestión, los autores observaron un comportamiento similar en los tres tipos de lodo: la reducción de SV fue mayor con la UL que el control independientemente del tipo de lodo y la concentración de ST, sin embargo, a manera que esta aumentó la degradación de SV disminuyó. Las mayores remociones fueron 9.4 y 17% mayores al control para el lodo primario y secundario, respectivamente, con la concentración de ST de 30,000 mg·L⁻¹. Esta concentración es similar a las utilizadas en el presente estudio, no obstante, se puede observar que las EE de los autores fueron más bajas, lo cual nuevamente alude a que un exceso en el suministro de EE puede provocar efectos negativos en el proceso de digestión anaerobia.

Por otro lado, Salsabil *et al.* (2009), compararon la reducción de materia orgánica en lodos activados mediante digestión aerobia y anaerobia. Si bien no se especifican los tiempos de sonicación, las EE suministradas fueron 3,600, 31,500 y 108,000 kJ·kg ST⁻¹ siendo esta última bastante similar a los 120,000 kJ·kg ST⁻¹ inducidos en la segunda fase y en la cual se obtuvieron mejores resultados que en la primera. Similar a la presente investigación, tras 50 d de operación, con la inducción de su mayor EE el % de solubilización fue menor al 10%, sin embargo, las remociones de DQO_T, SST y SSV de los autores aumentaron respecto al control en un 6, 48 y 45%, respectivamente, mientras que en el presente trabajo estas fueron del 30, 21 y 1%. La diferencia entre los valores probablemente esté relacionada con el contenido de ST de las muestras de lodos, ya que, como se mencionó anteriormente, una mayor concentración de estos reduce el efecto de la ultrasonicación (Pilli *et al.*, 2016).

Las investigaciones relacionadas al uso de la UL como pretratamiento comenzaron hace más de 20 años (Ver Tabla 3.7), por lo cual la cantidad de información es significativa, así como las variables de operación tanto del pretratamiento como de la DA. Sin embargo, los factores en común de la mayoría de las investigaciones citadas son:

- 1) El contenido de ST en el lodo crudo no sobrepasa los $40,000 \text{ mg} \cdot L^{-1}$; las investigaciones que emplearon concentraciones mayores observaron un decremento ya sea en la remoción de materia orgánica o en la producción de biogás y metano.
- 2) Las EE específicas son menores a 60,000 kJ·kgST⁻¹; el uso de elevados suministros puede producir efectos negativos sobre las células bacterianas, por ello los tiempos de sonicación utilizados en la mayoría de las investigaciones relacionadas no sobrepasan los 60 min.

Con respecto a la materia orgánica en la Tabla 5.7 algunos autores obtuvieron remociones de SV 80% mayores al control, Appels *et al.* (2008), mencionan que la remoción de SV con un pretratamiento ultrasónico teóricamente debería ser 40-55% mayor a las remociones sin

él. En la presente investigación esto únicamente ocurrió al finalizar la primera fase resultando 41% mayor al control y presentando diferencias significativas lo cual indicó una optimización del proceso. Otro trabajo con el cual es posible justificar el comportamiento de los resultados es el de Banks y Walker (1976), quienes a partir del conteo de bacterias viables reportaron que las bacterias del lodo residual pueden recuperarse tras un período de sonicación, sin embargo, observaron que a mayor tiempo de sonicación decrecía el número de bacterias viables, por lo cual concluyeron que este exceso presentó un efecto letal por parte de la UL. Asimismo, Chu et al., (2001), observaron que la densidad de bacterias heterótrofas y coliformes totales (siendo más resistentes las primeras a las segundas) comenzó a disminuir notablemente después de 60 min de sonicación; tras este período y bajo una densidad de 0.11 W·mL⁻¹, el número de bacterias viables fue únicamente del 41% por lo cual los autores mencionan que, si el tiempo de sonicación continuaba aumentando, los niveles de densidad microbiana seguirían disminuyendo. Esto probablemente sucedió con los resultados de la presente investigación ya que el tiempo de sonicación fue de 120 min, aunado a esto, las densidades utilizadas fueron considerablemente mayores (0.45 y 0.90 W·mL⁻¹).

Por otro lado, Appels et al., (2008), mencionan que el incremento de las EE probablemente logra solubilizar compuestos orgánicos que no son necesariamente biodegradables, por lo tanto, no son adecuados como sustrato para los microorganismos anaerobios. Otra razón por la cual mencionan que no es viable utilizar altas EE es por el factor económico ya que para obtener un beneficio económico a partir del biogás producido estas se restringen a suministros que no excedan los 2,400 kJ·kgST⁻¹. Cómo se mencionó anteriormente, la temperatura tiene un efecto significativo sobre la ultrasonicación. A nivel microscópico, el incremento de la temperatura provocado por las micro-burbujas formadas durante la cavitación generan grandes cantidades de radicales libres, las cuales contribuyen en gran medida a la inactivación microbiana, así como a la disolución de compuestos orgánicos (Martín et al., 2015). Si bien siempre se aseguró que la temperatura de la muestra después de la sonicación se mantuviera dentro del rango adecuado, es posible que este efecto haya ocurrido durante el pretratamiento ya que el tiempo de sonicación fue bastante alto en comparación con la mayoría de los trabajos relacionados. Una vez mencionado estos factores, es posible ultimar que la variable que limitó el que se presentaran mayores % de remoción, como lo menciona la mayoría de la bibliografía relacionada, fue el exceso de EE suministrada para D1.

En cuanto a las remociones de materia orgánica obtenidas con CM como pretratamiento, la información en sistemas anaerobios es escasa, y se debe principalmente a que las investigaciones relacionadas comenzaron hace menos de 10 años, por ello, la bibliografía citada no es tan extensa como aquella con sistemas aerobios o con UL (Ver Tabla 3.9). Sin embargo, algunos resultados indican que la inducción de un CM puede incrementar la actividad bacteriana mejorando la eficiencia de la digestión anaerobia (Dębowski *et al.*,

2016; Chen *et al.*, 2019). Con respecto al CM las remociones de DQO_T y SSV en D2 durante la Fase I fueron 24 y 50% mayores al control, respectivamente, presentando diferencias significativas en ambos casos, mientras que en la Fase II los porcentajes fueron 12 y 31% mayores presentando únicamente diferencias significativas respecto al control en las remociones de DQO_T. A pesar de que las características de operación durante ambas fases fueron bastante similares (ver Tablas 5.4 y 5.6), se puede observar una tendencia a remociones más altas a lo largo de la primera fase. Esto posiblemente se deba al contenido de materia orgánica de la mezcla de lodo utilizada, ya que los muestreos fueron durante diferentes épocas del año (Ji *et al.*, 2010).

La gran mayoría de las investigaciones con sistemas aerobios mencionan que un CM de moderada intensidad (1 mT a 1T) incrementa la actividad y crecimiento microbiano, optimizando así los sistemas de tratamiento biológico (Yavuz y Celebi, 2000; Ji et al., 2009; Kr iklavova et al., 2014; Zielinski et al., 2018). Por ejemplo, Ji et al. (2010), observaron que la temperatura tuvo un efecto importante en la degradación de la DQO_T en el proceso de lodos activados con la inducción de CM durante la operación de los reactores. Los resultados óptimos fueron entre los 20 y 40°C, es decir, a la temperatura de la DA. Tomando esto en cuenta, se infirió que el comportamiento es similar en sistemas anaerobios. Un ejemplo del efecto del CM sobre el crecimiento bacteriano es el trabajo de Ji et al., (2009), quienes evaluaron el efecto de la inducción de 450 mT sobre las UFC (Unidades Formadoras de Colonias) de E. coli. Ellos observaron que conforme aumentaba el tiempo de exposición (0-60 min), disminuía exponencialmente el número de UFC a 35°C. Los experimentos sugirieron que bajo esas características el CM inhibía fuertemente el crecimiento y propagación de las células e incluso un gran número no sobrevivió a la fase inicial del tratamiento con CM. Después, las células que sobrevivieron se adaptaron al ambiente magnético y el número de UFC dejó de disminuir, posteriormente con 30 min de exposición evaluaron el efecto de la temperatura y de manera similar encontraron que el aumento de esta entre los 24-40°C disminuía el número de UFC lo cual sugirió que las células de E. coli se mostraron más sensibles a mayores temperaturas. Con esta información se procedió al uso de microscopía electrónica para determinar daños en la superficie de las células expuestas y observaron que, en las células sin inducción de CM, la superficie estaba completa y lisa mientras que las células con tratamiento magnético se observaron fracturadas especialmente en los extremos. Aunque la inducción magnética fue prácticamente la misma a la del presente trabajo, el tiempo que utilizaron fue mucho mayor ya que la muestra estuvo expuesta al CM en su totalidad durante el tiempo de inducción, lo cual dio lugar a los efectos negativos obtenidos por los autores.

En cuanto a los efectos sobre la DA, Ramírez-Camperos *et al.*, (2017), evaluaron la reducción de SSV, producción de biogás y metano mediante la estabilización anaerobia con y sin un pretratamiento magnético. Para ello los autores mantuvieron en contacto una

mezcla de lodo primario y secundario con imanes de ferrita de 500 mT durante una hora. Los autores obtuvieron las reducciones de SSV más altas de todas las etapas al modificar la mezcla de lodo en una proporción 20% primario y 80% secundario, sin embargo, la COV resultante fue menor a la del presente trabajo (1.21 contra 1.75 kgSSV·m⁻³·d⁻¹, respectivamente), además el digestor alimentado con dicha mezcla fue el único que operaron con el pretratamiento magnético, obteniendo así el valor más elevado (53% de remoción). De igual manera estos fueron altos con menores COV y mayor TRS. Similarmente, Chen et al. (2019) investigaron los factores de efecto magnético sobre la DA de lodo municipal deshidratado, tales como un campo magnético estático (SMF por sus siglas en inglés) de 20 mT, nanopartículas magnéticas (NM) y partículas magnéticas ordinarias (PMO), estas dos últimas con una dosis de 0.2% con base en el peso húmedo de los lodos. Para todas sus corridas experimentales, incluyendo el control, las remociones de DQO_T estuvieron alrededor del 86% por lo cual concluyeron que ninguno de los tres factores tuvo un efecto sobre la remoción de este parámetro. Esto no sucedió en la presente investigación ya que en ambas fases las remociones en D2 fueron significativamente mayores al control, sin embargo, cabe destacar que la intensidad que ellos utilizaron fue 20 veces menor. Por otro lado, en términos de reducción de SSV los autores obtuvieron los mejores resultados con las NM, resultando en una remoción 17% mayor al control. En el presente estudio, las remociones de SSV solo fueron significativamente mayores durante la primera etapa.

El rango de intensidad comúnmente utilizado para la degradación de contaminantes en presencia de microorganismos es de 1 mT a 1 T (Drzewicki et al., 2016; Chen et al., 2019). El conocimiento en términos de un nivel de intensidad específico para promover o inhibir el crecimiento y actividad de los microorganismos, así como la combinación de efectos magnéticos relacionados a los sistemas biológicos aún es limitado y no está del todo claro, como en el caso de la ultrasonicación (Zhang et al., 2021). Sin embargo, varias investigaciones tienen en común que esto dependerá de los microorganismos expuestos ya que cada uno presenta un nivel único de susceptibilidad magnética, por lo cual su comportamiento es diferente ya sea positiva o negativamente. (Fojt et al., 2009; Wang et al., 2012; Drzewicki et al., 2017; Chen et al., 2019; Ren et al., 2018; Zaidi et al., 2019). Es importante mencionar y tomar en cuenta que la relación entre la intensidad de CM inducida y el comportamiento de los microorganismos no es lineal y también influye la intensidad de este, esto es, que las células responden de manera positiva únicamente en rangos específicos, y si se excede de esas intensidades, la respuesta celular se debilitará o desaparecerá (Filipic et al., 2012; Ramírez-Camperos et al., 2017; Zaidi et al., 2019). Asimismo, Zielinski et al (2018), quienes al no observar cambios en el crecimiento microbiano con una intensidad de 600 mT, aludieron a que no solo influye la inducción magnética si no también factores ambientales, por lo cual se deben elegir condiciones específicas dependiendo del tipo de microorganismos en el sistema. Como ejemplo se tiene el trabajo de Filipic *et al.* (2012), quienes mencionan que la inhibición del crecimiento inducido por el CM responde a mayores temperaturas, sin embargo, esta respuesta también es dependiente de las especies bacterianas ya que sus resultados más bajos (con una intensidad de 17 mT) fueron detectados con temperaturas menores a las óptimas para su crecimiento.

Retomando el análisis de la inducción de un CM como pretratamiento, y contrario a las investigaciones relacionadas al efecto de la ultrasonicación, en la mayoría de las investigaciones mencionados se pudo observar que más que un tratamiento previo a la DA, la inducción de un CM se utilizan para la bioaumentación del proceso con la finalidad de estimular la actividad metabólica, seleccionar una comunidad bacteriana específica o incrementar el crecimiento celular (Ji et al., 2010; Drzewicki et al., 2016; Ramírez-Camperos et al., 2017; Zhao et al., 2020). Por ello, uno de los objetivos principales de la presente investigación fue evaluar si la aplicación de un CM sometía la fuerza para dañar la membrana celular y la consecuente liberación de compuestos orgánicos solubles (Ramírez-Camperos et al., 2017; Ren et al., 2018; Sarvejonei et al., 2018). El hecho de que los %S obtenidos no sobrepasaran el 5% y tomando en cuenta que la intensidad de CM inducida fue mayor a las comúnmente utilizadas (100 mT), es posible que el bajo tiempo de contacto con los imanes de neodimio resultara insuficiente para la solubilización de la materia particulada. De ahí que el resultado final del %S fuera mínimo. A pesar de ello, los resultados en términos de reducción de SSV y DQO_T de la fase I, fueron adecuados. Esto sugiere que el CM estimuló a la biomasa activa de la muestra pretratada la cual fungía como sustrato del digestor, lo cual corresponde a lo mencionado acerca de que la estimulación del CM, al menos sobre lodos activados, se manifiesta principalmente desde dos aspectos; el efecto sobre el crecimiento microbiano y la actividad enzimática, ya que estos actúan sobre los iones metálicos que influyen en estos así como las subsecuentes reacciones metabólicas (Lan et al., 2015 en Chen et al., 2019).

5.3.2.3. Producción de biogás y metano

En la Tabla 5.9 se registraron los valores promedio de la producción de biogás obtenidos durante cada fase de la operación de los digestores anaerobios. Si bien se reportaron los resultados de tres diferentes formas, la producción específica (PE) es la que otorga mayor información ya que toma en cuenta la cantidad de materia orgánica consumida (gramos de SSV) para una cantidad dada de biogás producido. En estos términos, se puede observar que en ambas fases los digestores alimentados con lodos pretratados presentaron PE más altas que el control; en la primera fase se obtuvo una mayor producción en D1, por otra parte, en la segunda fase esta fue mayor en D2, lo cual coincide con la mayor remoción de SSV. En cuanto a la producción diaria, D1 también fue el digestor con mayor producción, mientras que D2 no produjo más biogás que el control. Este mismo comportamiento se observó en ambas fases para el biogás acumulado al final de cada fase.

Tabla 5.10. Producción de biogás promedio durante las dos fases experimentales.

| Diogós | Fase I | | | Fase II | | |
|---|------------|-----------|-----------|-----------|-----------|---------|
| Biogás | D 1 | D2 | D3 | D1 | D2 | D3 |
| Producción diaria (mL·d ⁻¹⁾ | 484±219 | 373±155 | 436±192 | 470±221 | 353±230 | 417±260 |
| Producción específica (NmL·gSSVconsumidos ⁻¹) | 117±30 | 99±23 | 77±39 | 315±63 | 381±78 | 272±42 |
| Biogás acumulado (L) | 22 | 17 | 20 | 16 | 12 | 15 |

En la Figura 5.7 se muestra el comportamiento de la producción de biogás para los tres digestores anaerobios durante las dos fases experimentales. Tanto para la producción diaria como para la PE se observa cómo estas incrementaron gradualmente y en los últimos días esto se aceleró únicamente para D1 y D2, sin embargo, al haber establecido los 45 d de operación no fue posible visualizar si este continuaría aumentando con el tiempo y hasta qué punto. En términos de producción específica, se puede observar que en la primera fase D2 presentó el valor más elevado, mientras que en la segunda lo fue D1. Para determinar si los resultados presentaron diferencias significativas respecto al control se realizó una prueba de ANOVA en la cual se observó que en ninguna de las dos fases experimentales hubo diferencias significativas en la PE entre los digestores alimentados con lodo pretratado y el control. El resumen de los resultados se muestra en el Anexo III.2. El hecho de que en la Fase 1 la producción del digestor alimentado con lodo sonicado haya sido menor al control es posible de explicar por Appels et al., (2008), quienes mencionan que altas EE no incrementan significativamente la producción de biogás, además de que la concentración de DQOs liberada con el pretratamiento no se transforma en biogás extra. Si bien, no indicaron el rango de valores que corresponde a intensidades altas, al ser las EE utilizadas en la presente investigación (240,000 y 120,000 kJ·kgST⁻¹) las más elevadas de la bibliografía consultada, es posible categorizarlas como altas, lo cual reafirma que un mayor suministro de EE resulta en una disminución de la producción de biogás debido al impacto negativo del exceso de energía sobre los microorganismos (Tiehm et al., 1997; Mao y Show, 2006). Salsabil et al., (2009), observaron que el rendimiento de biogás disminuyó con mayores EE (108,000 kJ·kgST⁻¹), y mayor tiempo de digestión (50 d). Por otro lado, Bougrier et al. (2005), reportaron que para la producción de biogás pareció no ser relevante el suministro de EE mayores a 7,000 kJ·kg ST⁻¹ ya que de esa manera la producción fue constante y el %S fue menor. Una vez mencionado esto, es posible dar una explicación al bajo rendimiento en la producción de biogás de D1 en ambas fases experimentales, ya que, a pesar de presentar los %S más altos, esto no se convirtió en biogás extra. Referente a la producción de biogás en D2, el cual fue alimentado con lodo bajo la inducción de CM, se puede observar que en ambas fases la producción diaria y acumulada fue menor que D1 e incluso también que D3, sin embargo, en términos de PE en ambas fases presentó los valores más altos, siendo 36 y 38% mayor al control para la Fase I y II, respectivamente. Este comportamiento también fue observado por Ramírez-Camperos *et al.*, (2017) quienes obtuvieron una PE de biogás 6% mayor al control en el digestor alimentado con lodos secundarios pretratados induciendo una intensidad magnética de 500 mT. Dentro de la bibliografía consultada se encontraron otras investigaciones que presentaron una optimización con el uso de algún tipo de CM, sin embargo, los sustratos que trataron mediante digestión anaerobia fueron diferentes, así como otras variantes de operación (Liu *et al.*, 2008; Dębowski *et al.*, 2016; Qu *et al.*, 2019). Previamente se hizo mención sobre la tendencia en el marcado aumento tanto de la producción de biogás como de la remoción de materia orgánica durante los últimos días de DA tanto para D1 como para D2. Una posible explicación es la reportada por Salsabil *et al.*, (2019), quienes observaron en sus resultados que, independientemente del TRS o TRH, un elevado tiempo de digestión proporcionó el tiempo suficiente para lograr una hidrólisis más completa de la materia particulada difícil de biodegradar, sin embargo, esto representa una desventaja debido a que uno de los objetivos de los pretratamientos es disminuir estos tiempos, lo cual no fue posible obtener en la presente investigación.

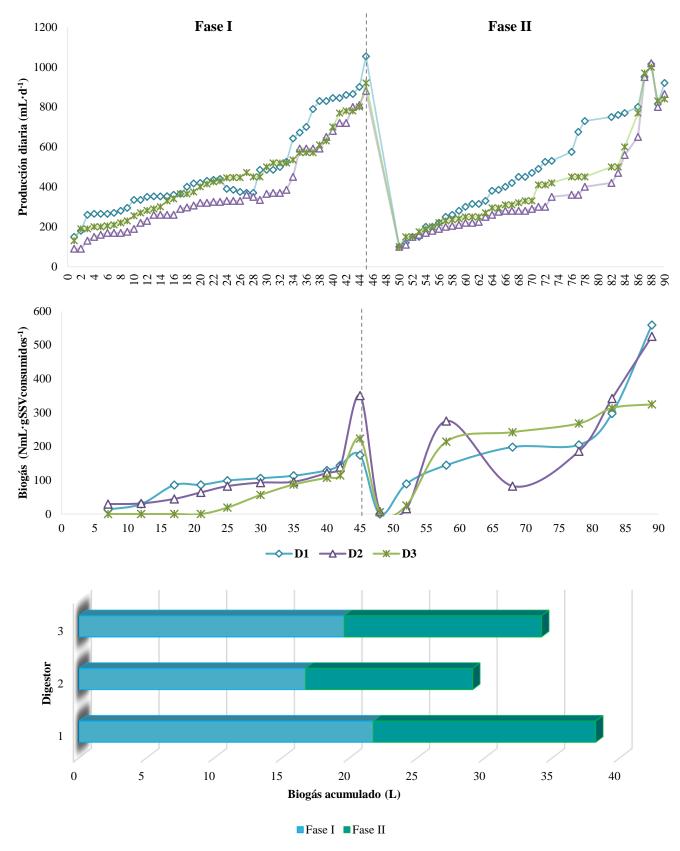
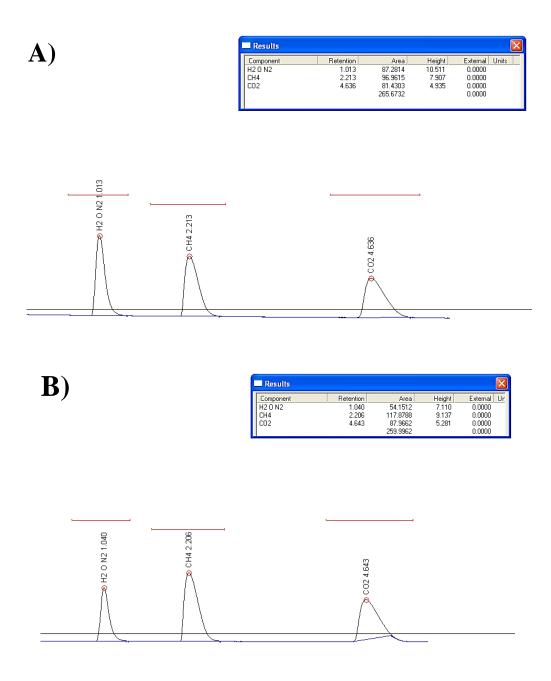


Fig. 5.7. Producción de biogás durante ambas fases experimentales.

En la Figura 5.8. se muestran algunos de los cromatogramas obtenidos durante la cuantificación de la composición del biogás (%) mediante cromatografía de gases durante la primera fase. La imagen A corresponde al digestor alimentado con lodo pretratado con sonicación mientras que B y C a los digestores alimentados con lodos pretratados con CM y al control, respectivamente. En las gráficas se puede observar que a pesar de que las cantidades de CH₄ son mayores, las de H₂ y CO₂ continuaron presentándose de manera relevante, lo cual se relaciona con el bajo rendimiento mencionado.





| Results | | | | | D. |
|-----------|-----------|----------|--------|----------|-------|
| Component | Retention | Area | Height | External | Units |
| H2 O N2 | 1.023 | 74.9606 | 9.295 | 0.0000 | |
| CH4 | 2.213 | 104.0742 | 8.351 | 0.0000 | |
| CO2 | 4.640 | 88.1194 | 5.298 | 0.0000 | |
| | | 267.1542 | | 0.0000 | |
| | | | | | |

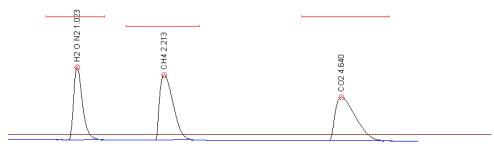


Fig. 5.8. Cromatogramas obtenidos durante la cuantificación de biogás mediante cromatografía de gases. A) D1, B) D2, C) D3

Los resultados de la producción de metano durante ambas fases experimentales se muestran en la Figura 5.9 y, de igual manera, se reportaron de tres diferentes formas; la cantidad de CH₄ producida por día, la producción específica normalizada y el contenido de CH₄ en porcentaje. Contrario a la producción de biogás o la remoción de DQO_T o SSV, la producción diaria de CH₄ (mL·d⁻¹) no fue óptima con los pretratamientos. Por ejemplo, al final de la primera fase para D3 (control) esta fue 6 y 11% mayor a D1 y D2, respectivamente, esto únicamente ocurrió con D1 en la segunda fase siendo este 15% menor al control. De igual forma el % de CH₄ resultó mayor en el control que en D1 y D2 en la Fase I, y solo mayor que D1 en la segunda fase. Cabe mencionar que dichos porcentajes estuvieron por debajo del 65-70%, cuyo valor es posible obtener bajo una típica DA exitosa, así que el hecho de que con un pretratamiento no se superara el 60% indicó que no se optimizó el proceso. Una posible explicación al comportamiento de los resultados es lo mencionado anteriormente, acerca de que bajos contenidos orgánicos en los lodos conduce a un menor rendimiento en la producción y composición de biogás, así como el exceso en la suministración de EE en el caso de D1 (Wang et al., 1999; Grönroos et al., 2005).

En cuanto al CM, uno de los trabajos relacionados a su uso como pretratamiento es el de Qu *et al.* (2019) quienes compararon la inducción de un CM, un campo eléctrico y la combinación de ambos como tratamiento previo a la DA de estiércol de lecherías. Los autores obtuvieron los mejores resultados con la combinación de ambos pretratamientos reportando que tan solo después de 9 d se alcanzó un 80% de CH₄ en las muestras de biogás el cual se mantuvo estable hasta alcanzar un 87%, además, esto se logró 13 días más rápido

que al utilizar cada pretratamiento por sí solo. Estos resultados difieren de manera notable con los de la presente investigación ya que para su control obtuvieron un 72% de CH₄, el cual es incluso mayor al más alto aquí reportado (56%) el cual se obtuvo con el pretratamiento magnético. Mediante un análisis de secuenciación macroscópica de los microorganismos en el sistema, los autores reportaron que tanto la diversidad de cepas bacterianas como la riqueza de microorganismos beneficiosos para cada fase de la fermentación anaerobia se vieron beneficiados por el uso de los pretratamientos en conjunto. Por otro lado, Zhao et al. (2020), evaluaron el efecto de diferentes intensidades magnéticas (0-36.4 mT) sobre la composición de la comunidad microbiana en cultivos anaerobios de lodos residuales, seguido, con el mejor resultado evaluaron el efecto sobre la producción de biogás en la fermentación anaerobia de rastrojo de maíz como sustrato, para ello utilizaron 11.4 mT ya que con esta intensidad se obtuvo un efecto significativo sobre el crecimiento de organismos metanógenos, resultando así, en un incremento del 85.5% en el número de colonias. Finalmente, mencionan que el CM logró incrementar de manera significativa la producción de biogás ya que tras 35 d de operación y con los 11.4 mT, los autores obtuvieron un incremento del 19.5% en la producción acumulada de biogás respecto al control, del mismo modo, observaron menor fluctuación en la composición del biogás, mientras que la producción de CH₄ fue 20% mayor al control. En la presente investigación D2 alcanzó una producción específica de CH4 de 60% y 32% mayor al control para las fases I y II, respectivamente. Al realizar las pruebas de ANOVA para determinar las diferencias significativas y a pesar del marcado aumento al finalizar cada fase, los resultados indicaron que no hubo diferencias significativas en ninguna de las dos fases. Esto se debe a que a excepción de las últimas determinaciones los valores eran constantes y similares. El resumen de las pruebas estadísticas se muestra en el Anexo III.2.

Ramírez-Camperos et al., (2017), indujeron un tratamiento magnético previo a la DA con imanes de ferrita de 500 mT durante una hora, un TRS de 15 d y diferentes cargas orgánicas. Los autores observaron que con una disminución de la carga orgánica (0.56-0.67 kgSSV·m⁻³·d⁻¹), de manera similar a la presente investigación, se obtuvo en promedio un aumento del 8% en la PE de metano. Finalmente, para su última etapa experimental los autores emplearon tres intensidades de flujo magnético (65, 250 y 500 mT), una para cada digestor anaerobio, y aumentaron el TRS a 20 d. Fue así como observaron el mayor valor en la producción de biogás siendo este 40% mayor al resto de los digestores y 31% mayor al control, de esta forma, aumentó el contenido de CH₄, resultando en un 70%, es decir, 20% mayor al resto de los digestores y 14% mayor al control, esto con la inducción de la mayor intensidad de CM. Dichas variables son similares a las utilizadas en la presente investigación y de igual manera los resultados obtenidos. Previamente se mencionó el trabajo de Chen et al. (2019), quienes evaluaron el efecto de la inducción de un campo magnético estático (SMF), nanopartículas magnéticas (NM) y partículas magnéticas ordinarias (PMO) en la digestión anaerobia de lodos municipales deshidratados. Con la inducción del SMF (20 mT) la producción de biogás acumulada resultó 17% mayor al control, mientras que el contenido de CH₄ se optimizó un 11%. Comparando estos resultados con los que obtuvieron utilizando NM, la producción de biogás fue 18% menor y el contenido de CH₄ 11% también menor, este comportamiento fue atribuido a una mayor superficie específica por parte de las NM, lo cual resultó en la formación de lo que ellos llamaron "portadores de crecimiento bacteriano", lo cual eficientizó el proceso de DA. Bajo estas condiciones también obtuvieron una remoción de materia orgánica 31% mayor al control, y observaron que las NM fueron más eficientes para la deshidratación del lodo que las PMO. Al ser estos resultados mayores a los obtenidos en la presente investigación podría suponerse que de haber aumentado el tiempo de contacto con los imanes de neodimio, el efecto sobre la DA sería mayor. Sin embargo, Debowski et al. (2016), observaron que al incrementar el tiempo de contacto del medio con el área expuesta al CM se obtuvo un impacto significativo en la reducción de la efectividad de la DA resultando en una disminución de la biodegradación, la producción de biogás (38% menor al valor más alto), y el contenido de CH₄ (37% menor). Esto sucedió con un TC de 432 min·d⁻¹ durante 20 d de operación. Los autores adjudicaron este comportamiento a la posible formación de radicales libres en las células de las bacterias anaerobias debido al elevado TC inducido.

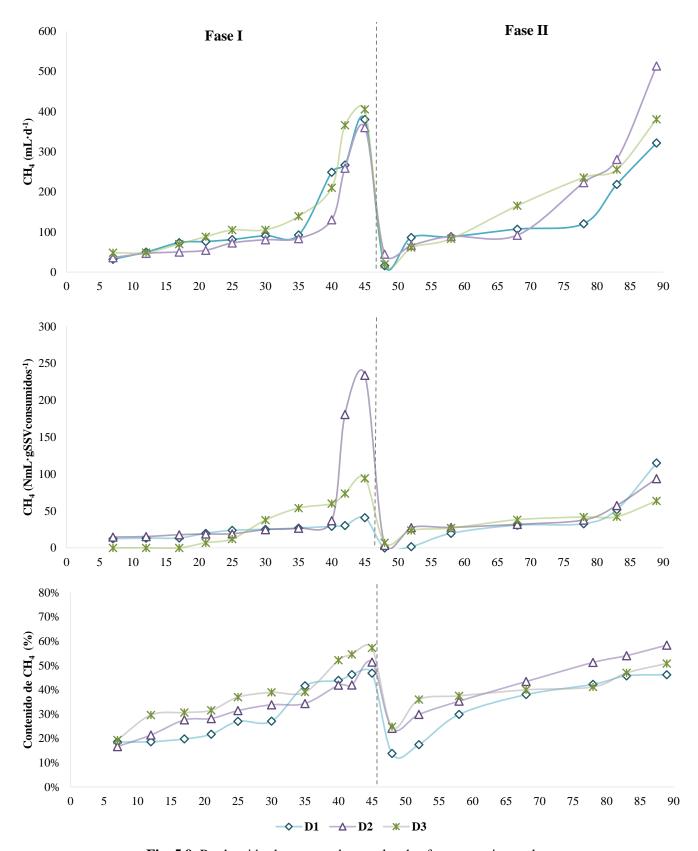


Fig. 5.9. Producción de metano durante las dos fases experimentales.

Anteriormente se mencionó que probablemente la estimulación del CM para la optimización del proceso no fue propiamente debido al efecto del pretratamiento, si no que este estimuló la biomasa activa de la muestra pretratada la cual fungió como alimentación diaria de D2. Zhang *et al.* (2021) describieron diferentes teorías formuladas sobre el efecto de un CM sobre el tratamiento biológico de aguas residuales Si bien la principal diferencia con los lodos residuales es principalmente la carga orgánica y la cantidad de sólidos y patógenos, ambos son de carácter meramente biológico. En la Tabla 5.10 se describen de manera general las teorías que están más relacionadas a la presente investigación.

Tabla 5.11. Teorías relacionadas al efecto del CM en sistemas biológicos.

| Teoría | Autores | Descripción |
|---|---|---|
| Mecanismos sobre las membranas celulares | Rosen, 2003; Koch <i>et al.</i> , 2003, Hugues <i>et al.</i> , 2008, Lin <i>et al.</i> , 2019 en Zhang <i>et al.</i> , 2021 | Se ha observado que los CM de intensidad moderada influencian principalmente sistemas biológicos cuyas funciones están estrechamente relacionadas con el flujo de iones transmembranales ya que es posible que estimule los canales iónicos en la membrana celular mediante la fuerza de Lorentz, (fuerza magnética que recibe una partícula en movimiento), sobre los iones transmembranales. Un gran número de estos (Na ⁺ , K ⁺ , Ca ²⁺ , etc.) se presentan en ambos lados de la membrana celular y su concentración controla el cambio para atravesar el canal iónico y el volumen celular. Estos cambios en las señales de los canales iónicos pueden incrementar la viabilidad celular y cambiar la morfología de las células. Cabe mencionar que los diferentes tipos de canales exhiben diferentes grados de sensibilidad a los CM. |
| Mecanismos sobre la actividad enzimática | Pazur <i>et al.</i> , 2007 y Letuta <i>et al.</i> , 2014 en Zhang <i>et al.</i> , 2021 | Como catalizadores y los principales magneto-sensores de todas las reacciones bioquímicas, los sistemas enzimáticos son magneto-sensibles por lo cual existe una relación con el grado de eficiencia de un tratamiento biológico. Asimismo, los CM pueden incrementar la concentración de exoenzimas y con ello mejorar la habilidad de biodegradación de lodos activados. El cambio sobre la actividad enzimática puede ser mediante la alteración de la estructura molecular por la inhibición de la vibración de tensión en algunos enlaces químicos, incluyendo la estructura secundaria y terciaria de importantes proteínas. |

En cuanto a la UL son numerosas las investigaciones en las que se optimiza el contenido de CH₄, algunas de ellas se mencionaron en la Tabla 5.7. Por ejemplo; Mao y Show (2006), además de la mejoría del rendimiento total de biogás obtenida (68% mayor al control), alcanzaron un contenido de CH4 del 72%, siendo este 12% mayor al control, esto se obtuvo con el menor TRH utilizado, es decir, 4 d y una densidad de 0.52 W·mL⁻¹. Si bien esta es bastante similar a la utilizada en la Fase II del presente trabajo (0.45 W·mL⁻¹), el tiempo de sonicación suministrado por los autores fue únicamente de 1 min. Esto ejemplifica claramente los efectos perjudiciales en la producción de biogás y metano tras un exceso de EE. Como se mencionó, otro factor importante a tomar en cuenta es el balance energético, por ello, Pilli et al. (2016) evaluaron el balance de masa y energía, así como la emisión de gases de efecto invernadero (GEI) de la DA de lodos sonicados primario, secundario y mezcla de ambos con diferentes concentraciones de ST. Los balances realizados incluían el grado de deshidratación de los digestatos, su transporte y posterior aplicación al suelo. Dentro de los resultados del balance de energía observaron que, en general, para el lodo primario y la mezcla, la energía neta (diferencia entre la entrada y salida de esta) fue negativa sin importar la concentración de ST (20, 30 y 40 g ST·L⁻¹), esto a pesar de que la producción de metano (L) fue en promedio 10 y 12% mayor al control con el lodo sonicado, para el lodo primario y la mezcla, respectivamente. Mientras que la energía total recuperada fue mayor para los lodos sonicados, la entrada de energía fue mucho mayor debido al suministro de EE, por lo tanto, la energía neta fue menor. En cuanto a las emisiones de GEI, observaron que estas se reducían cuando incrementaba la concentración de sólidos sin importar el tipo de lodo. Tomando esto en cuenta es posible inferir que algo similar, e incluso en mayor grado sucedió en la presente investigación ya que en ninguna de las dos fases hubo un aumento en la producción de biogás en D1. Además, el hecho de que en la primera fase la producción específica de CH₄ fuera menor al control y que en la segunda no se presentaron diferencias significativas, así como las elevadas concentraciones de sólidos en las muestras de lodo a pretratar en comparación con la bibliografía consultada, permite inferir que las condiciones de operación utilizadas no resultaron benéficas en el aspecto del cuidado ambiental.

6. Conclusiones

En la presente investigación se cuantificó el efecto de dos pretratamientos: ultrasonicación y campo magnético, sobre la digestión anaerobia de una mezcla de lodos residuales con una proporción de 70% lodo secundario y 30% lodo primario. Los parámetros de respuesta de cada pretratamiento fueron la remoción de materia orgánica en términos de DQO total y sólidos suspendidos volátiles, así como la producción específica de metano de cada digestor anaerobio durante dos fases experimentales. Para definir las variables de operación de cada uno de los pretratamientos se realizaron pruebas preliminares para determinar las variaciones que resultaran en un mayor porcentaje de solubilización de la materia orgánica de difícil degradación de la mezcla de lodos residuales. Las conclusiones de las diferentes pruebas experimentales son:

- En las pruebas para el pretratamiento con ultrasonicación se varió el tiempo de sonicación desde los 15 a los 120 minutos, y la potencia de sonicación con valores de 180 y 90 W. Estas variaciones, junto con la concentración de sólidos totales en la mezcla de lodo, resultaron en diferentes energías específicas (EE) a inducir. El efecto de la ultrasonicación se cuantificó mediante el % de solubilización cuantificada con la concentración de DQOs. Los porcentajes más altos fueron 5 y 7% y se obtuvieron de las EE de 240,000 y 120,000 kJ·kg ST⁻¹. Se hipotetizó que los altos valores tendrían un buen efecto sobre la desintegración de la mezcla con una alta proporción de lodo secundario, sin embargo, se obtuvieron bajas solubilizaciones en comparación con otras investigaciones. Respecto a las pruebas con campo magnético, se varió el tiempo de pretratamiento, y con ello, el tiempo de contacto de los imanes con la mezcla de lodo. La potencia magnética que se indujo (400 mT) fue mayor a la mayoría de los trabajos relacionados, a pesar de ello y a diferencia de la hipótesis formulada, se obtuvo un valor máximo de solubilización del 2.2%. Esto posiblemente fue a causa de los cortos tiempos de contacto con los imanes ya que el área que ocupaban era pequeña en comparación con todo el sistema, de tal forma que, a pesar de estar más de 30 min pretratándose, realmente fueron unos cuantos minutos en contacto directo con los imanes, por lo tanto, se concluyó que las variaciones de operación implementadas no generaron el impacto suficiente para solubilizar la materia particulada.
- En cuanto a la digestión anaerobia de la mezcla de lodos se operaron tres digestores en dos fases experimentales. El digestor 1 se alimentó con lodo pretradado con ultrasonicación: la primera fase bajo una energía específica de 240,000 kJ·kg ST⁻¹, mientras que la segunda fase con 120,000 kJ·kg ST⁻¹. Ambas fases se operaron con una carga orgánica volumétrica (COV) de 2.5 kgSSV·m⁻³·d⁻¹. Por otro lado, el digestor 2 se alimentó con lodo pretratado mediante campo magnético. La primera

fase bajo 0.10 segundos de contacto con los imanes por cada vuelta al sistema durante 30 minutos, y la segunda con 0.20 segundos durante una hora. En ambos casos se utilizó una indicción magnética de 400 mT y una COV de 2.5 kgSSV·m⁻ ³·d⁻¹. El tercer digestor se operó como el control con la mezcla de lodo sin pretratamiento. En ambas fases las remociones de DQO_T en los digestores 1 y 2 presentaron diferencias significativas en comparación con el control; en la primera fase, se obtuvieron remociones del 44 y 54%, respectivamente, mientras que el control presentó un 40% de remoción. En la segunda fase los valores fueron del 68 y 54% para los digestores 1 y 2, respectivamente contra un 48% del control. Por otra parte, las remociones de SSV entre los digestores alimentados con lodos pretratados y el control únicamente presentaron diferencias significativas en la primera fase obteniéndose valores del 43 y 52% para D1 y D2, respectivamente mientras que en el control resultó en un 25%. Los resultados mostraron que, a pesar de haber obtenido bajas solubilizaciones, se tuvo un mejor rendimiento al alimentar a los digestores con lodos pretratados, sin embargo, no se rebasó el 70% de remoción de materia orgánica cuyo valor se alcanza bajo una adecuada digestión anaerobia sin pretratamiento. Los bajos rendimientos se adjudicaron, en el caso del pretratamiento con campo magnético, a un insuficiente tiempo de contacto con los imanes, ya que incluso al duplicar el tiempo de pretratamiento para la operación de la segunda fase, se obtuvo el mismo porcentaje de remoción (54%). En cuanto al pretratamiento con ultrasonicación se ha observado que un exceso de energía específica induce la solubilización de compuestos orgánicos que no son necesariamente biodegradables, lo cual, en este caso, dificultó la degradación para los microorganismos anaerobios.

Referente a la producción específica de biogás en los digestores anaerobios, al finalizar la Fase I se obtuvieron valores de 117, 99 y 77 NmL·gSSVconsumidos⁻¹ para el digestor alimentado con lodo sonicado, el digestor alimentado con lodo magnetizado y el control, respectivamente, mientras que en la segunda fase la producción aumentó a 315, 381 y 272 NmL·gSSVconsumidos⁻¹ para D1, D2 y D3 respectivamente. Si bien en ambas fases la producción fue mayor en los digestores con lodos pretratados, al realizar las pruebas de ANOVA no se presentaron diferencias significativas con el control. Asimismo, las producciones específicas de CH₄ entre los digestores alimentados con lodos pretratados y el control tampoco presentaron diferencias significativas al final de las dos fases experimentales, obteniéndose valores de 41, 234 y 94.3 NmLCH₄·gSSVconsumidos⁻¹ para D1, D2 y primera fase, v 115, D3 respectivamente en la 93.8 NmLCH₄·gSSVconsumidos⁻¹, respectivamente para la segunda fase. A pesar de que se observaron grandes diferencias entre los digestores al final de cada fase, no se presentaron diferencias estadísticamente significativas debido a que a lo largo de los 45 días de operación los valores no variaron entre cada digestor. Es posible explicar el comportamiento de los resultados con lo anteriormente mencionado sobre, en el caso de D2, la falta de contacto con el campo magnético debido a la reducida área con los imanes a pesar de la elevada intensidad magnética de 400 mT Caso contrario con la ultrasonicación, donde el haber rebasado los suministros de EE comúnmente utilizados, provocó un bajo rendimiento sobre la digestión anaerobia debido a la solubilización de compuestos orgánicos no biodegradables. Es posible corroborar esto con el hecho de que, en la segunda fase experimental la cual se operó con una menor EE, se obtuvieron mayores producciones tanto de biogás y CH4, como de remoción de SSV. Otro factor que probablemente tuvo un efecto desfavorable fue la elevada concentración de materia particulada en los lodos (98%) la cual no disminuyó incluso después de ser pretratados, debido a que esta se encuentra conformada principalmente por paredes celulares y materia orgánica suspendida, la cual está compuesta por coloides.

En términos de remoción de DQO_T y SSV el digestor alimentado con pretratamiento ultrasónico presentó mayor rendimiento que aquel con campo magnético, y ambos digestores alimentados con la mezcla de lodo pretratados presentaros mayores porcentajes de remoción que el control. En cuanto a la producción de biogás y metano, ninguno de los digestores presentó diferencias significativas contra el control debido a las causas ya mencionadas.

6.1. Recomendaciones

Con base en los resultados obtenidos y en la bibliografía citada se sugiere que, para obtener mayores resultados, el tiempo de sonicación debe ser máximo de 30 min si se desea inducir elevadas energías específicas. Por otro lado, es sugerible aumentar el volumen de la mezcla a sonicar, o bien, controlar la cantidad de ST de esta ya que, de lo contrario, los suministros de EE serán muy altos lo cual, como se pudo observar, no presentó un desempeño significativo sobre la digestión anaerobia.

Para futuras investigaciones relacionadas al uso de campo magnético como pretratamiento preferentemente se debe de mantener el lodo en contacto total con los imanes durante el tiempo que se mantenga pretratando. Aunado a esto, se sugiere utilizar la misma intensidad magnética (400 mT) ya que esta fue mayor a la utilizada en la gran mayoría de los trabajos relacionados, de tal forma que sea posible determinar si una alta intensidad magnética y un mayor tiempo de inducción presentaría otra respuesta tanto en los % de solubilización como en el rendimiento de la digestión anaerobia.

Es de suma importancia continuar con este tipo de investigaciones que utilizan recursos de bajo impacto al ambiente para optimizar procesos que se encuentran ya establecidos en el tratamiento de contaminantes biológicos.

Bibliografía

- Amani, T. Nosrati, M. y Skreekrisnan, T.R. (2010). Anaerobic Digestion from the viewpoint of microbiological, chemical, and operational aspects a review. *Environmental Reviews*. 18: 255-278.
- American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation. (1999). *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. [Documento en línea].
- Anjum, M., Al-Makishah, N.H., Barakat, M., 2016. Wastewater sludge stabilization using pretreatment methods. *Process Saf. Environ*. Prot. 102, 615-632.
- Appels, L., Dewil, R., Baeyens, J., & Degrève, J. (2008). Ultrasonically enhanced anaerobic digestion of waste activated sludge. *International Journal of Sustainable Engineering*, 1(2), 94-104.
- Azman, S., Milh, H., Somers, M. H., Zhang, H., Huybrechts, I., Meers, E., ... & Appels, L. (2020). Ultrasound-assisted digestate treatment of manure digestate for increased biogas production in small pilot scale anaerobic digesters. *Renewable Energy*, 152, 664-673.
- Bajpai, P. (2017). Basics of Anaerobic Digestion Process. *Anaerobic Technology in Pulp and Paper Industry*.pp.7- 12. Singapore. Springer.
- Bala, K.K.S., Kalyanaraman, C., y Thanasekaran, K. (2011) Effect of ozonation and ultrasonication pretreatment processes on co-digestion of tannery solid wastes. *Clean Techn Environ Policy*. 13:517–525.
- Barrios-Pérez, J.A. (2009). Aspectos generales del manejo de lodos. Curso sobre manejo y aprovechamiento de lodos provenientrs de aguas residuales. [Documento en línea] México. 96 p.
- Banks, C. J., & Walker, I. (1977). Sonication of activated sludge flocs and the recovery of their bacteria on solid media. *Microbiology*, 98(2), 363-368.
- Bitton, G. (2005). *Wastewater Microbiology*. (3^a. Ed.). New Jersey, USA. John Wiley and Sons. 765 p.
- Bougrier, C., Carrère, H., & Delgenes, J. P. (2005). Solubilisation of waste-activated sludge by ultrasonic treatment. *Chemical Engineering Journal*, *106*(2), 163-169.
- Bakraoui, M., Karouach, F., Ouhammou, B., Aggour, M., Essamri, A., & El Bari, H. (2020). Biogas production from recycled paper mill wastewater by UASB digester: Optimal and mesophilic conditions. *Biotechnology reports*, 25, e00402.
- Bi, D., Guo, X., Cai, Z., Yu, Z., Wang, D., & Wang, Y. (2015). Enhanced dewaterability of waste-activated sludge by combined cationic polyacrylamide and magnetic field pretreatment. *Environmental technology*, *36*(4), 455-462.
- Braguglia, C. M., Gagliano, M. C., Gallipoli, A., & Rossetti, S. (2012). Enhanced anaerobic digestion performances: effect of sludge ultrasound pre-treatment and role of the microbial population. *Environmental Engineering & Management Journal*. 11(10).
- Cabeza de vaca, I., F.A., (2008). Digestión anaerobia de lodos residuales usando un reactor de manto de lodos no convencional (Tipo UASB). Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Carrère, H., Dumas, C., Battimelli, A., Batstone, D.J., Delgenès, J.P., Steyer, y Ferrer, I. (2010). *Journal of Hazardous Materials*. 183(1-3). 1-15.

- Chen, Y., Cheng, J.J., and Creamer, K.S. 2008. Inhibition of anaerobic digestion process: a review. *Bioresource Technology* 99(10). En Amani, T. Nosrati, M. y Skreekrisnan, T.R. (2010). Anaerobic Digestion from the viewpoint of microbiological, chemical, and operational aspects a review.
- Chu, C. P., Chang, B. V., Liao, G. S., Jean, D. S., & Lee, D. J. (2001). Observations on changes in ultrasonically treated waste-activated sludge. *Water research*, *35*(4), 1038-1046.
- Comisión Nacional del Agua. (2017). *Estadísticas del Agua en México*. [Documento en línea] Ciudad de México. 291 p.
- Comisión Nacional del Agua. (2007). Manual de agua potable, Alcantarillado y Saneamiento. Guía para el manejo, tratamiento y disposición de lodos residuales de plantas de tratamiento municipales. [Documento en línea] México. 368 p.
- Comisión Nacional del Agua. (2016). Manual de Agua Potable, Alcantarillado y Saneamiento. Operación y Mantenimiento de plantas de tratamiento de aguas residuales municipales: tratamiento y disposición de lodos. México. 328 p.
- Cutnell, J.D., y Jhohnson, K.W. (1999). Campos y fuerzas magnéticos. En *Física*. Limusa. México. pp. 569-618.
- Dębowski, M., Zieliński, M., Kisielewska, M., & Hajduk, A. (2016). Effect of constant magnetic field on anaerobic digestion of algal biomass. *Environmental Technology*, 37(13), 1656-1663.
- Donado-Hoyos, R. (2013). Plan de gestión para lodos generados en las PTAR-D de los municipios de Cumaral y San Martín de los llanos en el departamento del meta. Tesis de maestría. Pontificia Universidad Javeriana, Colombia.
- Drzewicki, A., Dębowski, M., & Zieliński, M. (2017). Effect of a static magnetic field on activated sludge community. *Environmental Technology*, 38(19), 2373-2380.
- FAO, M., & PNUD, G. (2011). Manual del Biogás. *Editado por: Proyecto CHI/00/G32*. Disponible en línea en: https://www.fao.org/family-farming/detail/es/c/342734
- Filipič, J., Kraigher, B., Tepuš, B., Kokol, V., & Mandic-Mulec, I. (2012). Effects of low-density static magnetic fields on the growth and activities of wastewater bacteria Escherichia coli and Pseudomonas putida. *Bioresource technology*, 120, 225-232.
- Fojt, L., Klapetek, P., Strašák, L., & Vetterl, V. (2009). 50 Hz magnetic field effect on the morphology of bacteria. *Micron*, 40(8), 918-922.
- Ford, A. L., y Sears, F. W. (2004). *Física universitaria con física moderna*. 11ª ed. Pearson México. pp. 1019-1063.
- García-Sánchez, L. (2015). Tratamiento de agua residual porcina con presencia del antibiótico tilosina en un sistea anaerobio. Tesis de doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Gliniak, M., Dróżdż, T., Nawara, P., Lis, A., & Szczuka, M. The effect of static magnetic field on chemical properties of sewage sludge during biological treatment. In 2018 Progress in Applied Electrical Engineering (pp. 1-5).
- Giri, S. S., Saha, S., & Park, S. C. (2016). Comparison of degradation properties of carbohydrate and protein during anaerobic digestion of activated sludge at mesophilic temperature. *International Journal of Environment and Waste Management*, 18(3), 213-225.

- Grönroos, A., Kyllönen, H., Korpijärvi, K., Pirkonen, P., Paavola, T., Jokela, J., & Rintala, J. (2005). Ultrasound assisted method to increase soluble chemical oxygen demand (SCOD) of sewage sludge for digestion. *Ultrasonics sonochemistry*, *12*(1-2), 115-120.
- Guan, S., Deng, F., Huang, S. Q., Liu, S. Y., Ai, L. X., & She, P. Y. (2017). Optimization of magnetic field-assisted ultrasonication for the disintegration of waste activated sludge using Box–Behnken design with response surface methodology. *Ultrasonics sonochemistry*, 38, 9-18.
- Gujer, W. y Zehnder, A.J. (1983). Conversion process in anaerobic digestion. *Water Science and Technology*. 15(8-9): 127-167.
- Gutiérrez-Macías, T. (2015). Remoción de fármacos reguladores de lípidosmediante bioreactors con membranas sumergidas. Tesis de doctorado. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Hogan, F., Mormede, S., Clark, P., & Crane, M. (2004). Ultrasonic sludge treatment for enhanced anaerobic digestion. *Water Science and Technology*, 50(9), 25-32.
- Houtmeyers, S., Degrève, J., Willems, K., Dewil, R., & Appels, L. (2014). Comparing the influence of low power ultrasonic and microwave pre-treatments on the solubilisation and semi-continuous anaerobic digestion of waste activated sludge. *Bioresource Technology*, 171, 44-49.
- Instituto para la Diversificación y el Ahorro de la Energía. (2007). *Biomasa: Digestores anaerobios*. [Documento en línea] Madrid, España. 48 p.
- Ji, W., Huang, H., Deng, A., & Pan, C. (2009). Effects of static magnetic fields on Escherichia coli. *Micron*, 40(8), 894-898.
- Ji, Y., Wang, Y., Sun, J., Yan, T., Li, J., Zhao, T., & Sun, C. (2010). Enhancement of biological treatment of wastewater by magnetic field. *Bioresource technology*, 101(22), 8535-8540.
- Khanal, S. K., Grewell, D., Sung, S., & Van Leeuwen, J. (2007). Ultrasound applications in wastewater sludge pretreatment: a review. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, *37*(4), 277-313.
- Kim, J., Park, C., Kim, T. H., Lee, M., Kim, S., Kim, S. W., & Lee, J. (2003). Effects of various pretreatments for enhanced anaerobic digestion with waste activated sludge. *Journal of bioscience and bioengineering*, 95(3), 271-275.
- King, R. O., & Forster, C. F. (1990). Effects of sonication on activated sludge. *Enzyme and Microbial Technology*, *12*(2), 109-115.
- Křiklavová, L., Truhlář, M., Škodová, P., Lederer, T., & Jirků, V. (2014). Effects of a static magnetic field on phenol degradation effectiveness and Rhodococcus erythropolis growth and respiration in a fed-batch reactor. *Bioresource technology*, *167*, 510-513.
- Krzemieniewski, M., Debowski, M., Janczukowicz, W., & Pesta, J. (2004). Effect of the Constant magnetic Field on the composition of dairy wastewater and W domestic sewage. *Polish Journal of Environmental Studies*, 13(1), 45-53.
- Lavado, S. R. y Taboada, M.A. (2002). Factibilidad de valorización agrícola de biosólidos de plantas depuradoras. Manual de procedimientos para la aplicación en el campo. Facultad de Agronomía. Universidad de Buenos Aires, Argentina.
- Limón, M.J.G. (2013). Los lodos de las plantas de tratamiento de aguas residuales, ¿problema o recurso? (Documento de ingreso). Jalisco, México.
- Liu, H., & Fang, H. H. (2002). Extraction of extracellular polymeric substances (EPS) of sludges. *Journal of biotechnology*, 95(3), 249-256.

- Liu, S., Yang, F., Meng, F., Chen, H., & Gong, Z. (2008). Enhanced anammox consortium activity for nitrogen removal: Impacts of static magnetic field. *Journal of Biotechnology*, 138(3-4), 96-102.
- López, J., Morgan, J., & Noyola, A. (2000). Arranque de reactores anaerobios industriales: dos casos de estudio. In *Memorias de XII Congreso de la Federación Mexicana de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales (FEMISCA)*.
- López, J., Ramírez, B., Gomes, C., & Morgan-Sagastume, J. (2017). Guía técnica para el manejo y aprovechamiento de biogás en plantas de tratamiento de aguas residuales. *Programa aprovechamiento energético de residuos urbanos en México*, 25-30.
- Losada, L. M., Barragán, M. V., & Rodriguez, M. P. (2012). Evaluación de inóculos para la digestión anaerobia de aguas residuales domésticas en condiciones del Piedemonte Amazónico. *Momentos de Ciencia*, 9(2).
- Martín-Blas. T. & Serrano-Fernández, A. (2014). *Curso de Física Básica*. Disponible en línea en: http://www2.montes.upm.es/dptos/digfa/cfisica/default.htm
- Martín, M. Á., González, I., Serrano, A., & Siles, J. Á. (2015). Evaluation of the improvement of sonication pre-treatment in the anaerobic digestion of sewage sludge. *Journal of environmental management*, 147, 330-337.
- Madigan, M.T., Martinko, J.M., Dunlap, P.V. & Clark, D.P. (2009). *Brock. Biología de los microorganismos*. (12ª. Ed.). Pearson. 1296 p.
- Mantilla Morales, G. (2016). Revisión y actualización del potencial de biomasa para generación de energía eléctrica a partir de plantas de tratamiento de aguas residuales presentado en el Inventario Nacional de Energías Renovables (INERE).
- Mantilla Morales, G., Sandoval Yoval, L., Ramírez Camperos, E., Gasca Álvarez, S., Navarro Franco, J., Hernández Cruz, N., García Rojas J.L., Esquivel Sotelo A. y Calderón Mólgora, C. (2017). Energía limpia del agua sucia: aprovechamiento de lodos residuales.
- Mao, T., Show, K. (2006). Influence of ultrasonication on anaerobic bioconversion of sludge. *Water Environment Research*. 79(4). pp. 436-441.
- Marambio, C. y Ortega, R. (2003). Uso potencial de lodos derivados del tratamiento de aguas servidas en la producción de cultivos en Chile. *Agronomía y Forestal UC 20*. En Medina *et al.*, 2009.
- McInerney MJ, Bryant MP, Pfennig N. (1979). Anaerobic bacterium that degrades fatty acids in syntrophic association with methanogens. *Archives of Microbiology*. 122(2): 129-135.
- Medina, C. E.; García, R. N., Velásquez, R. A., y García, F.M. (2009). Análisis básico del reúso de lodos residuales de una planta de tratamiento de aguas residuales en suelos de pradera del Parque Nacional Nevado de Toluca. *Quivera*, 11(2): 35-51. Universidad Autónoma del Estado de México.
- Metcalf & eddy, (2013). Wastewater Engineering Treatment and Resource Recovery. 5th Ed. New York: McGraw-Hill.
- Milieu Ltd., WRc and Risk & Policy Analysts Ltd (RPA). (2010). Environmental, economic and social impacts of the use of sewage sludge on land. Obtenido de Final Report, Part III: Project Interim Reports, DG ENV.G.4/ETU/2008/0076r,10.2.2010: Disponible en línea en: Http://ec.europa.eu/environment/waste/sludge/pdf/part_iii_report.pdf

- Montes-Carmona, M.A., (2008). Estudio técnico-económico de la digestión anaerobia conjunta de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos y lodos de depuradora para la obtención de biogás. Tesis de doctorado.
- Monroy, O. (1998) *Control de la digestión anaerobia*. En: "Curso de bioprocesos anaerobios para el tratamiento de aguas residuales industriales". UAM Iztapalapa.
- Moreno-Rodríguez, G., Espinosa-Fuentes, A., & Briones-Méndez, R.S. (2007). *Tratamiento anaerobio de aguas residuales*. 1a Ed. México: Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
- Mudhood, A. (2012). Biogas Production. Pretreatment methods in anaerobic digestion. Scrivener Publishing. USA.
- Nakasima-López, M., Taboada-González, P., Aguilar-Virgen, Q., & Velázquez-Limón, N. (2017). Adaptación de inóculos durante el arranque de la digestión anaerobia con residuos sólidos orgánicos. *Información tecnológica*, 28(1), 199-208.
- NMX-AA-034-SCFI-2015 Análisis de agua Medición de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas Método de prueba. [Documento en línea]. Secretaría de Economía, México.
- NOM-004-SEMARNAT-2002 (NORMA Oficial Mexicana): Protección ambiental Lodos y biosólidos- Especificaciones y límites máximos permisibles de contaminantes para su aprovechamiento y disposición final. [Documento en línea]. Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales, México.
- Noyola, A., Morgan-Sagastume, J.M. y Güereca, L.P. (2013). Selección de tecnologías para el tratamiento de aguas residuales municipales. Guía de apoyo para ciudades pequeñas y medianas. Universidad Nacional Autónoma de México. pp. 41-48.
- Ojeda-González, F.A. (2018). Evaluación de un proceso anaerobio en dos etapas para la producción de metano a partir de efluentes vitivinícolas. Tesis de maestría. Universidad Nacional Autónoma Metropolitana.
- Qu, G., Lv, P., Cai, Y., Tu, C., Ma, X., & Ning, P. (2020). Enhanced anaerobic fermentation of dairy manure by microelectrolysis in electric and magnetic fields. *Renewable Energy*, 146, 2758-2765.
- Pavlostathis, S. G., & Gossett, J. M. (1986). A kinetic model for anaerobic digestion of biological sludge. *Biotechnology and bioengineering*, 28(10), 1519-1530.
- Pilli, S., Bhunia, P., Yan, S., LeBlanc, R. J., Tyagi, R. D., & Surampalli, R. Y. (2011). Ultrasonic pretreatment of sludge: a review. *Ultrasonics sonochemistry*, *18*(1), 1-18.
- Pilli, S., Yan, S., Tyagi, R. D., & Surampalli, R. Y. (2016). Anaerobic digestion of ultrasonicated sludge at different solids concentrations-Computation of mass-energy balance and greenhouse gas emissions. *Journal of environmental management*, 166, 374-386.
- Ramírez Camperos, E., Cardoso Vigueros, L., & Calderón Mólgora, C. (2017). Destino de fármacos neutros en la estabilización de lodos residuales.
- Ren, Z., Leng, X., & Liu, Q. (2018). Effect of a static magnetic field on the microscopic characteristics of highly efficient oil-removing bacteria. *Water Science and Technology*, 77(2), 296-303.
- Rodríguez, V.J.A. (2007). *Tratamiento anaerobio de aguas residuales*. Universidad del Valle, Colombia. 15 p. Disponible en línea en: http://www.ingenieroambiental.com/4014/tratamiento545.pdf

- Rojas Remis, R., & Mendoza Espinosa, L. G. (2012). Utilización de biosólidos para la recuperación energética en México. *Producción+ Limpia*, 7(2), 74-94.
- Rosen, A. D. (2003). Mechanism of action of moderate-intensity static magnetic fields on biological systems. *Cell biochemistry and biophysics*, *39*(2), 163-173.
- Salsabil, M. R., Prorot, A., Casellas, M., & Dagot, C. (2009). Pre-treatment of activated sludge: Effect of sonication on aerobic and anaerobic digestibility. *Chemical Engineering Journal*, 148(2-3), 327-335.
- Sarvenoei, F.F., Zinatizadeh, A.A., y Zangeneh, H. (2018). A novel technique for waste sludge solubilization using a combinated magnetic field and CO₂ injection as a pretreatement prior anaerobic digestion. *Journal of Cleaner Production*. 172: 2182-2194.
- Show, K. Y., Mao, T., & Lee, D. J. (2007). Optimisation of sludge disruption by sonication. Water Research, 41(20), 4741-4747.
- Sosa, R., Chao, R., & Del Río, J. (1999). Aspectos bioquímicos y tecnológicos del tratamiento de residuales agrícolas con producción de biogás. Instituto de Investigaciones Porcinas (Cuba).
- Speece, R.E. Anaerobic biotechnology for industrial wastewater treatment (1983). *Environmental Science Technology*. 17(9). 416-427.
- Sri Bala Kameswari, K., Kalyanaraman, C., & Thanasekaran, K. (2011). Effect of ozonation and ultrasonication pretreatment processes on co-digestion of tannery solid wastes. *Clean Technologies and Environmental Policy*, *13*(3), 517-525.
- Takashima, M. (2008). Examination on process configurations incorporating therma treatment for anaerobic digestión of sewage slugde. *Journal of Environmental*. *Engineering*. 134(7). 543-549.
- Tiehm, A., Nickel, K., & Neis, U. (1997). The use of ultrasound to accelerate the anaerobic digestion of sewage sludge. *Water science and technology*, *36*(11), 121-128.
- Tiehm, A., Nickel, K., Zellhorn, M., & Neis, U. (2000). Ultrasonic waste activated sludge disintegration for improving anaerobic stabilization. *Water research*, 35(8), 2003-2009.
- Tippens, P.E. (1992). Física. Conceptos y aplicaciones. 2ª ed. McGraw-Hill, México.
- Tomska, A., & Wolny, L. (2008). Enhancement of biological wastewater treatment by magnetic field exposure. *Desalination*, 222(1-3), 368-373.
- Torres, P., Pérez, A., Cajigas, Á. A., Jurado, C., & Ortiz, N. (2007). Selección de inóculos para el tratamiento anaerobio de aguas residuales del proceso de extracción de almidón de yuca. *Ingeniería de Recursos Naturales y del Ambiente*, (6), 105-111.
- UNESCO. (2017, Marzo 22). Mensaje de la directora general de la UNESCO, Irina Mokova, con motivo del Día Mundial del Agua. Recuperado de http://www.unesco.org/new/es/unesco/events/prizes-and celebrations/celebrations/international-days/world-water-day-2017/.
- Wang, Q., Kuninobu, M., Kakimoto, K., Hiroaki, I., & Kato, Y. (1999). Upgrading of anaerobic digestion of waste activated sludge by ultrasonic pretreatment. *Bioresource technology*, 68(3), 309-313.
- Wang, X. H., Diao, M. H., Yang, Y., Shi, Y. J., Gao, M. M., & Wang, S. G. (2012). Enhanced aerobic nitrifying granulation by static magnetic field. *Bioresource Technology*, 110, 105-110.

- Weemaes, M. P., & Verstraete, W. H. (1998). Evaluation of current wet sludge disintegration techniques. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology: International Research in Process, Environmental AND Clean Technology*, 73(2), 83-92.
- Williams, A. R., Stafford, D. A., Callely, A. G., & Hughes, D. E. (1970). Ultrasonic dispersal of activated sludge floes. *Journal of Applied Bacteriology*, *33*(4), 656-663.
- Yavuz, H., & Celebi, S. S. (2000). Effects of magnetic field on activity of activated sludge in wastewater treatment. *Enzyme and Microbial Technology*, 26(1), 22-27.
- Yang, G., Zhang, P., Zhang, G., Wang, Y., & Yang, A. (2015). Degradation properties of protein and carbohydrate during sludge anaerobic digestion. *Bioresource technology*, 192, 126-130.
- Ying, C., Umetsu, K., Ihara, I., Sakai, Y., & Yamashiro, T. (2010). Simultaneous removal of organic matter and nitrogen from milking parlor wastewater by a magnetic activated sludge (MAS) process. *Bioresource technology*, *101*(12), 4349-4353.
- Zaidi, N. S., Muda, K., Sohaili, J., Hussein, N., Loan, L. W., & Sillanpää, M. (2019). Potential of a static magnetic field to inhibit filamentous sludge bulking in activated sludge process. *Journal of Environmental Engineering*, 145(3), 1-8.
- Zieliński, M. Rusanowska, P., Dębowski M., Hajduk, A. (2018) Influence of static magnetic field on sludge properties. *Science of the Total Environment*. 625: 738–742.
- Zieliński, M., Cydzik-Kwiatkowska, A., Zielińska, M., Dębowski, M., Rusanowska, P., y Kopańska, J. (2017) Nitrification in activated sludge exposed to static magnetic field. *Water Air Soil Pollut*. 228(126): 8p.
- Zhang, P., Zhang, G., & Wang, W. (2007). Ultrasonic treatment of biological sludge: floc disintegration, cell lysis and inactivation. *Bioresource technology*, 98(1), 207-210.
- Zhang, H. J (2010). Sludge treatment to increase biogas production. Trita-LWR Degree Project 10-20.
- Zhang, Z., Zhang, Y., Ming, W., Zhang, Y., Cao, C., & Zhang, G. (2021). A review on magnetic field assisted electrical discharge machining. *Journal of Manufacturing Processes*, 64, 694-722.
- Zhao, B., Sha, H., Li, J., Cao, S., Wang, G., & Yang, Y. (2020). Static magnetic field enhanced methane production via stimulating the growth and composition of microbial community. *Journal of Cleaner Production*, 271, 122664.

Anexos

Anexo I: Ecuaciones utilizadas para el cálculo de parámetros de operación

I.1. Ecuaciones para la determinación del número de vueltas por el sistema de inducción de campo magnético (en orden de cálculo).

- \bigcirc 1) Caudal (cm³·s⁻¹)
- (2) Velocidad de paso por el sistema (cm·s⁻¹)
- (3) Tiempo de contacto con los imanes (s)

$$Q=\frac{V}{t}$$

$$v=rac{Q}{A}$$

donde:

 $Q = caudal (cm^3 \cdot s^{-1})$

A= área de paso (cm)

 $TC = \frac{Long\ iman}{v}$ donde:

Long imán= longitud del

imán (cm)

v= velocidad de paso (cm·s⁻¹)

- dónde: V= volumen (cm³) t= tiempo (s)
 - (4)Tiempo por vuelta al sistema (s)
- (5) Número de vueltas al sistema

$$t x vuelta = \frac{d}{v}$$

$$#vueltas = \frac{t \times vuelta}{t}$$

donde:

d= diámetro del circuito (cm) v= velocidad de paso (cm·s⁻¹)

t x vuelta= tiempo por vuelta al sistema (s)

t= Tiempo pretratamiento (s)

I.2. Ecuaciones para la operación de los digestores anaerobios

donde:

Carga orgánica volumétrica (kgSSV·m⁻³·d⁻¹)

$$cov = \frac{Q(SSV)}{V}$$

donde:

Q= caudal de entrada al digestor $(m^3 \cdot d^{-1})$

SSV= concentración de sólidos suspendidos volátiles (kg·m⁻³)

V= volumen total del digestor (m³)

• Eficiencia de remoción (%)

$$ER = \left(rac{Concentración\,inicial - concentración\,final}{concentración\,inicial}
ight) imes 100$$

• Alcalinidad total (mgCaCO₃·L⁻¹) $CaCO_3 = \frac{(F+A) + N(50)(1000)}{V}$

donde:

(F+A) = volumen utilizado en la valoración con la solución ácida hasta los valores de pH 5.75 y 4.3

N= normalidad de la solución de H₂SO₄

50= peso equivalente del CaCO₃

V= volumen de la muestra en mL

Anexo II: Comportamiento de los parámetros de operación del proceso

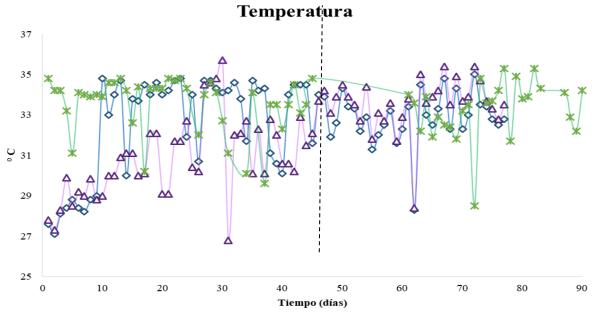
II.1. Cambios en la coloración del sobrenadante de las muestras pretratadas y la mezcla.

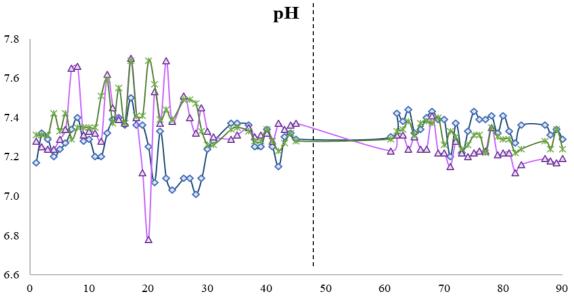


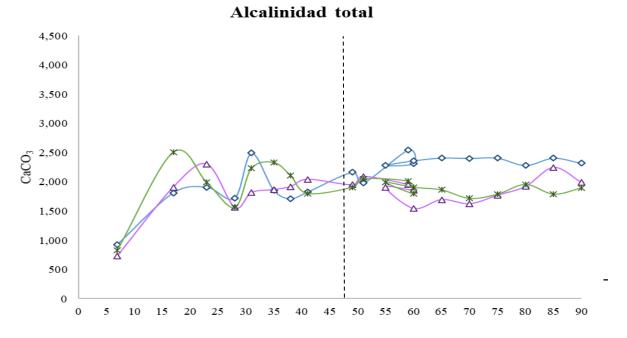
Fig. II.1. Sobrenadantes de las muestras de lodo pretratadas mediante campo magnético y ultrasonicación tras su centrifugación

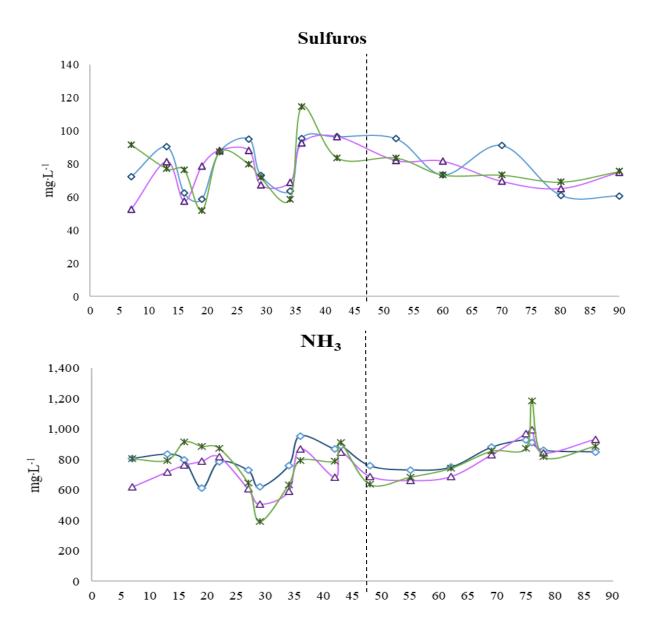
II.2. Parámetros de monitoreo de los digestores anaerobios

En las siguientes gráficas se muestra el comportamiento de los diferentes parámetros que se determinaron para el monitoreo de las dos fases experimentales en las que se operó la digestión anaerobia de lodos residuales.









II.3. Modificación de la técnica de DQO total

Es importante hacer énfasis en que no se trata de una técnica estandarizada, y que se realizaron varias pruebas preliminares para determinar la dilución que se haría con el ácido. El procedimiento consistió en los siguientes pasos:

- 1) Se realizaba una dilución 1:1 con una muestra de la mezcla de lodo que posteriormente se pretrataría, y H₂SO₄ concentrado. El ácido se añadía lentamente por las paredes del recipiente mientras se homogenizaba en la parrilla.
- 2) Debido a que la muestra quedaba bastante concentrada se realizaba otra dilución con agua destilada en una proporción 1:60 o 1:30 dependiendo de qué tanto tiempo había trascurrido desde el último muestreo.

3) Finalmente, se procedía a realizar convencionalmente la prueba de DQO con el método de dicromato de potasio.

Anexo III: Análisis estadístico

III.1. Remoción de carbohidratos, DQOT, y SSV durante ambas fases experimentales

Para todos los casos la hipótesis nula significa: $H_0 = El$ efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la concentración de los influentes o en el porcentaje de remoción. Por lo tanto, si P>0.05, H_0 se acepta.

Tabla III.1.1. Resumen de los resultados de ANOVA para las concentraciones en los influentes de los digestores anaerobios

| Parámetro | P calculada | Resultados |
|-----------------------------|-------------|---|
| Carbohidratos | 0.79 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la concentración de los influentes |
| SSV | 0.06 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la concentración de los influentes |
| $\mathrm{DQO}_{\mathrm{T}}$ | 0.44 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la concentración de los influentes |
| DQOs | 0.00002 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la concentración de los influentes |

Para determinar entre qué datos había diferencias se realizó una prueba de comparación de Bonferroni tomando en cuenta el control. En este caso, solamente D1 presentó diferencias significativas.

Tabla III.1.2. Resumen de los resultados de prueba de Bonferroni de los influentes

| Grupo Control | Diferente de |
|---------------|--------------|
| D3 | D1 |

Tabla III.1.3. Resumen de los resultados de ANOVA para los porcentajes de remoción en los efluentes de los digestores anaerobios

| | Parámetro | P calculada | Resultados |
|---------------|---------------|-------------|---|
| н | Carbohidratos | 0.000002 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |
| Fase] | SSV | 0.000001 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |
| | DQO_T | 0.003 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |
| Fa se m | Carbohidratos | 0.03 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |

| SSV | 0.18 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |
|-----------------------------|-------|---|
| $\mathrm{DQO}_{\mathrm{T}}$ | 0.008 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |

Para determinar entre qué datos había diferencias se realizó una prueba de comparación de Bonferroni tomando en cuenta el control.

Tabla III.1.4. Resumen de los resultados de prueba de Bonferroni de los porcentajes de remoción

| | Parámetro | Grupo control | Diferente de |
|------------|-----------------------------|---------------|--------------|
| H | Carbohidratos | D3 | D1 y D2 |
| Fase | SSV | D3 | D1 y D2 |
| Щ | $\mathrm{DQO}_{\mathrm{T}}$ | D3 | D2 |
| se | Carbohidratos | D3 | D1 |
| Fase II | DQO_T | D3 | D1 y D2 |

^{*}En la Fase I, la remoción de DQO_T, si se tomara en cuenta D2 como el control, también presentaría diferencias con D1

III.2. Producción de biogás y metano durante ambas fases experimentales

Para todos los casos la hipótesis nula significa: $H_0 = El$ efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la producción específica de biogás o CH_4 . Por lo tanto, si P>0.05, H_0 se acepta.

Tabla III.2. Resumen de los resultados de ANOVA para la producción específica de biogás y de metano al finalizar cada fase

| | Parámetro | P calculada | Resultados |
|------|---------------------------------------|----------------|---|
| se I | Producción específica biogás | 0.37 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la producción específica de biogás |
| Fase | Producción específica CH ₄ | 0.29 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la producción específica de biogás |
| e II | Producción específica biogás | 0.99 | H ₀ se rechaza. El efecto del pretratamiento presentó efectos significativos en la remoción de los efluentes |
| Fase | Producción específica CH4 | 0.94 | H ₀ se acepta. El efecto del pretratamiento no presentó efectos significativos en la producción específica de biogás |