UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS
DE CAMINOS, CANALES Y PUERTOS**

**“TRATAMIENTO DE VINAZAS PROVENIENTES DE
ETANOL EN UN REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO
INVERSO”**

TESIS DOCTORAL

Martha Elvira Sandoval Rojas
M.C. en Ingeniería Química

Madrid, España 2015

**DEPARTAMENTO DE ORDENACIÓN DEL TERRITORIO,
URBANISMO Y MEDIO AMBIENTE**

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS DE CAMINOS CANALES Y
PUERTOS**

TESIS DOCTORAL

**“TRATAMIENTO DE VINAZAS PROVENIENTES DE ETANOL EN UN
REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO “**

AUTOR

Martha Elvira Sandoval Rojas
M.C. Ingeniería Química

DIRECTORES

Aurelio Félix Hernández Muñoz
Dr. Ing. de Caminos, Canales y Puertos
UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

Eric Houbbron
Dr. en Ingeniería de Procesos Industriales
UNIVERSIDAD VERACRUZANA

MADRID, ESPAÑA 2015

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

Tribunal nombrado por el Mgfc. y Excmo. Sr. Rector de la Universidad Politécnica de Madrid, el día _____ de _____ del 2015.

Presidente D. _____

Vocal D. _____

Vocal D. _____

Vocal D. _____

Secretario D. _____

Realizado el acto de defensa y lectura de Tesis el día _____ de _____
del 20____ en la E.T.S. de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos de la U.P.M.
Calificación: _____.

EL PRESIDENTE:

LOS VOCALES:

EL SECRETARIO:

*A MIS HIJOS YANIT E IYARI;
GRACIAS POR OTORGARME EL MEJOR TÍTULO
Y GRADO QUE SE PUEDA RECIBIR....
EL DE SER MADRE.*

*A LA MEMORIA DE MI HERMANO JORGE LUÍS;
TU ALEGRÍA Y PASIÓN POR LA VIDA: UNA
GRAN ENSEÑANZA.*

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Aurelio Félix Hernández Muñoz, Director de Tesis; por la valiosa orientación en la realización de este trabajo, por el apoyo brindado en los trámites para la lectura de tesis, y porque con su gran experiencia profesional y calidad humana, me ha enseñado una lección de vida.

Al Dr. Eric Houbron, Director de Tesis, y a la Dra. Elena Rustrían Portilla, responsable del laboratorio LADISER, por el excelente apoyo académico otorgado y por la gestión de los recursos necesarios para el desarrollo de este trabajo.

Al Dr. Alejandro Barradas Rebolledo y al Dr. Porfirio Mandujano Sánchez, por los conocimientos compartidos durante los cursos de Doctorado y por la motivación para conseguir lo que en algún momento parecía imposible.

A mi familia: Abuela, padres, hermanos, y en particular a mi esposo Raymundo Rojas Mora, quienes siempre han extendido su mano y abierto su corazón en el momento preciso para ayudarme a salir adelante.

A las M.C. Dora Espinosa Corzo, M.C. Rosa María Márquez Haces y Dra. Gabriela García Rodríguez, por ser unas excelentes amigas que me apoyaron de una u otra forma durante la realización del doctorado y por permitirme aprender de ellas cada día.

Al proyecto de Fondos Mixtos de Estado de Veracruz, Clave 41752 y al Tecnológico Nacional de México por la beca PROMEP otorgada durante el desarrollo de este trabajo.

	CONTENIDO	PÁGINA
	Índice	vi
	Índice de tablas	xii
	Índice de figuras	xiv
	Resumen	xvii
	Abstrac	xx
	Introducción	xxii
	CAPÍTULO I. ANTECEDENTES	
I.1	Presentación de la Doctoranda	1
I.2	Cursos de doctorado seguidos	1
I.3	Fecha de aprobación del título de la tesis y directores	2
I.4	Actividad profesional de la doctoranda	2
I.5	Actividad investigadora de la doctoranda	3
	CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO DE LA TESIS	
II.1	Justificación	7
II.2	Estado de la técnica	9
II.2.1	La industria azucarera y alcoholera	9
II.2.2	Proceso de producción de etanol	11
II.2.3	Aguas residuales generadas en el proceso de producción de etanol	13
II.2.4	Pruebas de biodegradabilidad	13
II.2.5	Tratamiento anaerobio de aguas residuales	14
	CAPÍTULO III. OBJETIVOS INICIALES	17
	CAPÍTULO IV. INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA	19
IV.1	Los subproductos de la producción de azúcar como materias primas para la fabricación de etanol	19

	CONTENIDO	PÁGINA
IV.2	Características de las melazas empleadas en la producción de etanol	20
IV.2.1	Características físicas de las melazas	21
IV.2.2	Composición química	21
IV.3	Papel de las levaduras en el proceso de fermentación	26
IV.4	La fermentación alcohólica y el proceso de producción de etanol	27
IV.5	Características de las aguas residuales generadas en la producción de etanol	30
IV.6	Efectos de vertido de vinazas sobre el medio ambiente y alternativas de disminución de sus cargas contaminantes	36
IV.7	Biodegradabilidad anaerobia de aguas residuales	43
IV.7.1	Pruebas de biodegradabilidad anaerobia	44
IV.7.1.1	Actividad Metanogénica Específica de Lodos (AME)	45
IV.7.1.2	Caracterización del sustrato: La vinaza	46
IV.7.1.3	Caracterización de los lodos, origen y adaptación	47
IV.7.1.4	Concentración de sustrato y de lodo	47
IV.7.1.5	Composición del sustrato y adaptación de los lodos	48
IV.7.1.6	pH	49
IV.7.1.7	Solución de nutrientes	49
IV.7.1.8	Duración del ensayo de biodegradabilidad	50
IV.7.1.9	Biodegradabilidad del lodo	50
IV.7.1.10	Concentración del lodo en la prueba de biodegradabilidad	50
IV.7.1.11	Alcalinidad	51
IV.7.1.12	Empleo de medio de cultivo	52
IV.7.1.13	Determinación de biodegradabilidad en las diferentes fracciones del agua	52
IV.8	Fundamentos de la digestión anaerobia	52
IV.8.1	Digestión anaerobia, definición y etapas	52
IV.8.2	Etapas de la digestión anaerobia	53

	CONTENIDO	PÁGINA
IV.8.3	Microbiología de la digestión anaerobia	57
IV.8.4	Factores que afectan la digestión anaerobia	59
IV.8.5	Ventajas de la digestión anaerobia	63
IV.8.5	Limitaciones de la digestión anaerobia	64
IV.9	Sistemas de tratamiento anaerobio de aguas residuales	66
IV.9.1	Antecedentes	66
IV.9.2	Clasificación de los sistemas de tratamiento anaerobio de aguas residuales	68
IV.9.3	Digestión anaerobia con rectores de lodos suspendidos	68
IV.9.4	Digestión anaerobia con reactores de biopelículas	69
IV.9.4.1	Configuración de la biopelícula en los reactores	70
IV.9.4.2	Principios de las biopelículas	71
IV.9.4.3	Microbiología de las biopelículas	72
IV.9.5	Reactores de biomasa fija	72
IV.9.5.1	Reactor de lecho de lodos de flujo ascendente (UASB)	72
IV.9.5.2	Los filtros anaerobios	73
IV.9.5.3	El Lecho Fluidizado	74
IV.10	Factibilidad de la digestión anaerobia de las vinazas	74
IV.11	Tratamiento anaerobio con reactores de lecho fluidizado	86
IV.11.1	Clasificación de los reactores de lecho fluidizado	87
IV.11.2	Consideraciones para la operación de los reactores de lecho fluidizado	92
IV.11.2.1	Grado de expansión del lecho, hidrodinámica de fluidización	93
IV.11.2.2	Material de soporte	96
IV.11.2.3	Alcalinidad y recirculación	97
IV.11.2.4	Rendimiento de sólidos biológicos	99

	CONTENIDO	PÁGINA
IV.11.2.5	Efecto del biogás producido sobre la expansión del lecho	101
IV.11.2.6	Temperatura	102
IV.11.2.7	Concentración de sólidos en el influente	103
IV.11.2.8	Carga orgánica y TRH	103
IV.11.2.9	Monitoreo de crecimiento de biopelícula y rendimiento del biogás	107
	CAPÍTULO V. OBJETIVOS DEFINITIVOS	111
	CAPÍTULO VI. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	
VI.1	Análisis del proceso de producción de etanol en la alcoholera generadora de la vinaza en estudio	114
VI.2	Caracterización del agua residual en estudio	116
VI.3	Pruebas de biodegradabilidad anaerobia de vinaza	117
VI.3.1	Caracterización de la vinaza	118
VI.3.2	Caracterización de los lodos empleados en la prueba de biodegradabilidad	118
VI.3.3	Determinación de biodegradabilidad anaerobia de las vinazas	121
VI.4	Arranque y colonización del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio (LFI)	122
VI.4.1	Descripción del dispositivo experimental	122
VI.4.2	Material de soporte	124
VI.4.3	Determinación de las condiciones de operación del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio	125
VI.4.4	Montaje del dispositivo experimental	129
VI.4.5	Adición de soporte	131
VI.4.6	Inoculación del reactor	133
VI.4.7	Seguimiento de la colonización del soporte	134
VI.5	Arranque del reactor de lecho fluidizado inverso	136
VI.5.1	Operación en batch	136
VI.6	Operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio en continuo y a diferentes cargas orgánicas volumétricas	137

	CONTENIDO	PÁGINA
VI.6.1	Operación con una carga de 0.5 g DQO/ L·d	138
VI.6.2	Operación con una carga de 1.0 g DQO/L·d	138
VI.6.3	Operación con una carga de 3.3 g DQO/L·d	139
VI.6.4	Operación con una carga de 6.8 g DQO/L·d	139
VI.6.5	Operación con una carga de 10.4 g DQO/L·d	139
VI.7	Operación del reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio a una carga constante y diferentes TRH	140
VI.8	Parámetros de monitoreo en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio durante su operación en batch y continuo	140
VI. 9	Descripción de técnicas analíticas empleadas	141
VI.9.1	Determinación de pH	141
VI.9.2	Determinación de temperatura	143
VI.9.3	Determinación de conductividad	144
VI.9.4	Determinación de sólidos	145
VI.9.5	Demanda Química de Oxígeno (DQO)	149
VI.9.6	Nitrógeno	152
VI.9.7	Determinación de fósforo	157
VI.9.8	Determinación de sulfatos	159
	CAPÍTULO VII. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS	162
	CAPÍTULO VIII. RESULTADOS: ANÁLISIS Y DISCUSIÓN	
VIII.1	Análisis del proceso de producción de etanol en la destilería generadora de la vinaza en estudio	163
VIII.1.1	Producción de levadura	164
VIII.1.2	Fermentación	169
VIII.1.3	Destilación	171
VIII.2	Caracterización del agua residual en estudio	173
VIII.3	Prueba de biodegradabilidad anaerobia	175

	CONTENIDO	PÁGINA
VIII.4	Arranque del reactor de lecho fluidizado inverso	179
VIII.4.1	Adición de soporte	179
VIII.4.2	Operación en Batch del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio	180
VIII.4.3	Seguimiento de la colonización del soporte	182
VIII.4.3.1	Observaciones al microscopio del soporte colonizado durante la operación en batch	182
VIII.5	Operación del lecho fluidizado inverso anaerobio a diferentes cargas orgánicas volumétricas	185
VIII.5.1	Operación del LFI a una carga de 0.5 g DQO/L·d	185
VIII.5.2	Operación del LFI a una carga de 1.0 g DQO/L·d	187
VIII.5.3	Operación del LFI a una carga de 3.3 g DQO/L·d	190
VIII.5.4	Operación del LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d	193
VIII.5.5	Operación del LFI a una carga de 10.4 g DQO/L·d	196
VIII.5.6	Recuperación de la estabilidad en la operación del LFI	199
VIII.6	Operación del reactor de lecho fluidizado inverso a una carga orgánica volumétrica de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH	202
VIII.7	Seguimiento de los sólidos suspendidos volátiles y colonización del soporte a las diferentes cargas orgánicas volumétricas	213
VIII.7.1	Seguimiento de los sólidos a las diferentes cargas orgánicas volumétricas	214
VIII.7.2	Porcentajes de colonización del soporte del LFI a las diferentes cargas orgánicas volumétricas	217
VIII.7.3	Seguimiento de los Sólidos Volátiles Adheridos al soporte a las diferentes cargas orgánicas volumétricas.	219
VIII.7.4	Expansión del lecho durante la operación del LFI a las diferentes cargas orgánicas volumétricas	222
	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	233
	OTRAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN	237
	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	238

ÍNDICE DE TABLAS

NÚMERO DE TABLA	TÍTULO	PÁGINA
1.1	Cursos de doctorado seguidos	1
4.1	Componentes de la melaza (ICIDCA, 1990)	22
4.2	Ácidos orgánicos en mieles finales (ICIDCA, 1990)	25
4.3	Volumen producido de vinazas	32
4.4	Características fisicoquímicas de vinazas obtenidas a partir de azúcar mascabado y melazas	35
4.5	Características de vinazas de alcohol	35
4.6	Ejemplos de tecnologías de tratamiento biológico aerobio empleadas en el tratamiento de las vinazas	78
4.7	Tecnologías de tratamiento biológico anaerobio aplicadas en el tratamiento de las vinazas	79
4.8	Tecnologías de tratamiento de vinazas empleando procesos combinados anaerobio/aerobio y tratamientos fisicoquímicos	83
4.9	Soportes empleados en reactores de lecho fluidizado y sus características físicas	98
6.1	Tipo y concentración de sustrato promedio, cantidad de lodos y relación So/Xo empleados en los ensayos de AME y Biodegradabilidad	122
6.2	Características del LFI.	123
6.3	Condiciones de operación en batch del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio	137
6.4	Operación del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) en continuo a diferentes cargas orgánicas volumétricas	138
6.5	Tiempo de operación del LFI bajo una carga orgánica de 6.4 g DQO/L.d y diferentes TRH	140
6.6	Concentración de diluciones para la curva de calibración de DQO	151
6.7	Concentración de diluciones para la curva de calibración de fósforo	158

NÚMERO DE TABLA	TÍTULO	PÁGINA
6.8	Concentración de diluciones para la curva de calibración de sulfatos (Rango 0 - 10 mg/l)	160
6.9	Concentración de diluciones para la curva de calibración de sulfatos. (Rango 0 - 40 mg/l).	161
8.1	Azúcares reductores totales, grados Brix y sólidos en una muestra de melaza para producción de levadura	165
8.2	Características de las vinazas generadas en la producción de etanol	174
8.3	Valores de SST y SSV obtenidos para la mezcla de lodos y sustratos en cada reactor en prueba de biodegradabilidad	175
8.4	Porcentajes de remoción de DQO y biodegradabilidad en vinazas	179
8.5	Eficiencias de remoción alcanzadas en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch	180
8.6	Condiciones de operación del LFI a una carga de 0.5 g DQO/L·d	186
8.7	Condiciones de operación del LFI a una carga orgánica volumétrica de 1.0 g DQO/L·d	188
8.8	Operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio a una carga de 3.3 g DQO/L·d	191
8.9	Condiciones de operación del LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d	194
8.10	Operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio a una carga de 10.4 g DQO/L·d	197
8.11	Condiciones de operación del LFI a diferentes TRH y carga orgánica volumétrica de 6.4 g DQO/L·d	203
8.12	Eficiencias de remoción alcanzadas en el LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas	207
8.13	Rendimiento de metano obtenido a diferentes cargas orgánicas volumétricas en el LFI	211
8.14	Altura y volumen de lecho estático y altura del lecho expandido a diferentes cargas orgánicas volumétricas en el LFI	224
8.15	Condiciones de expansión del lecho en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando a diferentes cargas orgánicas volumétricas	225

ÍNDICE DE FIGURAS

NÚMERO DE FIGURA	TÍTULO	PÁGINA
4.1	Ruta metabólica de la digestión anaerobia	54
4.2	Bacterias metanógenas. <i>Methanobrevibacter ruminantium</i> . <i>Methanosarcina barkeri</i> .	58
4.3	Efecto de la temperatura en la digestión anaerobia	59
4.4	Escala de pH y condición de las mezclas.	61
4.5	Reactor de lecho fluidizado	89
4.6	Reactor de tipo LFI	89
4.7	Reactor de lecho turbulento inverso	91
4.8	Representación esquemática de las diferentes vías de remoción de carbono orgánico en un reactor de biopelícula	109
6.1	Empresa productora de etanol generadora del agua residual en estudio	115
6.2	Punto de descarga de las vinazas en la planta alcoholera	116
6.3	Toma de muestra de las vinazas en la planta alcoholera	117
6.4	Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) empleado como prototipo experimental	123
6.5	Soporte (Extendsphere®) sin colonizar visto al microscopio	125
6.6	Dispositivo experimental: Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI)	130
6.7	Adición del soporte al Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI)	132
6.8	Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) durante la inoculación	134
6.9	Balanza analítica y desecador empleados en la determinación de sólidos	146
6.10	Mufla empleada en la determinación de los STV y SSV	148

NÚMERO DE FIGURA	TÍTULO	PÁGINA
6.11	Equipos empleados en la determinación de la Demanda Química de Oxígeno. (a) Centrífuga, (b) Espectrofotómetro, (c) Digestor y agitador	153
6.12	Destilador marca BÜCHI-K-314. Equipo empleado en la destilación durante la determinación de nitrógeno amoniacal y nitrógeno total kjendahl	156
8.1	Melaza empleada en la producción de etanol. (a) Melaza para su análisis en laboratorio. (b) Tanque de almacenamiento de melaza	164
8.2	Preparación del mosto en la planta productora de etanol (a) Preparación de medio de cultivo. (b) recirculación del mosto.	167
8.3	Tanques de cultivo de levadura	168
8.4	Tanques de fermentación en la planta productora de etanol	170
8.5	Lavado de tanques de fermentación. Los fondajes son conducidos hacia la descarga final de efluentes de la planta productora de etanol.	171
8.6	(a)Torres de destilación. (b) Vinazas provenientes de la torre destrozadora	172
8.7	Producción de metano en la determinación de la AME de los lodos anaerobios empleados en la prueba de biodegradabilidad anaerobia de vinazas.	176
8.8	Evolución de DQO durante la prueba de biodegradabilidad de vinazas.	177
8.9	Determinación de K para la vinaza en estudio	178
8.10	Volumen de metano obtenido en la biodegradabilidad de la vinaza.	178
8.11	Evolución de la DQO del influente y efluente en el LFI operando en batch.	181
8.12	Porcentaje de remoción de DQO en el LFI operando en batch.	181
8.13	Soporte sin colonizar al inicio de la operación en batch.	182
8.14	Soporte con biomasa adherida a los 8 días de operación en batch.	183
8.15	Crecimiento de biopelícula durante el tercer batch.	183
8.16	Biopelícula adherida al soporte durante el cuarto batch.	184
8.17	Evolución de la DQO y porcentaje de eficiencia de remoción de DQO en el LFI a una carga de 0.5 g DQO/L-d	187

NÚMERO DE FIGURA	TÍTULO	PÁGINA
8.18	Evolución de la DQO en el LFI operando a una carga de 1 g DQO/L·d	188
8.19	Eficiencia de remoción de DQO en el LFI operando a una carga de 1.0 g DQO/L·d.	189
8.20	Producción y rendimiento de metano en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando a una carga de 1 g DQO/L·d	190
8.21	Evolución de DQO en el LFI operando a una carga de 3.3 g DQO/L·d	191
8.22	Eficiencia de remoción de DQO en el LFI operando a una carga de 3.3 g DQO/L·d	192
8.23	Volumen y rendimiento de CH ₄ en el reactor de lecho fluidizado inverso operando a una carga orgánica volumétrica de 3.3 gDQO/L·d	193
8.24	Comportamiento de la DQO en el LFI operando a 6.8 g DQO/L·d	195
8.25	Eficiencia de remoción de DQO en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio durante su operación a una carga de 6.8 g DQO/L·d	195
8.26	Volumen y rendimiento de metano en el LFI operando a una carga de 6.8 g DQO/L·d	196
8.27	Evolución de la DQO en el LFI a una carga de 10.4 g DQO/L·d	198
8.28	Eficiencia de remoción de DQO en el LFI operando a una carga de 10.4 g DQO/L·d	198
8.29	Volumen de metano producido y rendimiento de metano en el LFI a una carga de 10.4 g DQO/L·d	199
8.30	Evolución de la DQO en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d	201
8.31	Eficiencias de remoción en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d	201
8.32	Volumen de metano y rendimiento del mismo en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d	202
8.33	Evolución de la DQO en el LFI operando a una carga de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH	204
8.34	Eficiencia de remoción de la DQO en el LFI operando a una carga de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH	205

NÚMERO DE FIGURA	TÍTULO	PÁGINA
8.35	Volumen y rendimiento de metano en el LFI operando a una carga de 6.4 g DQO/L.d y diferentes TRH	206
8.36	Eficiencias de remoción obtenidas en el LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas	208
8.37	Rendimiento de CH ₄ en el LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas.	212
8.38	Comportamiento de los sólidos en el LFI operando a diferentes cargas orgánicas volumétricas	216
8.39	Extendsphere® colonizado durante la operación LFI a una carga de 3.3 g DQO/L.d, muestra tomada en la parte superior del reactor	218
8.40	Observación al microscopio de soporte tomado de la parte media del lecho del LFI operando a una carga orgánica volumétrica de 6.8 g DQO/L.d	219
8.41	Observación al microscopio de soporte tomado de la parte inferior del lecho del LFI operando a una carga orgánica volumétrica de 10.4 g DQO/L.d. 80	220
8.42	Cantidad de Sólidos Volátiles Adheridos al soporte (gSVA/gSoporte) del LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas	221
8.43	Muestra de soporte colonizado tomado de la parte superior del lecho	227
8.44	Muestra de soporte colonizado tomado de la parte media del lecho	228
8.45	Muestra de soporte colonizado tomado de la parte inferior del lecho	228
8. 46	Partículas de soporte con crecimiento de biomasa en un extremo	228

En el estado de Veracruz, al sur de México, se ubican empresas dedicadas a la obtención de etanol a partir de melaza de azúcar de caña. Las más pequeñas, tienen una producción promedio de 20,000 L de alcohol/día. Los efluentes de la producción de etanol incluyen agua de enfriamiento de condensadores, agua del lavado de tanques de fermentación y vinazas, estas últimas son los efluentes más contaminantes en las destilerías, por su concentración de material orgánico biodegradable y no biodegradable. Las vinazas se generan en grandes volúmenes, produciéndose de 12 a 15 litros de vinazas por cada litro de alcohol destilado. Estos efluentes se caracterizan por tener altas temperaturas, pH ácido y una elevada concentración de DQO así como de sólidos totales.

La determinación de la biodegradabilidad anaerobia de un agua residual, permite estimar la fracción de DQO que puede ser transformada potencialmente en metano y la DQO recalcitrante que queda en el efluente. Para el desarrollo de una prueba de biodegradabilidad, es importante considerar diversos factores relacionados con la composición del agua a tratar, composición de los lodos y las condiciones bajo las cuales se lleva a cabo la prueba.

La digestión anaerobia de aguas residuales industriales es comúnmente usada en todo el mundo, ofrece significativas ventajas para el tratamiento de efluentes altamente cargados. Los sistemas anaerobios de tratamiento de aguas residuales industriales incluyen tecnologías con biopelículas, estos sistemas de tratamiento anaerobio con biopelícula son una tecnología bien establecida para el tratamiento de efluentes industriales. El Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) ha sido diseñado para el tratamiento de aguas residuales de alta carga, teniendo como ventajas el empleo de un soporte que proporciona una gran superficie y un bajo requerimiento de energía para la fluidización del lecho.

En el presente trabajo, se lleva a cabo el análisis de un proceso de producción de etanol, identificando a los efluentes que se generan en el mismo. Se encuentra que el efluente final está compuesto principalmente por las vinazas provenientes del proceso de destilación. En la caracterización de las vinazas provenientes del proceso de producción de etanol a partir de melaza de azúcar de caña, se encontraron valores promedio de DQO de 193.35 gDQO/L, para los sólidos totales 109.78 gST/L y pH de 4.64.

Así mismo, en esta investigación se llevó a cabo una prueba de biodegradabilidad anaerobia, aplicada a la vinaza proveniente de la producción de etanol. En la caracterización de los lodos empleados en el ensayo se obtiene una Actividad Metanogénica Específica de 0.14 g DQO/gSSV·d. El porcentaje de remoción de DQO de la vinaza fue de 62.7%, obteniéndose una k igual a 0.031 h⁻¹ y una tasa de consumo de sustrato de 1.26 gDQO/d. El rendimiento de metano fue de 0.19 LCH₄/g DQO_{removida} y el porcentaje de biodegradabilidad de 54.1%.

El presente trabajo también evalúa el desempeño de un LFI, empleando Extendospher® como soporte y tratando efluentes provenientes de la producción de etanol. El reactor se arrancó en batch y posteriormente se operó en continuo a diferentes Cargas Orgánicas Volumétricas de 0.5, 1.0, 3.3, 6.8 y 10.4 g DQO/L·d. Además, se evaluaron diferentes Tiempos de Residencia Hidráulica de 10, 5 y 1 días. El sistema alcanzó las siguientes eficiencias promedio de remoción de DQO: 81% para la operación en batch; 58, 67, 59 y 50 % para las cargas de 0.5, 1.0, 3.3, 6.8 g DQO/L·d respectivamente. Para la carga de 10.4 g DQO/L·d, la eficiencia promedio de remoción de DQO fue 38%, en esta condición el reactor presentó inestabilidad y disminución del rendimiento de metano. La generación de metano inició hasta los 110 días de operación del reactor a una carga de 1.0 g DQO/L·d. El sistema alcanzó un rendimiento de metano desde 0.15 hasta 0.34 LCH₄/g DQO. Durante la operación del reactor a una carga constante de 6.4 g DQO/L·d, y un TRH de 1 día, se alcanzó una eficiencia promedio de remoción de DQO de 52%.

In the state of Veracruz, to the south of Mexico, there are located companies dedicated to the production of ethanol from molasses of cane sugar. The smallest, have a average production of 20,000 L ethanol/day. The effluent of production of ethanol include water of condensers, water originated from the cleanliness of tanks of fermentation and vinasses, the above mentioned are more effluent pollutants in the distilleries, for the poor organic matter degradability. The vinasses are generated in high volumes, producing from 12 to 15 L of vinasses per every liter of distilled ethanol. These effluent are characterized by its high temperature, pH acid and a high concentration of DQO as well as high concentration of TS.

The determination of the anaerobic degradability of a waste water, it allows to estimate the fraction of DQO that can be transformed potentially into methane and the recalcitrant DQO that stays in the effluent. For the development of degradability test, it is important to consider factors related to the composition of the water to be treated, composition of the sludge and the conditions under which the test is carried out.

The anaerobic digestion of industrial wastes water is used commonly in the whole world, it offers significant advantages for the treatment of effluent highly loaded. The anaerobic treatment of industrial wastes water include technologies with biofilms, this anaerobic treatment whit biofilms systems, is a well-established technology for treatment of industrial effluents. The Anaerobic Inverse Fluidized Bed Reactor (IFBR) has been developed to provide biological treatment of high strength organic wastewater for their large specific surface and their low energy requirements for fluidization.

In this work, there is carried out the analysis of a process of production of ethanol, identifying the effluent ones that are generated in the process. One determined that

the effluent end is composed principally by the vinasses originated from the process of distillation. In the characterization of the vinasses originated from the process of production of ethanol from cane sugar molasses, there were average values of DQO of 193.35 gDQO/L, average values of solid of 109.78 gST/L and pH of 4.64.

In this investigation there was carried out a anaerobic degradability test of the vinasses generated in the production of ethanol. In the characterization of the sludge used in the essay, the specific methanogenic activity (SMA) was 0.14 gDQO/gSSV.d. The average removal of DQO of the vinasses was 62.7 %, k equal to 0.031 h^{-1} was obtained one and a rate of removal substrate of 1.26 gDQO/d. The methane yield was $0.19 \text{ LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removed}}$ and the anaerobic biodegradability was a 54.1 %.

This study describes the performance of IFBR with Extendospher[®], for the treatment of vinasses. The start-up was made in batch, increasing gradually the Organic Load Rate (OLR): 0.5, 1.0, 3.3, 6.8 and 10.4 g COD/L.d.

Different Hydraulic Retention Times (HRT) were evaluated: 10, 5 and 1 days. During the operation in batch, the COD removal obtained was of 81 %, and for OLR of 0.5, 1.0, 3.3, 6.8 g COD/L.d the removal obtained was 58, 67, 59 and 50 % respectively. For a maximum OLR of 10.4 g COD/L.d, the COD removal was 38 %, and the system presented instability and decrease of the yield methane.

The methane production initiated after 110 days of the start-up of the IFBR, to organic load rate of 1.0 g COD/L.d. The system reached values in the methane yield from 0.15 up to $0.34 \text{ LCH}_4/\text{g COD}_{\text{removed}}$, for the different organic load rates. During the operation to a constant OLR of 6.4 g COD/L.d, and a HRT of 1 day, the Anaerobic Inverse Fluidized Bed Reactor reached a maximum efficiency of removal of 52 %.

Los combustibles fósiles, el petróleo y sus derivados, como fuentes de energía no renovable, están llegando a niveles de agotamiento acelerado. Esta situación, sumada al calentamiento global, provocado en gran medida por el uso de este tipo de combustibles, es una oportunidad para la implementación de energías renovables. En este sentido, la producción de biocombustibles ha despertado el interés mundial.

Además de ser empleado como biocombustible, el etanol obtenido a partir de melaza de caña, es utilizado para producir bebidas. En México, diversos ingenios poseen destilerías con una capacidad instalada para producir anualmente cerca de 167 mil m³ de Etanol.

Independientemente del uso que se dé al etanol, es importante considerar que las grandes cantidades producidas a nivel mundial (55,700 millones de litros en 2007, empleados 30% en la industria, 9% en bebidas y 61% como combustibles) generan a su vez considerables volúmenes de efluentes de la destilación, denominados vinazas (COLPOS 2010).

Estudios realizados en diversas destilerías, indican que por cada litro de alcohol destilado, se producen de 12 a 15 litros de vinazas (Jiménez *et al.* 2006, Travieso *et al.* 2006, Lorenzo *et al.* 2015). Estas vinazas tienen un pH ácido (de 3 a 4). Así mismo, están caracterizadas por su alta DQO en un rango de 50-100 g DQO/L, dependiendo del origen del sustrato empleado en la fermentación alcohólica (Jiménez *et al.* 2006, Travieso *et al.* 2006).

Las vinazas con frecuencia han sido tratadas mediante procesos anaerobios. El tratamiento anaerobio de efluentes con elevado contenido de materia orgánica biodegradable presenta diversas ventajas; por ejemplo, se pueden alcanzar altas

eficiencia de remoción alimentando altas cargas, presenta bajos requerimientos de nutrientes, genera pequeñas cantidades de lodos y produce un biogás combustible.

La producción de biogás permite al proceso no sólo ahorrar energía, sino también generarla; esto puede reducir significativamente los costos de operación comparado con el alto consumo de energía de los procesos aerobios (Fernández 2008). Sin embargo, uno de los mayores problemas en los procesos anaerobios de tratamiento de aguas residuales es la pérdida de biomasa en sistemas con alta carga hidráulica.

En relación a esto, muchos de los sistemas anaerobios empleados involucran sistemas de biomasa fija. La biopelícula proporciona interesantes ventajas tales como: ofrece una mayor superficie de contacto entre la materia orgánica y la biomasa, la fácil separación del agua tratada de la biomasa y un diseño de sistema compacto (Houbroun *et al.* 2012, Thaiyalnayaki *et al.* 2012).

Dentro de los sistemas de tratamiento de aguas residuales mediante un lecho fijo, se encuentran los Reactores de Lecho Fluidizado Inverso (LFI), mismos que se han sugerido para el tratamiento anaerobio de efluentes industriales (Alvarado *et al.* 2010, Abdurahman *et al.* 2013).

El LFI utiliza pequeñas partículas con una densidad específica menor que la densidad específica del agua, estas partículas flotan y son expandidas hacia abajo por el influente (Sowmeyan *et al.* 2008). En el caso de la producción de gas, este también contribuye a la expansión del lecho y este fenómeno es llamado pseudo-fluidización (Arnaiz *et al.* 2005).

La fluidización inversa tiene ventajas adicionales comparadas con la fluidización convencional: permite la recuperación de sólidos en el fondo del reactor. En este sentido, la biopelícula creciendo en la parte superior del reactor permanece separada de precipitados; el reactor no está propenso a atascamientos y tiene menor requerimiento de energía (Papirio *et al.* 2012).

Por otro lado, se considera que los reactores LFI pueden alcanzar una carga orgánica volumétrica superior a 30 kg DQO/m³.d (Alvarado *et al.* 2008). Este proceso ha sido probado a nivel laboratorio con éxito sobre aguas residuales urbanas, aguas residuales de la industria vinícola (Sowmeyan *et al.* 2008, Choudhury y Sahoo 2012, Thaiyalnayaki *et al.* 2012) y aguas residuales de cervecería (Alvarado *et al.* 2008), así como a escala real en aguas residuales de la industria refresquera, textil e industria de productos químicos (Yougsheng 2008).

El presente trabajo, describe la operación de un reactor de lecho fluidizado inverso, empleando Extendospher[®] como soporte y tratando efluentes provenientes de la producción de etanol a partir de melaza de caña de azúcar. El desempeño del reactor se evaluó aplicando diferentes cargas orgánicas volumétricas y diferentes tiempos de residencia hidráulica.

CAPÍTULO I. ANTECEDENTES

I.1 PRESENTACIÓN DE LA DOCTORANDA

Martha Elvira Sandoval Rojas nace en la ciudad de Los Mochis, Sinaloa, México, el 23 de febrero de 1969. En 1991 obtiene el grado de Ingeniero Bioquímico en el Instituto tecnológico de Veracruz, y en el año 2000, el grado de Maestro en Ciencias en Ingeniería Química con especialidad en el área ambiental, en el Instituto Tecnológico de Orizaba.

I.2 CURSOS DE DOCTORADO SEGUIDOS

La doctoranda realiza el año académico del Doctorado conjunto entre la Universidad Politécnica de Madrid y el Instituto Tecnológico de Minatitlán en el periodo 2006 – 2007, en la siguiente forma:

Curso 2006- 2007: Periodo de docencia.

Tabla 1.1 Cursos de doctorado seguidos

Asignatura	Créditos	Calificación
Procesos de tratamiento de agua potable	3	9.00 Sobresaliente
Desinfección en la reutilización de aguas y lodos	5	7.50 Notable
Procesos de depuración de aguas residuales industriales	4	10.00 Sobresaliente
Legislación ambiental, impactos ambientales y auditorías	4	6.50 Aprobado
Procesos de eliminación de nutrientes	3	9.5 Sobresaliente
Impacto ambiental de las energías renovables	5	8 Notable

Superados los 20 créditos exigidos en la etapa de docencia, se procede a la fase de investigación tutelada, considerando como tema: “Investigación sobre las fuentes de contaminación en el proceso alcoholero y tratabilidad de las vinazas”. El trabajo experimental se desarrolla en el Laboratorio de Investigación y Gestión Ambiental de la Facultad de Ciencias Química de la Universidad Veracruzana. Se concluye esta etapa con una calificación de 9.0 (Sobresaliente).

Una vez presentado el examen de suficiencia investigadora, se inicia con el periodo de investigación de doctorado.

I.3 FECHA DE APROBACIÓN DEL TÍTULO DE LA TESIS Y DIRECTORES

Derivada de la investigación tutelada, se realiza la propuesta de Tesis de doctorado, titulada “TRATAMIENTO DE VINAZAS PROVENIENTES DE ETANOL EN UN REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO” misma que es aprobada el 30 de enero de 2009, siendo asignados como directores de Tesis a los Doctores Aurelio Hernández Muñoz y Eric Houbbron.

I.4 ACTIVIDAD PROFESIONAL DE LA DOCTORANDA

La doctoranda ha laborado en la industria desempeñándose como analista en laboratorios de control de calidad de la industria de alimentos y como ingeniero de procesos en la industria química. A partir del año 2001, se desempeña como docente, impartiendo materias como Biología, Bioquímica, Microbiología, Toxicología Ambiental, Evaluación y Control de la Calidad del Agua, Procesos Fisicoquímicos para el tratamiento de aguas residuales, Ingeniería ambiental y Remediación biológica de suelos contaminados, en los programas de la Maestría en Ingeniería Ambiental, en la Especialización en Ingeniería Ambiental,

Especialización en Educación Ambiental y en las licenciaturas de Ingeniería Química e Ingeniería Ambiental del Instituto Tecnológico de Minatitlán.

I.5 ACTIVIDAD INVESTIGADORA DE LA DOCTORANDA

La doctoranda ha realizado y dirigido algunos trabajos de investigación que han sido presentados en congresos y publicados en las memorias de los mismos.

- **TRABAJOS DE INVESTIGACIÓN DESARROLLADOS:**

“Eliminación de nitrógeno en un reactor de biodiscos”, trabajo desarrollado como parte de la tesis de Maestría. Participación en el VII Congreso Nacional de Biotecnología y Bioingeniería y en el IV Congreso Latinoamericano de Biotecnología y Bioingeniería, Huatulco, México, 1999.

Tratamiento integral de los residuos de un rastro municipal”, -Participación en el Primer Congreso Veracruzano de Ingeniería Bioquímica y en el Primer Congreso Internacional de Ingeniería Ambiental del Instituto Tecnológico de Minatitlán, 2003, y en el The First International Meeting on Environmental Biotechnology and Engineering (1 IMEBE), México, D.F., México, 2004.

“Evaluación ecotoxicológica empleando *Daphnia magna* en una laguna contaminada con hidrocarburos”. II Congreso de Toxicología y Química ambiental, Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC, México. 2006.

“Investigación sobre fuentes de contaminación en el proceso alcoholero y tratabilidad de las vinazas”, como parte del trabajo de investigación tutelada. Participación el Primer Congreso Internacional de la Sociedad Latinoamericana de Biotecnología Ambiental y Algal. Xalapa, Veracruz, México. 2008.

“Tratamiento de vinazas provenientes de etanol en un reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio”. Participación el Segundo Congreso Internacional de la Sociedad Latinoamericana de Biotecnología Ambiental y Algal. Cancún, Quintana Roo, México. 2010.

“Pruebas de biodegradabilidad anaerobia a lixiviados de un relleno sanitario”. Congreso de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC., Aguascalientes, México. 2012.

“Remediación biológica mediante composteo de un suelo contaminado con hidrocarburo”. Congreso de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC., Aguascalientes, México. 2012.

“Pruebas de evasión empleando lombriz roja californiana *Eisenia foetida*”. Congreso de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC. Ensenada, Baja California, México. 2014.

- TRABAJOS DE INVESTIGACIÓN DIRIGIDOS (TESIS DE LICENCIATURA Y MAESTRIA):

“Estudio Técnico de potabilización de agua, utilizando como abastecimiento el Río Coatzacoalcos” -Participación en el VII Congreso Nacional de Ciencias Ambientales y II Congreso Internacional de Ciencias Ambientales, Minatitlán, Veracruz, México. 2001. Tesis de maestría.

“Tratamiento integral de los residuos de un rastro municipal”, -Participación en el Primer Congreso Veracruzano de Ingeniería Bioquímica y en el Primer Congreso Internacional de Ingeniería Ambiental del Instituto Tecnológico de Minatitlán, 2003, y en el The First International Meeting on Environmental Biotechnology and Engineering (1 IMEBE), México, D.F., México, 2004. Tesis de maestría.

“Diseño de un Reactor Biológico Rotatorio para tratamiento de aguas residuales de pequeñas comunidades” - Participación en el Primer Congreso Veracruzano de Ingeniería Bioquímica, 2002. Primer Congreso Internacional de Ingeniería Ambiental del Instituto Tecnológico de Minatitlán, 2003. Tesis de maestría.

“Evaluación ecotoxicológica empleando *Daphnia magna* en una laguna contaminada con hidrocarburos”. II Congreso de Toxicología y Química ambiental, Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC, México. 2006. Tesis de maestría.

“Arranque de un reactor de lodos activados con aireación extendida para el tratamiento de un agua residual proveniente de actividades de la perforación de pozos petroleros. Dirección de tesis de maestría, 2007”. Tesis de maestría.

“Pruebas de biodegradabilidad anaerobia a lixiviados de un relleno sanitario”. Congreso de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC., Aguascalientes, México. 2012. Tesis de licenciatura.

“Remediación biológica mediante composteo de un suelo contaminado con hidrocarburo”. Congreso de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC., Aguascalientes, México. 2012. Tesis de licenciatura

“Caracterización de lodos bentoníticos contaminados con hidrocarburos y propuesta de fitorremediación”. 2013. Tesis de Licenciatura. Instituto Tecnológico de Minatitlán. Tesis de licenciatura

“Comparación de dos tecnologías para la bioremediación de lodos bentoníticos contaminados con Hidrocarburos”. 2014. Tesis de Licenciatura. Instituto Tecnológico de Minatitlán. Tesis de licenciatura

“Pruebas de evasión empleando lombriz roja californiana *Eisenia foetida*”. Congreso de la Asociación Mesoamericana de Ecotoxicología y Química Ambiental. AMEQA/SETAC. Ensenada, Baja California, México. 2014. Tesis de licenciatura.

CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO DE LA TESIS

La investigación desarrollada lleva por nombre “TRATAMIENTO DE VINAZAS PROVENIENTES DE ETANOL EN UN REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO”.

II.1 JUSTIFICACIÓN

En la producción del alcohol etílico se producen varios desechos como las aguas de enfriamiento de condensadores y tinas de fermentación, los fondos de éstas, y las vinazas. De todas las aguas residuales provenientes de los complejos alcoholeros, las que son más contaminantes por su concentración de material orgánico biodegradable y no biodegradable son las vinazas, que se producen en una proporción de 12 a 15 litros por cada litro de alcohol destilado (Lorenzo *et al.* 2015, Jiménez *et al.* 2006, Travieso *et al.* 2006, Duran *et al.* 1991).

Las vinazas pueden describirse como las aguas residuales generadas en la manufactura de alcohol etílico por fermentación y subsiguiente destilación. Estas tienen un pH ácido de 3 a 4 y están caracterizadas por su alta Demanda Química de Oxígeno, que según Beltrán *et al.* (2005) puede estar en un rango de 10 – 50 g/L, y arriba de 100 g/L según Vlissides (2005), dependiendo su origen.

El estado de Veracruz, en México, cuenta con siete importantes ingenios azucareros, responsables de más del 50% de la producción de etanol a nivel nacional, según lo reportó la Secretaría de Agricultura, Ganadería, desarrollo Rural Pesca y Alimentación, (SAGARPA) en un estudio denominado “Bases técnicas para el fomento a la producción de biocombustibles en el país a partir de caña de azúcar”, en 2010. También existen diversas fábricas de alcohol, no asociadas a los ingenios azucareros, que emplean como materia prima la melaza proveniente de los mismos.

El presente proyecto fue realizado en colaboración con una empresa alcoholera en el estado de Veracruz, México. Esta fábrica procesa en promedio alrededor de 20,000 L/d de alcohol. El proceso de producción de esta destiladora es relativamente clásico y tradicional. Se utiliza la melaza como materia prima, la cual mezclada con el agua disponible y las levaduras producidas in situ, genera el mosto a fermentar. Este fermentado se destila para recuperar el alcohol a 96° GL. Una vez el que el alcohol se ha producido, queda todavía una cierta cantidad de azúcar no procesable en la vinaza, así como muchos sólidos disueltos, metabolitos secundarios y productos intermediarios más o menos biodegradables.

Esta planta productora de alcohol es una de las únicas que cuenta con un sistema de tratamiento de aguas residuales., El sistema de tratamiento es de tipo lagunar, con un volumen total 122,600.0 m³, lo que representa un Tiempo de Residencia Hidráulica total de 490 a 613 días. Si bien el sistema presenta una eficiencia de remoción de la DQO superior al 95%, la superficie al suelo, la percepción social y las normas de descargas siguen percibidos como inconveniente.

De lo anterior, se deriva la importancia del conocimiento del proceso de producción del etanol, de las características fisicoquímicas de las vinazas generadas, y específicamente, un estudio del tratamiento de estas aguas residuales mediante procesos de alto rendimiento.

Según estudios recientes (Macarie *et al.* 2002, Macarie y Le Mer 2006), los efluentes de destilería son adaptados para su tratamiento por digestión anaerobia. La energía proveniente del metano producido por digestión anaerobia es cinco veces mayor que la energía requerida para un tratamiento aerobio. Además el biogás producido puede ser utilizado como combustible.

Los sistemas anaerobios de tratamiento de aguas residuales industriales incluyen tecnologías que emplean microorganismos suspendidos, tales como los reactores completamente mezclados. Por otro lado, también se emplean ampliamente las

tecnologías de biopelículas, que incluyen los Reactores de Lecho de Lodos de Flujo Ascendente (UASB), los Filtros Anaerobios, los Digestores Híbridos y los Reactores de Lecho Fluidizado Inverso (Moletta 2005).

En los Reactores de Lecho Fluidizado, los microorganismos son inmovilizados sobre un soporte granular puesto en suspensión por un flujo ascendente. En los reactores de Lecho Fluidizado Inverso (LFI), el soporte presenta una densidad inferior a 1 g/cm^3 , y el flujo de fluidización es descendente. Si bien estos procesos pueden alcanzar una carga volumétrica aplicada superior a $30 \text{ kg DQO/m}^3\cdot\text{d}$ (Alvarado *et al.* 2006), la superficie al suelo para este tipo de instalación es reducida. Este proceso ha sido probado al nivel laboratorio con éxito sobre aguas residuales urbanas (Castilla *et al.* 2000), aguas residuales de la industria vinícola (Garcia *et al.* 1998, Michaud *et al.* 2002, Michaud *et al.* 2003) y aguas residuales de cervecería (Houbron *et al.* 2004, Alvarado 2006). Sin embargo, no existen resultados reportados en la literatura sobre el uso de un Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio para el tratamiento de vinazas crudas provenientes de la producción de etanol a partir de melaza de azúcar de caña.

II.2 ESTADO DE LA TÉCNICA

II.2.1 La industria azucarera y alcoholera

La agroindustria de la caña de azúcar fue establecida en las plantaciones coloniales por los conquistadores españoles a finales del siglo XV y finales del siglo XVI. Transcurrieron cuatro siglos antes de que la economía azucarera regional saltara de una escala tecnológica primitiva y rústica (los trapiches) al desarrollo industrial y comercial que registró en las postrimerías del siglo XIX y principios del siglo XX. La caña de azúcar ofrece amplias posibilidades de aprovechamiento integral por medio de la industrialización de sus subproductos para la obtención de derivados, dentro de los cuales se encuentra el alcohol.

Tradicionalmente, el alcohol se produce en los países azucareros de caña, principalmente para la elaboración de bebidas y licores. A partir de la década de los 70's la industria alcoholera revolucionó a nivel mundial con la política de Brasil de producción de alcohol como sustituto de gasolina (GEPLACEA, 1988). Para el año 2005, se consideró que la producción de etanol en este país alcanzó un valor igual a $15 \times 10^6 \text{ m}^3$ / año, con 71 plantas que operan sólo para la producción de alcohol y 225 para producción del 50% azúcar y 50% etanol.

En México, la importancia de la caña de azúcar es relevante. Es el séptimo productor mundial de azúcar. Más de 3 millones de personas dependen directa e indirectamente de su cultivo y transformación (1 de cada 7 veracruzanos). Así mismo, la industria de la caña genera el 0.5% del Producto Interno Bruto Nacional (8.9% del PIB del Sector Agropecuario y el 2.4% de la Industria Manufacturera). Además, se considera que con una tonelada de azúcar invertida se pueden producir 645 litros de alcohol absoluto (en teoría).

La melaza, como un subproducto de la caña, también es significativa. Según la CNIAA (2006), en el año comercial 2005/2006 (con cifras estimadas en el avance al mes de agosto de 2006), la producción nacional de Melazas fue de 1'798,364 Tm, de las cuales 210,701 Tm fueron para exportaciones y 1'588,149 Tm, fueron para consumo nacional.

En el mercado del alcohol en México, la melaza es empleada como materia prima. Según un Informe Final del Comité de la Agroindustria Azucarera, en el año comercial 2005/2006, la cantidad de melaza aportada para fabricar el alcohol fue de 270,000 Tm, a partir de las cuales se obtuvieron 50'068,096 litros del mismo. Lo anterior equivale a 237.6 litros de alcohol por Tm de melaza. Cabe mencionar que de las 10 destilerías en operación en ese año, 6 corresponden al estado de Veracruz, las cuales produjeron 37'448,000 litros de alcohol (CNIAA, 2006).

II.2.2 Proceso de producción de etanol

El proceso de producción de alcohol etílico o etanol no es exactamente igual en todas las industrias dedicadas a la producción de etanol, sin embargo, de manera general, el flujo tecnológico de una destilería se encuentra dividido en varias secciones, siendo éstas, en orden de operación:

- Sección de propagación de levadura
- Sección de fermentación
- Sección de destilación.

Así mismo, la mayoría de las plantas como materias primas reciben mieles y sales nutrientes y además necesitan de suministro de agua, vapor y electricidad que hacen posible el funcionamiento de toda la instalación, incluidos el sistema de tratamiento de aguas residuales y el almacenamiento de insumos y producción.

✓ Sección de propagación de levadura

Esta sección recibe levadura liofilizada o cultivo puro del laboratorio, mieles, agua vapor, ácido sulfúrico, antiespumante, sales nutrientes, electricidad y aire, y entrega a la sección de fermentación la cantidad de levadura necesaria para un fermentador por cada ciclo, dependiendo el número de éstos últimos, de la capacidad instalada. Como equipamiento básico puede poseer germinadores, cultivadores y pre-fermentadores.

✓ Sección de fermentación

Esta sección recibe inóculo de la sección de propagación industrial, electricidad, miel, agua y antiespumante, entrega el mosto fermentado rico en alcohol y levadura, al cual se le separa la biomasa en la sección de recuperación de levadura (puede ser *Saccharomyces*), y el alcohol en la sección de destilación. También, dependiendo de las instalaciones, entrega gas carbónico a la planta anexa a la

destilería. Para este propósito se requiere un desfase en los fermentadores para poder mantener continuo el suministro de CO₂ a la planta recuperadora.

✓ Sección de destilación

Esta sección recibe la mezcla fermentada (despejada lo más posible de células de levadura), electricidad, vapor y agua y entrega aguardiente crudo y alcoholes finos. Consta de equipamiento básico para ello, con una columna destiladora, una columna rectificadora y una columna depuradora que se emplea para producir alcohol fino solamente, así como bombas y los condensadores necesarios para que funcione la sección. También posee recuperadores de calor de mostos de placas y una columna de aguardiente.

El funcionamiento se efectúa de la siguiente forma: la mezcla fermentada a la cual se le ha separado la mayor parte de la levadura y está almacenada en los tanques de balance (acumulador de mezclas), se bombea como material refrigerante al calentavinos (primer condensador) de la columna rectificadora donde despoja a los vapores de alcohol de parte de su calor, aumentando la mezcla su temperatura hasta aproximadamente 70-75° C. Continúa hasta uno de los intercambiadores de calor de mostos donde le extrae a los mostos parte de su calor, incrementando más su temperatura hasta aproximadamente 80-82° C. La mezcla calentada, se inyecta en el “plato de espuma” situado cerca de la parte superior de la columna destiladora y a la cual por la parte interior se le aplica vapor por contacto directo, hasta una presión de 4 a 5,5 lb/plg² generalmente.

La mezcla va despojándose cada vez de alcohol hasta que sale por el fondo ya en forma de mostos (vinazas), residuo más significativo por su agresividad y volumen a manejar. Por la parte superior de la columna destiladora salen vapores ricos en alcohol que van a la columna rectificadora.

II.2.3 Aguas residuales generadas en el proceso de producción de etanol

Para la producción de alcohol de caña, se requiere de la utilización de enormes cantidades de agua, que pueden superar el millón de metros cúbicos por día. El volumen de las aguas residuales de la industria azucarera, alcanza cifras que pueden considerarse elevadas; aportan anualmente un total de 36 millones de metros cúbicos de residuos líquidos.

En la producción del alcohol etílico se tienen como desechos las aguas de enfriamiento de condensadores y tinas de fermentación, los fondos de éstos, y las vinazas. De todas las aguas residuales provenientes de los complejos alcohólicos, las que son más contaminantes por su concentración de material orgánico biodegradable y no biodegradable son las vinazas, que se producen en una proporción de 12 a 15 litros por cada litro de alcohol destilado (Duran *et al.* 1991).

Las vinazas pueden describirse como las aguas residuales generadas en la manufactura de alcohol etílico por fermentación y subsiguiente destilación. Estas tienen un pH ácido (3-4) y están caracterizadas por su alta Demanda Química de Oxígeno, que según Beltrán *et al.* (2005) puede estar en un rango de 10,000-50,000 mg/l.

II.2.4 Pruebas de biodegradabilidad

Muchas definiciones de biodegradabilidad están disponibles en la literatura. La biodegradabilidad es la capacidad de una sustancia para ser descompuesta en moléculas más simples por acción microbiana. Así, la biodegradabilidad es una de las características más importantes de un compuesto orgánico o de un agua residual, ya que nos permite predecir su destino o persistencia en el medio ambiente, así como definir el alcance de su tratamiento biológico. Además, el conocimiento de la biodegradabilidad permite:

1. Estimar la tratabilidad biológica de aguas residuales y la remoción de compuestos orgánicos por procesos de tratamiento.
2. Estimar la demanda bioquímica de oxígeno (DBO_5) de las aguas residuales en base a su disposición química.
3. Estimar el proceso de autopurificación de las aguas.

Por lo tanto, antes de aplicar cualquier tratamiento biológico a un caso particular de efluente, se debe contar con información confiable acerca de su biodegradabilidad.

II.2.5 Tratamiento anaerobio de aguas residuales

La digestión anaerobia ha demostrado ser una excelente forma de tratar residuos sólidos, líquidos o semisólidos, y ofrece significativas ventajas sobre algunos sistemas convencionales (aerobios), especialmente desde un punto de vista energético y ambiental. El tratamiento anaerobio, si bien se reporta eficiencias de remoción de la materia orgánica de 60 a 80 %, presenta una producción de lodo del orden del 10 % y un costo de operación reducido, ubicándolo en una posición ventajosa para el tratamiento de efluentes altamente cargados (Houbron *et al.* 2003).

El último desarrollo de esta tecnología ha evolucionado, pasando de reactores de baja velocidad a alta velocidad. Los reactores de baja velocidad corresponden a procesos sin agitación y con altos tiempos de retención, operados en modo semicontinuo o batch. Los reactores de alta velocidad están basados en diferenciar los tiempos de retención de sólidos y de líquidos, superando significativamente a los primeros, fijando, reciclando o reteniendo la biomasa a través de la sedimentación. La biomasa fija puede desarrollarse sobre un soporte estático o sobre partículas fluidizables, empleando diversos materiales de densidad, formas y tamaños variables. La eficiencia de estos reactores puede llegar hasta 20 kg de

DQO/m³·d, siendo eficientes sobre todo para el tratamiento de la parte soluble de efluentes libres de sólidos.

El uso de la tecnología de lecho fluidizado para el tratamiento de aguas residuales ha sido principalmente estudiado a nivel laboratorio y planta piloto, pero muy pocas plantas industriales han sido construidas. Las ventajas de esta tecnología son diversas. Entre otras, se alcanzan altas concentraciones de biomasa en el reactor siendo adheridas sobre soportes, facilitando así su retención dentro del reactor. Por otro lado, en función del tamaño de partículas, se generan grandes áreas de contacto por unidad de volumen, incrementando así la transferencia de masa. La densidad de la partícula dicta las velocidades de fluidización necesaria, y los flujos permiten manejar Tiempos de Residencia Hidráulicos (TRH) cortos, los cuales permiten el tratamiento de aguas residuales muy diluidas y permite indirectamente una resistencia por parte de la biomasa a sobrecargas orgánicas esporádicas.

Una aplicación de los reactores de lecho fluidizado, son los reactores de flujo inverso, en donde la fluidización es descendente y la densidad del soporte es inferior a la del agua, por lo que el lecho flota y es expandido por una circulación descendente de líquido. Este proceso posee además otras características interesantes (Karamanev y Nikolov 1992), tales como: el lecho se fluidiza más fácilmente, lo que provoca un menor costo energético; la producción de biogás en contracorriente favorece la turbulencia; no se requiere un separador sólido/líquido y no se requiere un sedimentador. Las ventajas que presentan los reactores de Lecho Fluidizado Inverso (LFI) sobre otros procesos anaerobios, hacen posible su aplicación en el tratamiento de aguas residuales industriales.

En el presente trabajo, se pretende utilizar un Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio para el tratamiento de vinazas provenientes de la producción de etanol. Estos efluentes son provenientes de la elaboración de alcohol etílico a partir de melaza y presentan características especiales que hacen complejo su tratamiento,

tales como bajo pH, alta temperatura, pero sobre todo altas concentraciones de materia orgánica que alcanzan valores de hasta 150,000 mg DQO/L.

CAPÍTULO III. OBJETIVOS INICIALES

Como se ha mencionado en el marco teórico, la industria alcoholera representa una importante fuente de empleo en México, sobre todo en el estado de Veracruz, ya que es en éste, en donde se genera más del 50 % de la producción nacional. Sin embargo, es importante conocer algunos aspectos inherentes a su producción, que permitan determinar los problemas que el mismo proceso podría causar al medio ambiente y las alternativas de solución que existen.

Derivado de lo anterior, surge la necesidad de plantear una serie de objetivos que tengan como finalidad una ampliación del conocimiento básico, y que conlleven a tener una mejor visión de las alternativas de solución a los problemas ambientales generados por la producción del etanol. Tales objetivos son los siguientes:

- Investigar las características de las melazas empleadas como materia prima en la producción de alcohol etílico.
- Conocer detalladamente el proceso de fermentación alcohólica llevado a cabo durante la producción de etanol.
- Investigar cuales son las operaciones unitarias de un proceso convencional de producción industrial de etanol que generan efluentes contaminantes.
- Conocer las características que en general, tienen las aguas residuales generadas en la producción de alcohol etílico.
- Conocer las alternativas de usos y reducción de volumen de las vinazas generadas en la producción de alcohol etílico.

- Investigar las bases teóricas de las pruebas de biodegradabilidad anaerobia, con la finalidad de aplicarlas a la evaluación de la biodegradabilidad de aguas residuales provenientes de la producción de etanol.
- Investigar las tecnologías existentes para el tratamiento anaerobio de aguas residuales que puedan ser aplicadas en la depuración de las aguas residuales provenientes del proceso de producción de etanol.

CAPÍTULO IV. INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA

IV.1 LOS SUBPRODUCTOS DE LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR COMO MATERIAS PRIMAS PARA LA FABRICACIÓN DE ETANOL

La caña como materia prima para su aprovechamiento industrial da lugar a varios productos que se originan durante la cosecha y su procesamiento. Estos son: agua contenida en el vegetal, cachaza, miel final o melazas, azúcar, bagazo entre otros (Humbert 1982). La importancia de conocer los componentes de la caña, es que muchos de estos permanecen en los residuos del proceso azucarero y alcohólico. El tronco de la caña de azúcar está compuesto por una parte sólida llamada fibra (10 -18%) y una parte líquida, el jugo, que contiene agua (75 – 76 %), sacarosa (11-15 %), glucosa (dextrosa), fructosa (Levulosa), almidón, dextranos y gomas componentes minerales, ácidos orgánicos, proteína, colorantes y cenizas (0.3 – 1 %) entre otros.

Los subproductos que se obtienen a partir de la producción de azúcar son bagazo con 50 % de humedad, miel final 88° Brix, melaza, cachaza con 77 % de Humedad, hojas verdes y secas y tallo verde (GEPLACEA, 1988).

La miel es un subproducto, mientras que el alcohol y la levadura son derivados que se obtienen del subproducto miel. Sin embargo en algunas destilerías autónomas, el alcohol es directamente producido de la caña molida para ese fin.

En la industria azucarera, algunos ingenios cuentan con destilerías para la producción de alcohol etílico a partir de las melazas, las cuales han sido la principal fuente de azúcar para la producción de etanol por fermentación. El azúcar invertido es una mezcla equimolar de glucosa y fructuosa formada por la hidrólisis de la sacarosa.

Pueden emplearse también mieles ricas en sacarosa como es el jugo de caña, que únicamente se pasa a la operación de concentrado mediante evaporación. Estas mieles hay que hidrolizarlas para tener mayor cantidad de azúcares invertidos.

La melaza y la miel final son materiales viscosos de color oscuro conteniendo un 15-20 % de agua y entre 84-88% de sólidos disueltos constituidos por azúcares fermentables, aminoácidos y sales minerales.

El azúcar presente en la miel se encuentra fundamentalmente como sacarosa, glucosa, fructuosa y pequeñas cantidades de manosa en mieles almacenadas. En su composición están presentes los no azúcares orgánicos e inorgánicos, entre los que se pueden citar los compuestos nitrogenados, ácidos, aminoácidos, albúminas, vitaminas, ceras, esteroides, lípidos, sales minerales o cenizas, etc. La miel está constituida también por una fracción de origen mineral de gran importancia en la que se encuentran más de 20 metales y no metales en distintas proporciones.

IV.2 CARACTERÍSTICAS DE LAS MELAZAS EMPLEADAS EN LA PRODUCCIÓN DE ETANOL

Las mieles finales de caña son el licor madre resultante de la cristalización final del azúcar de la cual no puede extraerse más sacarosa por métodos convencionales. Aproximadamente el 60% de los sólidos está compuesto por sacarosa, glucosa y fructosa (ICIDCA 1990).

La melaza es producto de desecho ya sea de la fabricación o la refinación del azúcar crudo; es un líquido denso (1.5 g/cm^3) y viscoso que se separa de la masa cocida final a partir del que no es posible cristalizar azúcar adicional mediante los métodos corrientes. Se describe por lo general como no comestible de manera directa porque no se usa para consumo humano pero si para consumo del ganado sin que sea nocivo (Chen 1999).

IV.2.1 Características físicas de las melazas

Algunas características físicas de las mieles son importantes porque influyen en el manejo de éstas para su uso final, ejemplo de esto son:

- Viscosidad

La viscosidad es importante desde el punto de vista bombeo de las mieles, ya que la fricción en las tuberías aumenta en proporción directa con esta característica. Existe gran variación de la viscosidad de mieles del mismo grado o pureza procedentes de distintos ingenios y esto resulta de los diferentes constituyentes de no azúcares de cada miel individual. El contenido de dextrano constituye también un factor importante en la viscosidad de la miel. Por lo anterior no existe un valor estándar para la viscosidad de las mieles. Para una miel dada, cuando se conoce la viscosidad a una temperatura y un Brix dados, se puede determinar de una manera bastante precisa la viscosidad de una miel a cualquier Brix y cualquier temperatura.

IV.2.2 Composición química

La composición de las melazas es variable, pues depende de factores agrícolas e industriales como la variedad, el grado de madurez, el clima, las condiciones de cultivo, el tipo de corte, la eficiencia industrial, etcétera.

Las melazas contienen la mayor porción de los no azúcares que estaban presentes en el jugo del cual se derivan, junto con una porción de sacarosa y azúcares reductores.

Los cambios ocasionados por la acción de la cal u otros álcalis a temperaturas elevadas sobre los azúcares reductores, especialmente la levulosa, constituyen la fuente principal de los nuevos compuestos que se encuentran en la miel (Chen 1999).

Los principales componentes de la miel son el agua y los carbohidratos, pero se encuentran además no azúcares de origen orgánico como: aminoácidos, ácidos carboxílicos, alifáticos y olefínicos, vitaminas, proteínas y fenoles, entre otros. La miel está constituida también por una fracción de origen mineral de gran importancia en la que se encuentran más de 20 metales y no metales en distintas proporciones (ICIDCA 1990).

Una composición promedio en macrocomponentes de las mieles finales se presenta en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1 Componentes de la melaza (ICIDCA, 1990).

Componentes	%
Agua	13.9
Sacarosa	36.2
Glucosa	4.5
Fructosa	6.4
Cenizas	12.4
Coloides	9.6
Otros no azúcares	17.0

Como se puede observar en la tabla anterior, el componente que se encuentra en mayor proporción es la sacarosa.

- Azúcares

Los principales azúcares que se encuentran en las mieles finales son sacarosa, glucosa (dextrosa) y fructuosa (levulosa), las dos últimas constituyen la porción principal de los azúcares reductores (Chen 1999).

Los carbohidratos presentan gran estabilidad química, sobre todo la sacarosa. La fructosa puede sufrir transformaciones al igual que la glucosa, a través de reacciones que dependen fuertemente de la temperatura (ICIDCA 1990).

La amplia gama de mieles tal como salen de las centrifugas presentan valores de 85° Brix a 92° Brix. Los azúcares presentes pueden expresarse también en % de sólidos. Las melazas presentan valores de 77 a 84 % de sólidos por desecación, 25 a 40 % de sacarosa y los azúcares reductores de 12 a 35 % con la suma de los dos (azúcares totales).

- Cenizas

En general, la composición de la ceniza es cualitativamente semejante a la del jugo a partir del cual se ha obtenido la miel. Normalmente, las cenizas en peso de las mieles finales presentan un 10 al 15 %.

- Componentes orgánicos

El nitrógeno total en las mieles varía de 0.4 a 1.5 %, y basándose en estas cifras se calcula frecuentemente la proteína cruda, es decir 2.5 a 9.0 %.

Los ácidos aspártico y glutámico junto con la asparagina son aminoácidos y amidas que se encuentran en las mieles (del orden del 1 %). Los aminoácidos de la miel son glicina, ácido aspártico, ácido glutámico, alanina, serina, metionina, lisina y leucina.

La albúmina y otros productos del tipo de las proteínas que son removidas o precipitadas en mayor proporción por la clarificación sólo se encuentran en cantidades infinitesimales (Chen1999).

- Componentes inorgánicos

La fracción inorgánica de las mieles es de importancia vital por su influencia en los procesos fermentativos. En mieles de caña se han identificado numerosos cationes de los cuales más del 98 % corresponde al potasio, el calcio y el magnesio (ICIDCA 1990). Es importante señalar que un exceso de potasio disminuye el potencial fermentativo de la miel.

- Productos oscurecedores

Cuando los azúcares reductores, dextrosa y levulosa, se someten al calor en medio alcalino, como en la clarificación, y al calentamiento subsiguiente en el proceso, tienen lugar diversas reacciones, siendo la más importante la de los aminoácidos con dichos azúcares o su deshidratación para formar productos de colores oscuros como las melanoidinas.

Estudios confirman que la formación de la melanoidina se efectúa mediante la reacción carbonil-amina entre los azúcares reductores y los aminoácidos. Los compuestos que se separan de la melanoidina son glucosa-ácido aspártico, glucosa-serina, glucosa-lisina y glucosa-metionina (Chen 1999).

- Fenoles y Componentes Volátiles

Los fenoles y componentes volátiles provienen de la porción fibrosa de la caña. Alrededor del 65% de ellos son eliminados con la cachaza durante la clarificación y el 35% restante llega a las mieles e incluso aparecen en el azúcar refino en pequeñas proporciones. Son derivados de los ácidos hidroxicinámico y p-hidroxibenzoico.

- Ácidos no nitrogenados

El ácido aconítico es el ácido más abundante en los productos de la caña. Los ácidos málico y cítrico están presentes en el jugo en cantidades mínimas, pero aparecen en cantidades apreciables en las mieles. El ácido cítrico se produce comercialmente a partir de las mieles por fermentación microbiana. En las mieles se han detectado ácidos orgánicos volátiles y ácidos grasos que aparecen, en la Tabla 4.2. El ácido butírico puede ser un fuerte inhibidor de crecimiento de microorganismos en concentraciones por arriba de 40 mg / Kg de melaza (ICIDCA 1990).

- Ceras, esteroides y lípidos

Los componentes cerosos y grasos del jugo, removidos en parte por la clarificación, persisten en las mieles, y según Chen (1999), presentan valores de 0.50 % en peso en análisis realizados en muestras de mieles cubanas.

Tabla 4.2. Ácidos orgánicos en mieles finales (ICIDCA, 1990).

Componente	mg / kg	Componente	mg / kg
Acético	324	Mirístico	0.34
Propiónico	60	Palmítico	0.05
Butírico	91	Esteárico	0.009
Valérico	3.4	Oleico	0.01
Isovalérico	3.5	Linoleico	0.02
Láurico	0.3	Linolénico	0.003

- Vitaminas

Las vitaminas estables al calor y a los álcalis se hallan concentradas en las mieles finales; pero sólo el mioinositol satisface los requerimientos dietéticos mínimos. La Biotina, la niacina, el ácido pantoténico y la riboflavina pueden estar presentes en cantidades significativas, y varias otras vitaminas en menores cantidades.

IV.3 PAPEL DE LAS LEVADURAS EN EL PROCESO DE FERMENTACIÓN

Las levaduras son los microorganismos más utilizados en la producción de etanol por la vía fermentativa, debido a que producen un mejor proceso de separación después de la fermentación, además producen un contenido de toxinas muy inferior a otros microorganismos.

Ahora bien, el tipo de levadura a utilizar industrialmente debe reunir las siguientes condiciones:

- Ser capaz de fermentar el mosto eficientemente, ya que los monosacáridos no son todos igualmente fermentables y, por ejemplo, las hexosas; glucosa, fructosa y manosa, son fácilmente fermentables por numerosas levaduras, mientras que la galactosa sólo lo hacen algunas especies.
- Producir altas concentraciones de alcohol. Es importante desde el punto de vista económico pues es significativo la incidencia del contenido alcohólico que se obtenga en los medios con los costos de recuperación de éste por destilación.
- Tolerar altas concentraciones de alcohol.
- Poseer características estables y uniformes, pues si varían las mismas durante el proceso industrial (por cambios, variaciones o mutaciones), no se garantiza un eficiente proceso.
- Mantener su eficiencia a valores de pH alrededor de 4, ya que, en estas condiciones elimina la posibilidad de una contaminación bacteriana.
- Mantener su eficiencia a valores de temperatura alrededor de 35° C, ya que en el proceso fermentativo se genera calor, que eleva la temperatura a valores que

pueden pasar de 40 °C. Las temperaturas óptimas de producción de alcohol para la mayoría de las levaduras está alrededor de 30 °C. Contar con cepas que puedan ser eficientes a 35 °C es muy conveniente.

Así, entre los géneros de levaduras más utilizados para la fermentación alcohólica, están: *Saccharomyces cereviciae*, *S. ellipsoideus*, *S. anamensis*, *Candida pseudotropicalis*, *C. shehatae*, *S. carlsbergensis*, *Kluyveromyces marxianus*, *Candida bytyrii*, *Pichia stipitis*, Los factores de crecimiento de la levadura son el oxígeno, la temperatura y el pH.

IV.4 LA FERMENTACIÓN ALCOHÓLICA Y EL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ETANOL

Durante la etapa de crecimiento de las levaduras, las mismas son sometidas a una oxigenación fuerte, mediante la aireación del medio, lo que permite la utilización de la glucosa por oxidación completa (glucólisis).

Este proceso, rinde una gran cantidad de energía que en parte es fijada mediante el sistema ADP - ATP y posibilita el desarrollo de reacciones de síntesis celular, que consumen gran cantidad de energía. Una vez que el cultivo en el fermentador ha alcanzado el número de células necesario para la degradación óptima de la materia prima, se elimina la aireación y las condiciones anaeróbicas se establecen en el medio por el consumo de oxígeno remanente y el desprendimiento de CO₂.

En las condiciones anaerobias, el aporte de energía a las células es muy pequeño comparado con el de la respiración y con las necesidades energéticas de la síntesis, lo que implica que en estas condiciones no se produzca el crecimiento celular (Quintero 1981).

La fermentación anaeróbica constituye el tipo más sencillo y primitivo de mecanismo biológico que permite la obtención de energía de las moléculas nutritivas. Las

ecuaciones de la fermentación alcohólica no implican el oxígeno molecular, a pesar de lo cual tienen lugar reacciones de oxidación – reducción. Este aspecto se pone de manifiesto en que el etanol es una molécula relativamente reducida es decir, rica en hidrogeno y el CO_2 es una molécula relativamente oxidada, es esto, pobre en hidrógeno.

La fermentación alcohólica transcurre por la misma ruta enzimática de la glucólisis, pero necesita dos etapas adicionales. En la primera parte, el átomo de carbono α del piruvato es atacado por el pirofosfato de tiamina y experimenta una descarboxilación o sea, pérdida de CO_2 ; el coenzima queda en la forma de 2-hidroxietyl – derivado que puede considerarse una forma del acetaldehído activado o ligado al coenzima.

En la etapa final el acetaldehído se reduce a etanol y el potencial de reducción es proporcionado por el $\text{NADH} + \text{H}^+$, en una reacción catalizada por la alcohol deshidrogenada.

Las reacciones de la fermentación alcohólica resultan completas en su visión del fenómeno cuando en las mismas se tiene en cuenta la formación de ATP a partir de fosfatos. En realidad, este proceso no puede ocurrir sin la simultánea fosforilación oxidativa del ADP.

En general la industria azucarera aplica dos pasos de fermentación según la naturaleza del proceso, (Delgenes y Moletta 2002). Siempre se observa una tina de producción de levadura bajo condiciones aeróbicas y una tina de fermentación alcohólica bajo condiciones anaerobias.

En la tina de generación de levadura, la formación de alcohol es escasa y el crecimiento en la práctica se conduce hasta cerca del final de la fase logarítmica, en que se cuenta una población abundante. No se esteriliza el medio y la pureza del cultivo va a lograrse reduciendo el pH hasta valores de 4,2. En la tina sin

aireación los azúcares se transforman en alcohol y la concentración de alcohol en el desperdicio o mosto final será por lo tanto en el rango de 8.5 % en peso y todavía se encuentra un remanente de azúcar (Ponce Cid 2003).

En algunos casos, puede ocurrir que la levadura (generalmente *Saccharomyces cerevisiae*) está producida permanentemente en un reactor aireado y alimentado con un mosto (levadura, melaza, agua) poco concentrado en azúcar (70 g/l, 20-22 ° Brix). Posteriormente se agrega ácido sulfúrico para ajustar el pH entre 4.0 – 4.5, quedando la mezcla entre 16 y 18° Brix. Después de la fermentación en el tanque sin aireación y alimentado en mosto más cargado (200 g/l) la levadura está destruida durante la destilación y se encuentra en las vinazas (Delgenes y Moletta 2002).

En otros casos, la levadura está concentrada en una especie de pasta después de centrifugación antes de la destilación, y constituye la fuente de biomasa para ser reutilizada en fermentación después de lavado y tratamiento ácido.

Una variante de este es la fermentación discontinua multietapa, en la cual el mosto concentrado pasa por varios tanques de fermentación sin aire, en los cual el grado alcohólico aumenta paulatinamente, así las levaduras sufren menos el estrés generado por el alcohol.

En los dos casos, el balance de fermentación no está modificado, y sólo la productividad está incrementada por la recuperación de levadura. Además la carga de sólidos de las vinazas está ampliamente reducida por la recuperación de las levaduras (Delgenes y Moletta 2002).

El mosto fermentado es almacenado en un cargador de mosto del cual es alimentado continuamente a la unidad de destilación. Esta última consiste de una columna de rectificación (en la práctica dos columnas montadas lado a lado y el fondo de una conectado al domo de la otra) en la cual en la parte de en medio, es alimentado el precalentado. El alcohol es sacado alrededor de tres cuartos de la

salida superior de la columna, y el vapor emitido por el domo, alcohol y aldehídos, son condensados para recuperación.

El espíritu rectificado (78° C) produce un azeótropo conteniendo un 4.4 % del peso de agua. Si el alcohol absoluto es deseado, entonces el espíritu rectificado es destilado de nuevo a través de otra columna con benceno y el agua es removida así como el azeótropo ternario (benceno 71.4 %, alcohol 18.5 %, agua 7.4 % en peso), el cual hierve a 65° C; el benceno es retornado al alambique por decantación.

IV. 5 CARACTERÍSTICAS DE LAS AGUAS RESIDUALES GENERADAS EN LA PRODUCCIÓN DE ETANOL

Según Ponce Cid (2003); el proceso de producción de alcohol genera dos desechos importantes. El principal contaminante son las vinazas, que son los residuos alcohólicos con alto contenido de materia orgánica. También se considera en la producción del alcohol como desechos las aguas de enfriamiento de condensadores y tinajas de fermentación, los fondos de éstos con alto contenido en sólidos y las vinazas o residuos de las torres de destilación (Bautista *et al.* 1988).

Igualmente, se considera el dióxido de carbono que se produce durante la fermentación de los azúcares presentes en las melazas. Aunque no representa mucho problema como contaminante ya que cumple con una etapa del ciclo del carbono, además de que puede ser utilizado en las refinerías para la descarbonatación en la etapa de clarificación.

Como se ha mencionado antes, el volumen de las aguas residuales de la industria azucarera (que incluyen producción de alcohol en su procesos alternos), alcanza cifras anuales de 36 millones de metros cúbicos de residuos líquidos y pueden alcanzar cargas medias de 3 a 5 kg de DQO/m³ lo que representa el vertimiento de

108,000 toneladas de DQO al ambiente; esto equivale al nivel de contaminación que produciría una población de 6 millones de habitantes (ICIDCA 1990).

Un ejemplo promedio de aguas residuales generadas en la industria azucarera es de 196 a 224 m³/Tonelada de Azúcar, para las aguas de fabricación; 330 m³/Tonelada de Azúcar, para las refinerías; y de 10 a 20 litros de aguas residuales/Litros de alcohol (Noyola *et al.* 1989, Chen 1999, Bautista *et al.* 1988, Cervantes 2000). La manipulación de un volumen tan grande es muy problemática y costosa. Además el olor es muy fuerte y representa una gran fuente de contaminación olfativa.

Las vinazas son el residual líquido que se obtiene de la operación de destilación en el proceso de producción de alcohol, caracterizándose por una Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO₅) muy alta, por lo que constituye una fuente importante de contaminación de aguas superficiales, manto freático y del medio ambiente en general (ICIDCA 1990).

En la composición de las vinazas están presentes sustancias tales como azúcares reductores, aminoácidos, así como metabolitos secundarios que se producen durante la fermentación alcohólica como el glicerol, que puede representar de 5 a 6 % de la materia seca de las vinazas y ácidos orgánicos (ICIDCA 1990). La concentración en aminoácidos es prácticamente similar a la encontrada en las mieles finales. Los ácidos orgánicos no volátiles que se encuentran en mayores proporciones son el ácido succínico, láctico, glucónico, cítrico, málico y oxálico. Estos están presentes en las vinazas en forma de sales alcalinas (ICIDCA 1990).

La carga contaminante de las vinazas varía según el origen del mosto. Cuando se utiliza jugo de caña en lugar de la melaza como fuente de carbohidratos, la carga orgánica se reduce por más de 50 % y la concentración en sólidos por más de 70 %. Por supuesto la recuperación de levadura por centrifugación reduce aún más la concentración en sólidos (GEPLACEA 1988).

El volumen de las vinazas en la industria alcoholera varía de acuerdo al proceso de cada fábrica. Los volúmenes de vinazas producidas reportados por diversos autores se presentan en la Tabla 4.3.

Tabla 4.3 Volumen producido de vinazas.

Autor	Volumen de vinazas
Carbajal (2000)	12 L/ L de alcohol
Cervantes (2000)	20 L/ L de alcohol
Chen (1999)	10 L/ L de alcohol
Duran <i>et al.</i> (1981)	12-15 L/ L de alcohol
Ocampo (2004)	10 L/L de alcohol
Preeti <i>et al.</i> (2006)	12-13 L/ L de alcohol

En la composición de las vinazas se encuentran también las aguas de lavado de los tanques de fermentación identificados como fondaje. Estos provienen de los residuos de mosto que se quedan en el fondo de las tinas de fermentación, de ahí viene su nombre. Se arrastran con el agua de lavado, poniendo en suspensión diversas proporciones de sulfato de calcio, levaduras muertas y otros materiales orgánicos sumamente contaminantes. Los fondajes se descargan mezclados con las vinazas.

La temperatura de los efluentes es elevada, con valores cercanos a los 95° C, dado que la mayor parte de aguas residuales proviene de las torres de destilación. Eso explica el porqué de estas temperaturas tan elevadas. Para reducir estas temperaturas se requiere la presencia de sistema de enfriamiento sobre el circuito de gestión de las aguas residuales.

El pH presenta un promedio de 4.5. Este valor ácido, proveniente del uso de ácido sulfúrico a fin de controlar el crecimiento bacteriano durante la fermentación, no es favorable a primera vista a un tratamiento biológico directo. Sin embargo, estas condiciones ácidas deberían favorecer la hidrólisis de los sólidos presentes.

La cantidad de materia orgánica es muy elevada y varios estudios reportan valores del orden de 100,000 mg/L de DQO total y 90,000 mg/L de DQO soluble, lo que revela que más de 90 % de la materia orgánica es disuelta y accesible para un tratamiento biológico. Todos los efluentes presentan una relación DQO/DBO₅ cercana de 2.18, característica de un efluente relativamente biodegradable.

En función del estudio considerado y del proceso aplicado, las concentraciones en sólidos presentan valores variables de 10 a 30 % de la materia orgánica total. Estos sólidos presentan una relación de 0.84 g DQO/ g SST, y contienen 76.8 % de materia orgánica. Efectivamente la mayor parte de los sólidos en suspensión provienen de la levadura utilizada en el proceso.

Las concentraciones en nitrógeno y fósforo presentan valores de 550 y 2,000 mgNTK/L, 31.0 mg NH₄/L y 200 a 1,200 mg P_{total}/L. La relación DBO₅/NTK/P es de 100/1.13/0.73 lo que indica una deficiencia del agua residual en nitrógeno para su excelente tratamiento biológico comparándolo a la relación teórica de 100/5/1.

La concentración en sulfato es relativamente elevada con valores de hasta 3,000 mg SO₄/L. Esta concentración en sulfato puede representar unas interferencias durante el tratamiento anaerobio de las aguas residuales generando una competencia entre las bacterias metanogénicas y las bacterias sulfatos reductoras, lo que podría generar entre otros sulfhídrico (H₂S) caracterizado por sus olores fuertemente desagradable.

El Lavado de los tanques de fermentación genera un volumen de aguas residuales del orden de 1.5 % del volumen de la tina. El Interés del lavado es entre otro, el de

eliminar los sólidos que se quedaron en el fondo de la tina. El 50 % de la materia orgánica proviene de las levaduras.

Después, la parte soluble de la materia orgánica presenta valores de 100,000 mg/L de DQO soluble, valores similares a las del agua residual general, sin embargo la relación DQO/DBO₅ es de 1.01 lo que significa una biodegradabilidad elevada de esta agua de lavado. La relación DQO/N/P presenta valor de 100/1.51/0.43, lo que revela una deficiencia en nitrógeno y fósforo para su tratamiento biológico.

La calidad y cantidad de las aguas residuales generadas en una destilería, depende del tipo de proceso que se sigue para la producción de alcohol, así como del volumen de los tanques empleados.

Durante un estudio sobre el tratamiento de las aguas residuales de los ingenios azucareros/alcoholeros, Duran *et al.* (1991) realizaron una caracterización fisicoquímica de los lotes de vinazas obtenidos a partir de azúcar mascabado y melazas de caña de azúcar. Los resultados se muestran en la Tabla 4.4.

Se han llevado a cabo estudios exhaustivos que permiten una caracterización extensa de vinazas (Chrobak y Ryder 2005, Preeti 2006). Vlyssides *et al.* (2005) caracterizaron a lo largo de 5 años las vinazas provenientes de diversas industrias alcoholeras. La Tabla 4.5, muestra los promedios de los valores obtenidos en la caracterización de vinazas en dichos estudios.

Tabla 4.4. Características fisicoquímicas de vinazas obtenidas a partir de azúcar mascabado y melazas. (Duran *et al.*, (1991).

Parámetro	Azúcar de rechazo	Melazas
Temperatura, °K	343	343
pH	3.7	4.3
Demanda Química de Oxígeno, mg/l	35,000	70,000
Ácidos orgánicos volátiles, mg/l	8963	10.824
Sólidos totales, mg/l	24,695	66,043
Sólidos totales volátiles, mg/l	17,000	45,000
Sólidos totales fijos, mg/l	7,700	21,500

Tabla 4.5. Características de vinazas de alcohol (Vlyssides *et al.* 2005).

Parámetro	Valor	Parámetro	Valor
pH	3.8	Cloruros, mg/l	1,800
Sólidos totales, mg/l	171,500	Carbohidratos totales, mg/l	1,500
Sólidos totales volátiles, mg/l	152,700	Lípidos totales, mg/l	12,250
Sólidos suspendidos, mg/l	145,300	Proteínas totales mg/l	32,200
DBO ₅ a 20° C, mg/l	67,500	Potasio, mg/l	215
DQO, mg/l	122,000	Sodio, mg/l	80
Carbono Total, mg/l	84,370	Calcio, mg/l	240
Nitrógeno total, mg/l	17,400	Magnesio, mg/l	50
Fósforo total, mg/l	7,400	Hierro total, mg/l	25
Nitrógeno amoniacal, mg/l	480	Cobre, mg/l	1.2
Nitrógeno orgánico, mg/l	16,900	Plomo, mg/l	0.02
Sulfatos, mg/l	1,250	Zinc, mg/l	21

Jiménez *et al.* (2003), en un estudio encaminado a realizar un análisis de la cinética de digestión anaerobia de vinazas y vinazas previamente tratadas con *Penicillium decumbens*, indican que en Estados Unidos y Europa un gran número de pequeñas y medianas industrias produciendo etanol por fermentación-destilación, están en operación. Indican que estas industrias producen grandes cantidades de desechos líquidos de alta carga llamados generalmente vinazas. Ellos consideran que la producción de vinazas en una destilería tradicional, está en el rango de 9 a 14 L de agua por litro de etanol obtenido. Estos desechos son extremadamente ácidos (pH 4-5) y tienen un alto contenido orgánico (DQO en un rango de 50 a 100 g/L). Su disposición al ambiente sin previo tratamiento, presenta serios cambios al ecosistema natural y puede causar considerables problemas ambientales.

En relación a la composición de la vinaza, Jiménez *et al.*, indican también que ésta contiene fenoles, que puede inhibir su tratamiento por digestión anaerobia. Los fenoles presentes en la vinaza pueden hacer más lenta la cinética y reducir la velocidad de producción de metano y su coeficiente de rendimiento. Por otro lado, los autores indican también que, en adición, la alta salinidad de estos desechos (conductividades promedio de 40 mS/cm) puede causar problemas de presión osmótica para los microorganismos responsables del proceso anaerobio.

IV.6 EFECTOS DE VERTIDO DE VINAZAS SOBRE EL MEDIO AMBIENTE Y ALTERNATIVAS DE DISMINUCIÓN DE SUS CARGAS CONTAMINANTES

Las aguas residuales producidas por una destilería son muy contaminantes y esto significa un alto peligro para el medio ambiente (Preeti 2006). El peligro del vertimiento indiscriminado no está solamente en su efecto económico directo por el costo que representan las aguas de suministro (Zamudio 1993), sino en su efecto indirecto, ya que cuando se contaminan las aguas superficiales y subterráneas, surge una amenaza de alcance impredecible para la salud de la población

(empleados y obreros de la propia industria, generalmente), así como trastornos de la producción en la agricultura y la propia economía del agua.

El efecto económico de la descarga del mosto residual en ecosistemas acuáticos ha sido relativamente poco estudiado, pero se ha reconocido que el efecto del mosto sobre la vida de los peces es dramático, pues se sabe que la concentración del residual tiene efectos letales sobre los peces.

Se ha determinado, sin embargo, que no hay respuestas sencillas para una solución técnica y económicamente adecuada en el problema de las vinazas. Investigadores puertorriqueños, brasileños, venezolanos, mexicanos, cubanos, se han dado a la tarea, desde hace más de 20 años de estudiar las soluciones más viables, técnica y económicamente, y es posible afirmar que una solución global se torna muy difícil. En caso de que no se considere el procesamiento de las vinazas para su recuperación y venta de productos derivados, el tratamiento para el control de la contaminación de las vinazas repercutirá en el precio del alcohol por su elevado costo (Campos 1995).

Minimizar los volúmenes y la agresividad de estos residuales podría ser el primer paso. A continuación se muestran algunas de las consideraciones a tener en cuenta:

1. Realizar las inversiones necesarias para lograr la recuperación de la levadura. Esta inversión se justifica económicamente por el alto valor de la proteína unicelular para la alimentación animal y otros usos.
2. Lograr mayores rendimientos en la fermentación alcoholera evitando altas concentraciones de materia prima en los residuos líquidos. Esto puede cambiarse mediante la introducción de la fermentación semicontinua o mediante un control más eficiente del propio proceso discontinuo. Se debe tener en cuenta que la calidad del residual es el más fiel reflejo de la eficiencia del proceso.

Así mismo, un proceso de fermentación continua con recirculación de la levadura, presenta las siguientes ventajas:

- Eliminación de la limpieza de cada fermentador a la finalización de cada ciclo, lo cual permite facilidad de operación, eliminación del desecho de agua de lavado, y por tanto un menor tamaño de la planta de tratamiento de efluentes.
- Facilita el control del proceso, y en consecuencia, mejor calidad y características más uniformes del mosto fermentado.
- Flexibilidad de operación en lo que concierne a cambios en concentración de levadura, grado alcohólico del vino, tiempo de fermentación, etc.

3. Programar adecuadamente los períodos de limpieza.

4. Utilizar los fondajes de tanques directamente para alimentación animal.

5. Separar en canalizaciones diferentes aquellas aguas de proceso que no están contaminadas (aguas de enfriamientos pluviales, condensados).

6. Utilizar el menor volumen de agua posible en la limpieza de equipos y locales.

7. Enfriamiento del mosto y recuperación de energía.

Así el sistema de tratamiento será menos costoso y el efluente final tendrá mayor calidad. Esto representa economía para la fábrica.

Por otro lado se considera que la recirculación de las vinazas al proceso es una alternativa que está aplicada en Brasil, Europa y Australia. El punto limitante es el nivel de recirculación de sólidos sedimentables en la fermentación, por el aporte de azúcares infermentables a la etapa de fermentación alcohólica y por el cambio tecnológico que implica en la producción de alcohol con los consiguientes cambios que introduce en los parámetros de operación, así como en los requerimientos de inversión para llevar a cabo este nuevo proyecto.

Con su aplicación, se puede llegar hasta un 70% de recirculación, de esta forma:

- Se reduce el consumo de agua en la fábrica.
- Disminuye el consumo de vapor en el proceso de destilación en un 15 %, al aprovechar la energía calorífica de las vinazas.

- La carga contaminante (L de vinazas/ L de etanol) puede llegar a valores menores que la unidad.
- Minimizan los riesgos de infección, pues por las temperaturas que alcanzan los mostos se considera un sustrato pasteurizado.
- Permite la recirculación de las levaduras al proceso de fermentación.
- Su uso combinado con otros sustratos (jugos de caña en períodos de no zafra, jugos de los filtros), sustituye miel final, destinándola para el consumo animal o exportación, dependiendo de su estado en el mercado mundial.
- Se anularían los costos de transportación de miel de otros proveedores, pues se ha estimado que esta combinación, en ocasiones, satisface la demanda de melaza de la destilería.

Durante mucho tiempo las vinazas fueron un problema de solución difícil. A continuación se analizan diversas estrategias más o menos exitosas para el tratamiento de las vinazas.

Las vinazas de destilería pueden ser utilizadas como una de las alternativas para las mezclas de sustratos en la fermentación alcohólica y es desechado de las destilerías, (Laval 1982, Otero *et al.* 1990). La recirculación de la vinaza provoca una serie de beneficios al proceso de fermentación, entre los cuales se puede citar:

- Fermentaciones más rápidas debido al retorno de los nutrientes, principalmente compuestos nitrogenados y sales minerales.
- Mayor acidez en los fermentadores, por tanto, fermentación más sana.
- Recirculación de azúcares eventualmente no fermentables y de levaduras muertas que van a servir como nutrientes, pues por el calentamiento de la columna son de fácil asimilación por otra célula (termólisis).

La recirculación de las vinazas es una tecnología conocida desde hace mucho tiempo. Cada día se hace más atractiva debido a los problemas de contaminación

causados por la creciente producción en años recientes de alcohol para alimentar motores.

Las vinazas pueden sustituir al agua como diluyente, en el proceso de fabricación de alcohol y la relación 25:75 entre las vinazas y el agua presenta buenos resultados, pero una relación más elevada afecta significativamente la velocidad de fermentación (Chen 1999).

En lugar de recircularla para la fermentación del alcohol, las vinazas se pueden utilizar como material iniciador para producir levadura añadiendo sulfato de amonio (4.5 g/l), ortofosfato de amonio (1.0 g/l) y sulfato de magnesio (0.5 g/l) a las vinazas (9 Brix) como nutrientes inorgánicos. A 30 ° C y pH de 5.0, se obtiene levadura seca a 13.35 g/l (Chen 1999, Santos 2003, Kopsahelis 2007).

Por otro lado, la experiencia nos enseña que las vinazas de melaza son difícilmente fermentables (60 a 80 %), sobre todo cuando están concentradas. Se trata a las vinazas de una manera continua en un tanque con el correspondiente substrato nutritivo en plena fermentación. De este modo se consigue que la levadura actúe siempre muy brevemente en el medio poco apto, de forma que no hay tiempo de que se manifieste el efecto inhibitorio sobre la fermentación.

Los dos componentes, es decir, las vinazas y el producto que se encuentra en plena fermentación, se ajustan convenientemente según su cantidad y concentración, para conseguir la adecuada proporción en la mezcla que se levaduriza.

Cuando las vinazas que resultan en las destilerías de melazas no encuentran aplicación como abono, se les utiliza para obtener sales potásicas relativamente valiosas. Concentrándolas primero hasta aproximadamente un tercio del volumen inicial y mandándolas después a los llamados hornos Porion o Gamer que consisten en una cámara de evaporación y una de combustión, en la que se quema el residuo.

La composición del residuo que se forma depende, en gran parte, de la naturaleza de la melaza utilizada y del proceso que se le da.

También el ácido glutámico se puede obtener a partir de las vinazas. Según la procedencia y el grado de concentración de las vinazas, contienen hasta el 0.5 % de ácido glutámico y el 10 % de ácido pirrolidoncarbónico. El ácido pirrolidoncarbónico es el anhidro interno del ácido glutámico y tiene que desdoblarse para aislar este último.

Cuando se concentran la vinazas de un 10% de sólidos a un 60%, éstas se pueden utilizar directamente como combustible, y se puede ahorrar aproximadamente un 50% en el consumo de combustible de la destilería (Chen 1999).

Considerando una estrategia de reutilización, se ha desarrollado un método para fermentar las vinazas conteniendo hidratos de carbono obtenidos en la desacarificación de melazas. Para este fin no es necesario que se acidifique todo el producto antes de la fermentación si se trata previamente la solución de sustancias nutritivas con bacterias formadoras de ácidos y se provoca la fermentación con levadura.

Cuando la fermentación alcanza su punto ácido, se van introduciendo lentamente las vinazas conteniendo hidratos de carbono. Como las vinazas se acidifican a beneficio del ácido láctico presente, la fermentación no se interrumpe. Así, pueden irse adicionando paulatinamente cantidades considerables de vinazas, sin que se detenga la fermentación. De este modo, con una cantidad relativamente pequeña de solución de melaza con ácido láctico fermentan grandes cantidades de vinaza alcalina.

Una de las técnicas más utilizada por su simplicidad y su costo aparentemente reducido es su uso como fertilizante. Las vinazas contienen gran cantidad de materia orgánica y algo de elementos mayores y menores, por lo que se les

considera como un buen mejorador de los suelos en las zonas semiáridas, alcalinas y con grandes contenidos de carbonatos y bicarbonatos de calcio y magnesio (Cervantes 2000).

El riego de los cañaverales con aguas residuales que contienen vinazas origina un incremento en la productividad debido al gran contenido de materia orgánica, alrededor de 11.8 kg/m³. Según Cervantes (2000), el excedente de la materia orgánica es destruido anualmente en la cosecha cuando se queman los campos para el corte.

El beneficio que se obtiene en la producción se manifiesta tanto en los suelos arcillosos como en los migajones arcillo-limosos, por el incremento de la materia orgánica, la conservación de la humedad y los pocos nutrientes agregados al suelo, mismos que aumentan la fertilización aplicada a los cañaverales en el paquete tecnológico a base de 500 kg/ha de la fórmula comercial (Cervantes 2000).

Sin embargo, para la utilización de las vinazas para el riego de la caña se recomienda que:

1. Se aplique en suelos alcalinos.
2. La dilución sea mayor de 1:10.
3. Se evite el encharcamiento entre los surcos.
4. Evitar manejar láminas en riegos por inundación.

A diferencia de Cervantes, el ICIDCA (Instituto Cubano Investigación de los desechos de la Caña de Azúcar) considera que para utilizar las aguas residuales de la industria azucarera en el riego se deben respetar los puntos siguientes:

1. Realizar sobre la base de las necesidades en el cultivo, y no como vía de eliminarlas.

2. Disolver las corrientes integrales que se disponga al riego con alto contenido de sodio y sales, es decir, la sosa agotada y los efluentes de la planta de tratamiento de agua cruda.
3. Segregar las cargas ácidas resultantes de la limpieza para ser utilizadas convenientemente (tratamiento de materiales celulósicos, etcétera).
4. Enfriar y homogenizar antes de ser aplicadas al suelo.
5. Rotar las áreas a regar por períodos de un año en suelos ligeros y de dos años en suelos pesados.
6. Establecer controles periódicos del nivel de sales en los suelos sometidos a riego con estas aguas.
7. Instalar trampas de grasa en los lugares donde sea necesario y limpiarlas periódicamente para lograr un funcionamiento eficiente.
8. Establecer una política de riego rotacional a causa de la alta relación C/N que estas aguas poseen, con el fin de no aplicarlo de manera intensa en los primeros estadios de desarrollo del cultivo (ICIDCA 1990).

Todas estas recomendaciones, variables según los autores, indican que el riego no representa una técnica viable a largo plazo de tratamiento de aguas residuales. Por un lado hay un riesgo de contaminación y “quema” de los suelos irrigados, y por otro lado existe otros medios económicamente más interesante de valorización de la materia orgánica, como su transformación en energía a través de la producción de biogás por digestión anaerobia.

IV.7 BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA DE AGUAS RESIDUALES

La biodegradabilidad de una sustancia puede ser definida como su capacidad para ser descompuesta en moléculas más simples por acción microbiana (Ottenbrite y Albertsson 1992). En el contexto de las aguas residuales, la biodegradabilidad constituye un indicador de la facilidad con la que serán depuradas en un sistema de tratamiento biológico sin afectar el funcionamiento del mismo. Por esta razón, la evaluación de la biodegradabilidad de un efluente representa el primer y más

importante paso antes del diseño y aplicación de un proceso de tratamiento biológico. Esta evaluación es de particular importancia en el caso de los efluentes industriales, debido a la probable presencia de sustancias orgánicas recalcitrantes y/o tóxicas (Iza 1991).

IV.7.1 Pruebas de biodegradabilidad anaerobia

Antes de aplicar un tratamiento a un agua residual es muy importante realizarle una prueba de biodegradabilidad. La determinación de la biodegradabilidad anaerobia de un agua residual permite estimar la fracción de la DQO que puede ser transformada potencialmente en metano y la DQO recalcitrante que queda en el efluente.

La determinación de la biodegradabilidad anaerobia de un agua residual permite estimar la fracción de la DQO que puede ser transformada potencialmente en metano y la DQO recalcitrante que permanece en el efluente.

En general, las pruebas de biodegradabilidad anaerobia se basan en medir, con respecto al tiempo, la producción de metano generado dentro de botellas que contienen medio mineral, lodo metanogénico activo y la muestra a analizar; esto permite determinar si los microorganismos son capaces de llevar a cabo la degradación de la materia orgánica (Moreno *et al.* 2002).

Existen diferentes variables experimentales importantes a considerar en las pruebas de biodegradabilidad anaerobia. Derivado de una revisión bibliográfica de investigaciones encaminadas a determinar las condiciones bajo las cuales se han llevado a cabo diversas pruebas de biodegradabilidad anaerobia, se presentan a continuación, algunas consideraciones de las variables que pueden intervenir en el estudio de la biodegradabilidad anaerobia de las vinazas.

IV.7.1.1 Actividad Metanogénica Específica de Lodos (AME)

Estos ensayos de determinación de la Actividad Metanogénica Específica de las bacterias permiten determinar la actividad metanogénica específica del lodo anaerobio, o sea la cantidad de DQO metano producida por unidad de biomasa y de tiempo.

La carga orgánica volumétrica máxima que debe aplicarse a un reactor anaeróbico puede ser estimada cuando se conoce la cantidad total del lodo en el reactor y su actividad metanogénica. Las importantes diferencias observadas en la actividad metanogénica de lodo anaerobio de distintas procedencias hace imprescindible la determinación de la actividad del lodo que se va a utilizar para inocular al reactor. Un control periódico de la actividad del lodo permite detectar tempranamente el deterioro del lodo debido a toxicidad, deficiencia de nutrientes, acumulación de sólidos suspendidos, etc.

La actividad metanogénica depende de las condiciones experimentales aplicadas, las cuales deben ser óptimas y constantes y del sustrato. Entre otras, Letinga (1991), considera que la temperatura del ensayo debe ser igual a la mantenida en la planta de tratamiento de la cual proviene el lodo. Martínez (2002) reporta diversos valores de AME obtenidas a partir de diversos sustratos, las cuales presentan valores de 0.25 hasta 0.5 mgDQO/g SSV.d.

Ambas pruebas se desarrollan en condiciones experimentales similares. El buen desarrollo y reproductibilidad de las pruebas de biodegradabilidad o de caracterización de la AME depende de varios factores cuantitativo y cualitativo descritos a continuación.

IV.7.1.2 Caracterización del sustrato: La vinaza

Las aguas residuales de las destilerías de alcohol, incluyendo vinazas, tienen diferentes composiciones y rutas metabólicas para su mineralización, (Parnaudeau *et al.* 2008).

Los estudios realizados sobre las vinazas de caña de azúcar han demostrado que es un residuo que presenta en su composición química altos contenidos de materia orgánica, potasio y calcio, así como cantidades moderadas de nitrógeno y fósforo. La composición química de las vinazas depende de la materia prima que se utilice, de las condiciones climáticas, del suelo y del proceso de elaboración de alcohol (Leal *et al.* 2003).

Diversos estudios enfocados a tratar aguas residuales de destilerías consideran que altas concentraciones de potasio inhiben a los lodos metanogénicos. Durante el tratamiento anaerobio el sulfato es convertido a sulfhídrico, compuesto tóxico a concentraciones de H_2S libre alrededor de 50-250 mg/l. El nitrógeno en forma de amonio a altas concentraciones puede reducir la actividad metanogénica. Altas concentraciones de sales (especialmente K^+), H_2S , AGV's y la presencia de compuestos caramelizados inhibieron la actividad metanogénica en un UASB que trató vinazas de caña de azúcar concentradas. El tratamiento anaerobio es un método atractivo para depurar aguas residuales de destilerías, sin embargo pueden ocurrir ciertos problemas, debido a la composición típica de estas aguas residuales (Driessen *et al.* 1994).

De acuerdo a lo anterior, se considera de suma importancia incluir una caracterización muy completa del sustrato a ser biodegradado, que incluya entre otros, los siguientes parámetros: DQO, DBO, ST, STV, SST, SSV, AGV's, pH, N total, N-NH_4^+ , N-NO_3^- , P-PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , K, Ca^{2+} .

IV.7.1.3 Caracterización de los lodos, origen y adaptación

En una investigación encaminada a determinar la influencia del origen del inóculo sobre las pruebas de biodegradabilidad, (Moreno *et al.* 2002;); concluye que una de las variables más importantes que influyen en los resultados es el origen del inóculo, ya que estos pueden tener diferencia en sus poblaciones y en la adaptación al sustrato. Indica que el número de células que son usadas en las pruebas determinará las velocidades de biodegradabilidad, el tiempo de la fase de latencia, y la posibilidad de que la degradación de los sustratos ocurra durante el desarrollo de la prueba. Moreno *et al.* (2004), considera que la cuantificación microbiana es una importante herramienta que ayuda a establecer la mejor selección del inóculo.

Así mismo, Buitrón *et al.* 1999; en relación a la adaptación de los lodos, considera que diferentes fuentes de inóculo podrían dar diferentes resultados en las pruebas de biodegradabilidad como consecuencia directa de los diferentes niveles de adaptación de los microorganismos y la composición del consorcio. Por otro lado, indica que la aclimatación de los lodos a un sustrato específico puede estabilizar la comunidad microbiana, manteniendo la actividad microbiana y composición constante, independientemente de la fuente de inóculo.

IV.7.1.4 Concentración de sustrato y de lodo

La concentración de sustrato en el medio afecta de forma crítica a la actividad de las bacterias metanogénicas. Si la concentración de AGV's es demasiado alta se produce toxicidad por los mismos AGV o por el Na⁺ introducido para su neutralización. Por otro lado, una alta concentración en sustrato podría generar un crecimiento de la biomasa, lo que impediría cerrar el balance de masa de la transformación de la materia orgánica.

Para posibilitar la medición precisa del volumen de metano, cuando la actividad es menor que 0.1g DQO CH₄/gSSV.d, el volumen del ensayo debe ser superior a 2 litros. En este mismo caso, el crecimiento de nuevas bacterias interfiere en la determinación de la actividad real por ser éste relativamente importante con respecto a la concentración de bacterias originalmente presentes en el lodo. Para obviar este problema deben emplearse concentraciones de lodo relativamente altas y bajas concentraciones de sustrato.

Según los trabajos de Buitron *et al.* (1999), una relación sustrato/microorganismo (So/Xo) igual a 0.25, permite el buen desarrollo de una prueba de AME. Por ejemplo, una concentración inicial de sustrato igual a 2 g DQO/L. d (1 g DQO/L de ácido acético, 0.5 g DQO/L de ácido propiónico, y 0.5 g DQO/L de ácido butírico) y una concentración inicial en biomasa de 8 g SSV/L.

IV.7.1.5 Composición del sustrato y adaptación de los lodos

La actividad metanogénica depende de la composición de la disolución de ácidos grasos volátiles (AGV) utilizada como sustrato. La actividad de un lodo es mayor aplicando un sustrato que contiene principalmente dos carbonos (C₂) que en un sustrato más rico en tres o cuatro (C₃ y C₄).

La actividad metanogénica depende del grado de adaptación del lodo al sustrato. Generalmente, durante la primera alimentación, el lodo se adapta a la degradación de AGV. La actividad será normalmente mayor en un segundo lote. Una vez adaptado el lodo, se observará un pequeño incremento de la AME en alimentaciones consecutivas debido al crecimiento de nuevas bacterias.

IV.7.1.6 pH

La disolución de AGV debe neutralizarse con NaOH a pH 7 para evitar que la metanogénesis se vea inhibida debido al bajo pH y a la presencia de altas concentraciones de AGV no disociadas.

IV.7.1.7 Solución de nutrientes

Buitrón (1997); investigó el efecto de la composición del medio sobre la biodegradabilidad. Empleó tres medios diferentes, con vitaminas, bajo en vitaminas y sin vitaminas. Concluyó que se presentaba una mayor producción de metano en un medio con vitaminas.

Pandiyan *et al.* 1999; realizaron un estudio adicionando $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a efluentes de vinazas, observando que esto reduce la concentración de ácido propiónico, debido a los enlaces formados entre los AGV's y el Fe. Los resultados indicaron que existe una mayor producción de biogás cuando se adiciona $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Pagga 1993; considera que si la concentración del inóculo es baja (1g/L de sólidos totales), es importante la adición de elementos traza y que a altas concentraciones de lodo anaerobio (3g/L de sólidos totales) suficientes elementos traza pueden estar disponibles. Por otro lado, este autor considera también que la adición de sulfito de sodio ayuda a reducir el potencial redox, especialmente en bajas concentraciones de lodo y que es importante utilizar un indicador para asegurar condiciones anóxicas.

De acuerdo a la revisión bibliográfica realizada, la determinación de la AME se debe hacer tomando en cuenta las siguientes consideraciones: Lavado de lodos, cantidad de SSV en los lodos, volumen del reactor, volumen útil del reactor, composición del

agua de nutrientes, neutralización de la solución de AGV's, burbujeo de nitrógeno, así como el sistema de recuperación de metano.

IV.7.1.8 Duración del ensayo de biodegradabilidad

La biodegradabilidad anaeróbica de un agua residual depende de la duración del ensayo, por lo que este deberá ser siempre mencionado junto con el dato de la DQO biodegradable. Generalmente la biodegradabilidad determinada en el séptimo día de ensayo es indicativa de la encontrada en el tratamiento anaerobio del agua residual. La biodegradabilidad de un agua residual puede aumentar debido a la adaptación del lodo a la degradación de compuestos difíciles. Este tipo de adaptación sólo puede ser estudiada en ensayos de larga duración o alimentando repetidamente el mismo lodo con agua residual a concentraciones subtóxicas.

IV.7.1.9 Biodegradabilidad del lodo

La degradación parcial del lodo resulta en la formación de CH₄ y AGV's. Por este motivo, el ensayo se debe incluir un blanco sin sustrato para definir y restar la respiración endógena. (Buitrón 1997, Barba *et al.* 1999, Buitrón *et al.* 1999, Kawahara *et al.* 1999, Rodríguez *et al.* 2000, Moreno *et al.* 2004, Ospina *et al.* 2007).

IV.7.1.10 Concentración del lodo en la prueba de biodegradabilidad

Letinga, 1991, considera que en el ensayo de biodegradabilidad se debe adicionar lodo en exceso para evitar que la degradación del agua residual sea limitada por efecto de biomasa. Recomendaba utilizar una concentración de lodo de 5 g SSV/L, pero si la actividad metanogénica del lodo es mayor de 0.2 g DQO-CH₄/g SSV.d, es posible utilizar concentraciones menores, siendo 1.5 g SSV/L la mínima aplicable.

Por otro lado, Buitrón (1997), Buitron *et al.* (1999); realizan estudios acerca de la influencia de la relación sustrato/microorganismos (S_o/X_o) durante el desarrollo de una prueba de actividad anaerobia y sobre las pruebas de biodegradabilidad. Concluye que la concentración inicial de sustrato y la concentración inicial de biomasa tienen un efecto significativo sobre la velocidad de reacción, el coeficiente de rendimiento de biomasa, la producción neta de metano y el porcentaje de biodegradabilidad.

En sus experimentos, la máxima velocidad de reacción fue obtenida para mayores relaciones S_o/X_o . Cuando la concentración del sustrato fue incrementada y la concentración de la biomasa disminuida, el tiempo de reacción disminuyó, indicando una mayor afinidad.

La concentración inicial de sustrato y biomasa tiene un efecto significativo para la velocidad de reacción. Bajas concentraciones de biomasa dan mayores velocidades que altas concentraciones. Por el contrario, los sustratos tienen un efecto positivo, una máxima velocidad de reacción fue obtenida con una máxima concentración de sustrato. Combinando los efectos de la concentración de sustrato y biomasa, se tiene una relación entre la producción específica de metano y la relación S_o/X_o .

IV.7.1.11 Alcalinidad

La formación de AGV durante la digestión puede causar la acumulación de ácidos no neutralizados en el medio de ensayo. Para evitar un descenso de pH, debe añadirse aproximadamente 1g $\text{NaHCO}_3/\text{gDQO}$ biodegradable. Cuando no sea posible determinar la biodegradabilidad del agua residual se le añade 1 g de $\text{NaHCO}_3/\text{gDQO}$.

IV.7.1.12 Empleo de medio de cultivo

Buitron 1997; considera que el uso de un medio de cultivo en las pruebas de biodegradabilidad cubre las necesidades fisiológicas de los microorganismos y evita limitaciones, de manera que la biodegradación del sustrato no se afecta. En un estudio empleando medio de cultivo con vitaminas, con pocas vitaminas y sin vitaminas, encuentra que esto es especialmente importante en la evaluación de efluentes industriales. Considera que para una buena estimulación de la actividad bacteriana los nutrientes necesarios más importantes son, en orden decreciente: nitrógeno, fósforo, Hierro, cobalto, níquel, molibdeno, selenio, riboflavina y vitaminas B₁₂. Cuando la producción de metano se lleva a cabo en ausencia de algunas vitaminas, la velocidad de aparición de éste se ve reducida así como la degradación del sustrato, sobre todo cuando es tóxico.

IV.7.1.13 Determinación de biodegradabilidad en las diferentes fracciones del agua

Barba *et al.* 2000; realizaron estudios de biodegradabilidad, en las diferentes fracciones del agua residual, Fracción total, Fracción soluble y Fracción insoluble. Obteniendo diferentes porcentajes en cada una de las fracciones. Lo anterior les permitió determinar que fracción presentaba una fácil hidrólisis y digestión y cuales efectos inhibitorios.

IV.8 FUNDAMENTOS DE LA DIGESTIÓN ANAEROBIA

IV.8.1 Digestión anaerobia, definición y etapas

La digestión anaerobia es una ruta metabólica de degradación de la materia orgánica (van Lier 2008). En este proceso de transformación participa un consorcio

de microorganismos anaerobios, quienes llevan a cabo un conjunto de reacciones asociadas a su metabolismo generando productos que, son a su vez, los intermediarios necesarios para transformar la materia orgánica compleja en substratos simples fermentables por las bacterias metanogénicas (Alvarado *et al.* 2006).

El principal producto es el biogás, el cual está compuesto de una mezcla de metano y dióxido de carbono como principales componentes, así como de hidrógeno (H_2), y sulfuro de hidrógeno (H_2S) como componentes menores (Moleta 2005). Esta reacción biológica ocurre ampliamente en la naturaleza y en el medio ambiente. Sucede en ambientes anaerobios tales como rumen, vertederos controlados, suelo, lagos, ríos, etc.

La digestión anaerobia como proceso biológico de tratamiento de aguas residuales industriales es comúnmente usada en todo el mundo. Es empleada como una herramienta de descontaminación, pero también para producir energía. Un esquema del proceso de la digestión anaerobia se muestra en la Figura 4.1.

IV.8.2 Etapas de la digestión anaerobia

El proceso de digestión anaerobia consta principalmente de tres etapas, fermentativa (que incluye hidrólisis y acidogénesis), acetogénica y metanogénica (algunos autores, tales como van Lier, *et al.* 2008, indican que el proceso ocurre en cuatro etapas sucesivas. Hidrólisis, acidogénesis, acetogénesis y metanogénesis).

- Etapa fermentativa

El primer paso es la fermentación de la materia orgánica, es decir la degradación de polímeros orgánicos complejos constituyentes de la materia orgánica (polisacáridos, grasa, proteínas) originando moléculas más simples, tales como

ácidos grasos volátiles de cadena corta, alcohol, ácido acético, hidrógeno y dióxido de carbono. En esta etapa, la materia orgánica puede encontrarse en estado sólido. En este caso es atacada por enzimas extracelulares producidas por las bacterias hidrolíticas, disolviéndola en el líquido circundante con el objeto de hacerla asimilable a ellas mismas. Durante esta etapa fermentativa ocurren los procesos de hidrólisis-solubilización y acidogénesis.

Fig. 4.1 Ruta metabólica de la digestión anaerobia (Moleta 2005)

Las bacterias que producen la hidrólisis pueden ser anaerobias estrictas o facultativas. Son muy numerosas, se desarrollan fácilmente en el medio cuando las condiciones son favorables, y pueden pertenecer a la flora de la sustancia orgánica a digerir. Realizan un amplio espectro de actividades enzimáticas sobre los polímeros orgánicos, desdoblándolos en los correspondientes monómeros o fragmentos más sencillos. Estos experimentan enseguida procesos de fermentación ácida que originan productos tales como acetatos, propionatos, butiratos y en menos proporción, anhídrido carbónico e hidrógeno. La fermentación ácida se caracteriza por una disminución del pH, desde valores cercanos a pH neutro, hasta valores próximos a 5.0. Es importante hacer notar que, a través de la fermentación

ácida no existe reducción apreciable de DBO o DQO, ya que es simplemente una conversión de un tipo de compuestos orgánicos a otro. La materia orgánica pasa de una fase sólida a una fase disuelta.

La importancia de la presencia de este grupo de bacterias no sólo radica en el hecho de que producen alimento para los grupos de bacterias que actúan posteriormente en la cadena trófica, sino que, además, eliminan cualquier traza de oxígeno disuelto del sistema, compuesto inhibidor de la metanogénesis.

Este grupo de microorganismos, que se conoce como metanogénicos, se compone de bacterias facultativas y anaerobias obligadas, colectivamente denominadas bacterias formadoras de ácidos. Se han aislado en digestores anaerobios bacterias *Clostridium spp.*, *Peptococcus anaerobus*, *Bifidobacterium spp.*, *Desulfovibriospp.*, *Corynebacterium spp.*, *Lactobacillus*, *Actinomyces*, *Staphylococcus* y *Escherichia coli*. Otros grupos fisiológicos incluyen los que producen enzimas proteolíticas, lipolíticas, ureolíticas o celulolíticas.

- Etapa acetogénica

El segundo paso es la transformación de ácidos grasos volátiles (ácido propiónico, butírico o de cadena más larga) en ácido acético, hidrógeno y dióxido de carbono por bacterias acetogénicas. Las reacciones que tienen lugar en esta etapa son las siguientes:

A esta altura del proceso, la mayoría de las bacterias anaerobias, como resultado de su metabolismo, han de eliminar sus propios productos de desecho de sus

células. Estos productos, ácidos volátiles sencillos, son los que van a utilizar como sustrato las bacterias metanogénicas de la siguiente etapa (Hernández 1998).

- Etapa Metanogénica

El último paso de la digestión anaerobia es la Metanogénesis. Es la última fase durante la cual ocurre la producción de metano a partir de ácidos grasos, CO₂ e H₂ producidos en las etapas anteriores. Es el resultado de la actividad de bacterias metanogénicas acetoclásticas y de bacterias metanógenas hidrogenofílicas (Vavilin *et al.* 2003).

En esta etapa, un amplio grupo de bacterias anaerobias estrictas, actúa sobre los productos resultantes de las etapas anteriores y los transforma en metano. Alrededor del 70% del total del metano producido procede de la descarboxilación del ácido acético, según la reacción:

El metano restante proviene de los sustratos ácido carbónico, ácido fórmico y metanol. El más importante es el carbónico, el cual es reducido por el hidrógeno, también producido en la etapa anterior. La reacción siguiente representa este fenómeno:

Esta reacción, contrariamente a lo que sucede con la degradación acetogénica de los ácidos de tres o cuatro carbonos, señalada en las reacciones de la etapa anterior, transcurre con una fuerte disminución de los procesos de oxidación acetogénicos, energéticamente desfavorables. Es muy probable que se produzcan en asociación con el proceso de reducción del bicarbonato a metano.

De acuerdo con esta idea, la generación de metano se debe, en gran medida, a los procesos de asociación sintrófica de las bacterias productoras de H₂, de la etapa acidogénica, con las consumidoras de H₂ de la etapa metanogénica, las que podían representarse mediante las siguientes reacciones:

IV.8.3 Microbiología de la digestión anaerobia

El conocimiento de las poblaciones bacterianas en los digestores anaerobios es relativamente limitado y está basado mayormente en el análisis de bacterias aisladas de lodos residuales y digestores de estiércol de animales o del rumen de animales. La población microbiana de digestores está compuesta en su mayoría por cuatro grupos principalmente:

- Bacterias hidrolíticas, que catabolizan los polisacáridos, proteínas, lípidos y otros constituyentes químicos menores;
- Bacterias acetogénicas productoras de hidrógeno, que catabolizan ciertos ácidos grasos;
- Bacterias homoacetogénicas, que catabolizan compuestos de un carbono o hidrolizan compuestos de más de un carbono a ácido acético, y

- Bacterias metanogénicas, que catabolizan el acetato y compuesto de un carbono a metano.

La actividad coordinada de estos grupos en general, asegura la estabilidad del proceso durante la digestión anaerobia. La identificación genérica de las poblaciones bacterianas en lodos residuales de digestores han indicado la presencia de: bacilos Gram negativos, *Eubacterium*, *Clostridium* (como bacterias hidrolíticas); bacilos Gram negativos (como bacterias acetogénicas productoras de hidrógeno); *Clostridium*, *Acetobacterium* (como bacterias homoacetogénicas); *Metanobacterium*, *Metanospirillum*, *Metanococcus*, *Metanosarcinas* (como metanógenas, Figura 4.2); y *Desulfovibrium* y *Desulfotomaculum* (como sulfatoreductoras).

Hernández (1998) ha indicado que la concentración de DQO predominante (ácidos grasos de cadena corta) tiene un marcado efecto sobre la población microbiana seleccionada. Cuando el promedio de la concentración en DQO fue de 2,541 mg/L durante la fase de arranque, las bacterias *Metanococcus* predominaron, pero cuando la DQO inicial fue reducida a 783 mg/L, las bacterias *Metanothrix* predominaron.

(a) (b)

**Fig. 4.2. Bacterias metanógenas. (a) *Methanobrevibacter ruminantium*.
(c) *Methanosarcina barkeri*.**

IV.8.4 Factores que afectan la digestión anaerobia

La digestión anaerobia está influenciada por una serie de factores que determinan su eficacia, tales como la temperatura y el pH.

- Efecto de la temperatura

El efecto de la temperatura puede observarse en la Figura 4.3. Los organismos mesofílicos actúan a temperaturas comprendidas entre los 12 °C y 35 °C, optimizándose el proceso entre los 29 °C y los 33 °C. Las bacterias termofílicas trabajan entre 50 °C y 70 °C, con un óptimo en las proximidades de 55 °C.

Figura 4.3 Efecto de la temperatura en la digestión anaerobia

La digestión termofílica permite una permanencia mínima en los reactores, pero debido a su excepcional sensibilidad a los cambios de temperatura, este exige un gran control del proceso y en consecuencia no es aconsejable. Es preferible por tanto, la digestión mesofílica, con temperatura controlada (Hernández 1998). El

rango de temperatura mesofílica es generalmente usado para el tratamiento de aguas residuales industriales (Moletta 2005).

- Importancia del pH

Es importante considerar el hecho de que los microorganismos que intervienen en cada fase de la digestión anaerobia son diferentes. Debe establecerse un equilibrio entre la producción y la remoción de los ácidos, para que ambos tipos de microorganismos puedan coexistir dentro de los reactores y encuentran las condiciones ambientales necesarias para su desarrollo. Concretamente, los organismos productores de ácidos generan una reducción del pH y por consiguiente, el proceso de digestión suele interrumpirse por el decaimiento de actividad de los microorganismos productores de metano, debido a un cambio ambiental que los hace menos viables. Esta es la razón por la cual el pH sea un buen parámetro de control y seguimiento de la digestión y que está se esté realizando en condiciones adecuadas. Si las bacterias productoras de metano son inhibidas o destruidas, no se transforman los ácidos producidos y el pH dentro del digestor disminuirá progresivamente. Por debajo de un pH de 6.2 la supervivencia de los microorganismos productores de metano resulta muy difícil, y por consiguiente cuando en un reactor se alcanza este pH, la digestión puede considerarse como interrumpida (Hernández, 1998).

El control del pH determinará si los distintos procesos se realizan satisfactoriamente. La digestión anaerobia deberá conducirse al respetar un pH comprendido entre valores de 7 y 8. La reacción alcalina es la base de que el tratamiento es correcto. Desde el punto de vista del equilibrio ácido-base, el líquido en suspensión en un reactor puede representarse, como una solución acuosa de productos intermedios y terminales, que se obtienen en el curso de la digestión.

Es importante distinguir:

a) Los Ácidos Grasos Volátiles (AGV's) (acético, propiónico, butírico) en equilibrio con sus sales. A pH de 7, todo el ácido volátil se encuentra en forma de sal (acetato, propionato y butirato). Cuando la concentración en AGV's aumentan en el líquido intersticial del sistema, una parte de estos ácidos se transforma en sales por la acción sobre el bicarbonato, que constituye una reserva alcalina.

b) El ácido carbónico ($\text{HCO}_3^- / \text{H}_2\text{CO}_3$) y su sal ácida, el bicarbonato, $2(\text{HCO}_3)^{2-}$.

El amoníaco en forma de sales. Una de las propiedades más características de amoníaco es su capacidad de combinar directamente con ácidos para formar sales. Las sales producidas por la acción del amoníaco sobre los ácidos se conocen como las sales de amonio y todos contienen el compuesto de amonio radical (NH_4^+) como por ejemplo el carbonato de amonio, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

Con un pH comprendido entre 4.1 y 7.0, el equilibrio ácido-base se caracteriza por la presencia de bicarbonato, ácido carbónico, de acetato y de ácido acético. A $\text{pH} \geq 7$ se tiene ácido carbónico, bicarbonato y acetato. La escala de pH permite situar estas mezclas (Figura 4.4)

Figura 4.4 Escala de pH y condición de las mezclas (Hernández, 1999).

- Efectos del amonio

El amonio, particularmente en la forma de NH_3 , es inhibidor cuando está presente en muy altas concentraciones. A concentraciones entre 1,500-3,000 mg/L de nitrógeno amoniacal (N-NH_3) y un pH mayor a 7.4, el NH_3 puede llegar a ser inhibitorio. Sin embargo, a una concentración por encima de 3,000 mg/l, el ión amonio por sí mismo, llega a ser tóxico independientemente del pH (Hernández, 1998).

- Efecto del oxígeno

Las bacterias metanogénicas, consideradas como anaerobias obligadas, son inhibidas por una pequeña concentración de oxígeno. De esta forma, el mantenimiento de un potencial oxido-reducción bajo, es esencial para una exitosa operación del proceso de digestión anaerobia.

- Efecto de los nutrientes

Las bacterias responsables de la conversión y estabilización de los desechos en los procesos anaerobios, requieren de nitrógeno, fósforo y otros nutrientes en cantidades traza para un óptimo crecimiento. Las aguas residuales municipales usualmente contienen todos los nutrientes requeridos en cantidades adecuadas. Otros elementos, tales como sodio, potasio, calcio, magnesio y hierro son sólo cofactores necesarios en bajas concentraciones. Sin embargo, todos los anteriores elementos podrían tener efectos inhibitorios a muy altas concentraciones.

IV.8.5 Ventajas de la digestión anaerobia

Existen diversas ventajas operacionales y principios de disminución de costos asociados con el uso de los sistemas biológicos de tratamiento anaerobio de aguas residuales, tal como se enlista a continuación (Kleerebezem y Macarie 2003).

- El tratamiento anaerobio es en principio un generador de energía, debido a que produce biogás. Mediante una combustión el metano, elemento principal del biogás, puede emplearse para la generación de energía en la misma planta, tal como producción de vapor, electricidad, agua caliente (para digestores de capacidad pequeña) y co-generación, (Moletta 2005). Lo anterior permite conservar más del 90% del valor calórico de los sustratos orgánicos tratados. Además, los biorreactores anaerobios modernos no requieren gran cantidad de energía para el mezclado mecánico (lo cual es requerido para mantener una adecuada aireación durante el tratamiento aerobio).
- En comparación, durante el tratamiento aerobio, mucho del valor calórico de los sustratos orgánicos es disipado como calor no recuperable. Además, los reactores aerobios requieren significativas cantidades de energía para la aireación.
- La digestión anaerobia produce típicamente cinco a diez veces menos biomasa por unidad de sustrato orgánico convertido, comparada con los procesos aerobios. Por otro lado, la disposición o tratamiento de los lodos residuales puede costar 50% o más del total del tratamiento de desechos de la planta, por lo cual la capacidad para reducir la producción de lodos es la mayor ventaja del tratamiento anaerobio.
- Todos los microorganismos requieren nutrientes, tales como nitrógeno, fósforo y azufre para su crecimiento. Sin embargo, muchas corrientes de aguas residuales de la industria química y petroquímica contienen relativamente pocas cantidades de estos nutrientes. Cuando la concentración de nutrientes no es suficiente, éstos

pueden ser adicionados al agua residual, para mantener el proceso. Cuando las cantidades de nutrientes a ser adicionadas están directamente relacionadas a la cantidad de biomasa formada, los nutrientes requeridos para el sistema de tratamiento anaerobio son significativamente menores que para los sistemas aerobios.

- Pese a la baja producción de biomasa que caracteriza a muchos de los digestores anaerobios, mayores concentraciones de lodos pueden alcanzarse hoy en día en los reactores anaerobios y eso sin la limitante de la cantidad de oxígeno a introducir por unidad de biomasa. En general, una mayor concentración de biomasa permite mayor cinética volumétrica de tratamiento, minimizando así, el volumen del reactor y el espacio requerido.
- De acuerdo a Houbroun (1995); Los procesos anaeróbicos resultan económicos debido a que se caracterizan por una elevada remoción global (del orden del 60 al 80 %) de la DQO y de los sólidos en suspensión, sin costo de energía (excepto para el bombeo). Otra ventaja son los bajos requerimientos de terreno (Chen 1999).
- Generalmente, en la digestión anaerobia los costos de inversión (sin subsidio) están entre 560 a 5,000 Euros/ ton de capacidad de remoción de la DQO, con un promedio de 2,000 Euro/ton aplicada. Esta inversión es también 5,000 a 25,000 Euros/m³ de digestor. Los costos están entre 200 a 1,500 Euros/ton DQO aplicada, con un promedio de 740 Euros/ ton.

IV.8.5 Limitaciones de la digestión anaerobia

Mientras que el costo y desempeño de la digestión anaerobia son indudables, ésta también tiene algunas limitaciones.

La baja producción de biomasa por unidad de sustrato removido, es una ventaja cuando se considera la cantidad de lodos a ser dispuestos, pero llega a ser una desventaja cuando se considera el tiempo necesario para el arranque de un sistema de tratamiento anaerobio. Si la biomasa necesaria no está disponible en suficientes cantidades, el arranque del sistema podría requerir varios meses. Este efecto podría llegar a ser todavía más marcado, porque muchos microorganismos anaerobios son capaces de degradar un limitado rango de sustratos. Esto significa que inocular un reactor anaerobio para el tratamiento de un tipo específico de aguas residuales, con biomasa obtenida de un reactor tratando otro tipo de agua residual, podría todavía tomar hasta un mes. Análogamente, el tiempo requerido para recuperarse de un contratiempo, es generalmente más largo para un sistema anaerobio, que para un aerobio.

Otro punto a ser considerado, es que el efluente tratado de un reactor anaerobio típicamente tiene mayor concentración de materiales orgánicos, comparado con un efluente tratado aeróbicamente (0.1-0.5 contra 0.05-0.2 Kg DQO/m³ de agua residual tratada). En general, esto hace a la digestión anaerobia menos disponible para el tratamiento de descargas fuertemente diluidas (menos de 0.5 KgDQO/m³ de agua residual). Concentraciones muy elevadas de compuestos orgánicos en efluentes tratados anaeróbicamente, implica también que, antes de ser descargados a las aguas superficiales, estos efluentes tengan que ser sometidos a un post-tratamiento (tratamiento biológico o tratamiento fisicoquímico).

En general, la digestión anaerobia es la más adecuada para remover la mayor parte de los materiales orgánicos de las descargas relativamente concentradas (Aquellas que contienen más de 4KgDQO/m³ de agua residual).

Sin embargo, las ventajas evidentes del tratamiento anaerobio de aguas residuales predominan sobre las anteriores deficiencias, lo que se ve reflejado en el uso de cerca de 1,600 reactores empleados a nivel industrial alrededor del mundo.

A la fecha, el tratamiento anaerobio ha sido el tratamiento predominante para aguas residuales de cervecerías, destilerías y numerosos procesos de alimentos y ha demostrado gran potencial para el tratamiento de descargas de composición muy compleja, como por ejemplo las aguas residuales producidas por la industria química, petroquímica y de pulpa y papel.

IV.9 SISTEMAS DE TRATAMIENTO ANAEROBIO DE AGUAS RESIDUALES

IV.9.1 Antecedentes

En México, el primer digestor se construyó en 1987 sin tener un impacto importante en los siguientes cuatro años. A partir de 1992 se tuvo un repunte con la construcción de 16 reactores, lo que representó un incremento de 400%. Durante los siguientes años, la velocidad de construcción de reactores fue superior a los 10 reactores por año, con un máximo histórico de 19 reactores construidos en 1993, para después decrecer abruptamente en 1995 con la crisis económica de finales de 1994.

Desde 1996, la recuperación ha sido notable a pesar de la reducción de los fondos públicos y privados disponibles para resolver los problemas ambientales. Así, en el año 1997 se tenían en operación 85 reactores a gran escala en México. El volumen total instalado es de 228,551 m³/d (2.5 m³/s) de agua y 590 toneladas de DQO/d, lo cual es equivalente a la contaminación producida por una población de 12.3 millones de habitantes (considerando 160 L /Hab.d y 300 mg DQO/L). Esto representa 0.62% de total del volumen de residual generado, y 3.69% del agua tratada (5.5% de la industria y 2.95% municipal).

Los principales parámetros usados para la evaluación de la eficiencia de la digestión anaerobia son: concentración de DQO (kg DQO o DBO/m³ de agua residual) del influente y el efluente, la Carga Volumétrica Aplicada (CVA) medida en Kg

DQO/m³.d, el Tiempo de Retención Hidráulica (TRH) expresado en día, la producción de biogás (m³_{biogás}/m³.d), la producción de metano (m³_{biogás}/m³.d), la eficiencia de remoción de DQO o DBO (% DQO removida/DQO aplicada), así como el rendimiento en biomasa (Y) expresado en Kg SSV/Kg DQO_{removida} y el rendimiento metano (Y_{CH₄}) expresado en m³CH₄/Kg DQO_{removida}.

La CVA depende de la tecnología usada y del tipo de agua a ser tratada. La carga obtenida con tecnologías de microorganismos suspendidos varía entre 1 a 5 kg DQO/m³.d. Al aplicar reactores de lecho de lodos de flujo ascendente, la CVA puede incrementarse de 5 a 15 kg DQO/m³.d. Los filtros anaerobios soportan CVA de 5 kg a 20 kg DQO/m³.d y generalmente 15 a 30 kg DQO/m³.d para los lechos fluidizados (Moletta 2005).

El flujo orgánico debe ser ajustado a la capacidad de reacción de los microorganismos. Si la Carga Orgánica Volumétrica del reactor está sobrecargada, la cinética de producción del CH₄ no se adaptará en seguida y los AGV's intermediarios se acumularán generando una disminución del pH y entonces se presentarán fallas en la operación del reactor anaerobio.

Aún con altos rendimientos de depuración, la eficiencia de remoción mediante un tratamiento anaerobio generalmente no es suficiente para descargar directamente el efluente en el medio ambiente. En Europa, las concentraciones en DQO después del tratamiento, deben estar por debajo de 300 mg/L para aguas residuales industriales. Por lo tanto, la digestión anaerobia está generalmente seguida de un tratamiento aerobio de pulimento.

IV.9.2 Clasificación de los sistemas de tratamiento anaerobio de aguas residuales

El tratamiento anaerobio de aguas residuales comprende una gran variedad de tecnologías. De acuerdo a Moletta (2005), estas pueden clasificarse como se muestra a continuación:

- Proceso en una etapa, en donde todas las reacciones biológicas (Hidrólisis, acidogenesis, acetogenesis y metanización) son llevadas a cabo dentro de un mismo reactor.
- Proceso en dos etapas, en donde la hidrólisis y la acidogénesis ocurren en el primer reactor y en el segundo reactor ocurren la acetogénesis y la metanización.
- Generalmente la fermentación continua es usada con microorganismos suspendidos o con biopelículas. Estas biopelículas pueden desarrollarse sin un soporte en el caso de los gránulos o sobre un soporte plástico o mineral. El soporte puede estar fijo o ser móvil en el digestor.

Las tecnologías de tratamiento anaerobio se han desarrollado en gran medida, lo que ha permitido un aumento de las capacidades de tratamiento por un factor de 1 a 20 al pasar de sistemas de biomasa libre hacia biomasa fija (Moletta 1993).

IV.9.3 Digestión anaerobia con rectores de lodos suspendidos

Los digestores de células libres constituyen la primera generación e incluyen las lagunas anaerobias. Estas son estanques sencillos de hasta 10 metros de profundidades en donde los microorganismos se desarrollan principalmente en la parte del fondo. Estos procesos son estables y sencillos de utilización pero solo pueden tratar 0.5 a 3 kg de DQO/m³ d. (Houbroun 2003).

Las tecnologías de tratamiento anaerobio basadas en el uso de microorganismos suspendidos son generalmente utilizadas cuando las aguas residuales contienen sólidos suspendidos, tales como:

- Reactor completamente mezclado con agitación y recirculación de lodos (contacto anaerobio).
- Lecho de lodos anaerobio. Los microorganismos se mantienen dentro del digestor, como en las lagunas anaerobias o en los lechos anaerobios.

IV.9.4 Digestión anaerobia con reactores de biopelículas

Las tecnologías empleando el uso de las biopelículas son ampliamente aplicadas y más específicamente cuando las aguas residuales carecen de sólidos suspendidos. La formación de biopelículas permite alcanzar niveles significativos de concentración biomasa en el digestor (arriba de 50 g/l de peso seco).

La tecnología de procesos de biopelículas se ha desarrollado rápidamente en las dos anteriores décadas y es usada con frecuencia para tratamiento de aguas residuales. Una biopelícula se refiere a una estructura compleja de células y productos celulares, tales como polímeros extracelulares adheridos a una superficie sólida o sustrato. La inmovilización de bacterias u otros microorganismos puede alcanzarse de dos formas, artificial o naturalmente. Bajo condiciones naturales específicas, los microorganismos forman biopelículas espontáneamente.

El crecimiento bacteriano sobre superficies es un fenómeno natural, porque muchos microorganismos en la naturaleza están asociados con superficies sólidas. En corrientes y ríos, una gran proporción de la actividad microbiana ocurre en películas adheridas. Esta actividad microbiana es responsable de la capacidad de autopurificación de los ríos por transformación y degradación de los compuestos naturales y antropogénicos en el agua. Los métodos artificiales de inmovilización de

células microbianas para determinados procesos de biopelículas, pueden ser clasificados en tres categorías como métodos de partículas acarreadoras, soportes con biopelículas entrampadas o partículas porosas en donde crece la biopelícula.

IV.9.4.1 Configuración de la biopelícula en los reactores

En la práctica, las biopelículas presentan fluctuaciones considerables en su espesor y cantidad de biomasa por área de soporte. Efectivamente, las biopelículas crecen continuamente mediante el desarrollo de las bacterias y disminuyen mediante los procesos de erosión por fricción. En las biopelículas naturales, además de los procesos de difusión de sustrato y crecimiento de la biomasa, por ejemplo, ocurre desprendimiento de la biopelícula y la superficie de la biopelícula no es rígida.

El desarrollo típico de las biopelículas ocurre de una forma sigmoideal, considerando cinco fases. Estas son: adhesión de los microorganismos a la superficie, fase de crecimiento exponencial, fase de declinación de crecimiento, fase de estabilización y repetición de recambio y renovación.

Por naturaleza, los microorganismos de una biopelícula, viven adheridos muy cercanamente unos de otros, por lo que proporcionan resistencia a la transferencia de masa de los sustratos disueltos. Las biopelículas no son siempre capas delgadas que cubran superficies sólidas generando unas formas lisas. Las biopelículas, muy a menudo, llegan a tener formas filamentosas bajo condiciones de flujo de alta velocidad. Su estructura está influenciada por fuerzas cortantes externas, perfiles de difusión internos, y competencia microbiana. Las fuerzas cortantes sobre la biopelícula determinan el espesor de la biopelícula y también la estructura de su superficie. En muchos reactores de biopelícula, las fuerzas cortantes no son uniformes. Esto ocasiona una formación no uniforme de la biopelícula en tales reactores.

IV.9.4.2 Principios de las biopelículas

Las biopelículas crecen sobre la superficie de un medio consumiendo sustratos de la fase líquida con la cual están en contacto. Estos sustratos son la materia orgánica, oxígeno, elementos traza, etc., requeridos para la actividad biológica. La totalidad de los procesos de utilización de sustrato por biopelículas, puede ser concretamente descrita por los tres pasos principales siguientes:

- Transporte de sustrato de la fase líquido hacia la superficie externa de la biopelícula,
- Difusión del sustrato dentro de la biopelícula
- Consumo del sustrato dentro de la biopelícula.

El primer paso es el más importante y el limitante, aunque es un fenómeno puramente físico porque. En condiciones estables de la fase estacionaria la velocidad de todas las reacciones de los pasos dos y tres es siempre dependiente y similar a la velocidad limitante del primer paso.

La materia orgánica coloidal o suspendida no puede ser difundida dentro de la biopelícula directamente. Primero estos deben ser hidrolizados y transformado en sustancias orgánicas solubles de bajo peso molecular, a fin de que el proceso de difusión tome lugar. Los productos finales del metabolismo anaerobio serán a su vez transferidos en sentido contrario, es decir hacia la fase líquida. Cuando algún nutriente esencial para los microorganismos es ausente, las reacciones biológicas serán afectadas tanto en la reacción que en su cinética. Por lo tanto, si alguno de éstos nutrientes está agotado a una cierta profundidad de la biopelícula, las reacciones biológicas no ocurrirán a esa profundidad.

De este modo, las primeras sustancias agotadas, determinan la profundidad o el espesor de la biopelícula. Estas sustancias son llamadas factores limitantes. Sin embargo, es poco probable que algunos nutrientes tales como el nitrógeno, fósforo

y otros metales traza lleguen a ser limitantes, ya que en muchas aguas residuales se encuentran en exceso.

IV.9.4.3 Microbiología de las biopelículas

Las biopelículas son conocidas como estructuras complejas de células microbianas y polímeros extracelulares. Todos los microorganismos naturales de las aguas residuales (municipales o industriales) pueden encontrarse en biopelículas alimentadas con estas. Sin embargo, el gradiente de difusión dentro de la biopelícula influirá sobre la velocidad de crecimiento y desempeño de los diferentes microorganismos. Se considera que los microorganismos de lento crecimiento (por ejemplo, nitrificantes o microorganismos creciendo en xenobióticos) serán encontrados en sitios más profundos en la biopelícula que los heterótrofos de rápido crecimiento.

IV.9.5 Reactores de biomasa fija

Los reactores de lecho fijo presentan la biomasa fija sobre un soporte. Las cargas orgánicas de estos reactores pueden llegar hasta 30 kg de DQO/m³ d., siendo eficientes sobre todo para el tratamiento de los residuos solubles. El principal inconveniente de este tipo de reactor es el taponamiento debido al crecimiento extremo de las bacterias (Kleerebezem y Macarie 2003). Algunas de estas tecnologías se describe con más precisión a continuación.

IV.9.5.1 Reactor de lecho de lodos de flujo ascendente (UASB)

Los Reactores de lecho de lodo de flujo ascendente o bien Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB) albergan microorganismos estructurados en forma de “gránulo”,

los cuales están en ligera suspensión por la velocidad ascensional aplicada, el biogás producido y la recirculación del agua residual. Sin embargo, este reactor requiere de una atención particular con respecto a la formación de los gránulos y el comportamiento hidrodinámico de los lodos. Actualmente existen más de 400 reactores de tipo UASB en el mundo que tratan con éxito a varios tipos de aguas residuales.

Noyola *et al.* (1993); recomiendan el uso de un reactor UASB para el tratamiento de vinazas de alcohol, obteniendo una reducción máxima de 63 % de la DQO. El valor agregado de la digestión anaerobia es la producción de biogás, el cual puede ser utilizado para la producción de energía.

En 1991, la industria alcoholera contaba con 10 reactores de tipo UASB con un volumen de instalación de 52,000 m³ (Lettinga y Hulshoff, 1991). En México, los reactores UASB forman el 74% del volumen instalado y las compañías nacionales han suministrado el 76% del mercado anaerobio. Se han aplicado diversos tipos de reactores: filtros anaerobios de flujo ascendente, UASB, UASB híbrido (Reactor UASB con soporte inerte) y reactor de lodo granular de cama extendida EGSB. La tecnología dominante es la UASB (Monroy *et al.* 2000).

IV.9.5.2 Los filtros anaerobios

La biopelícula microbiana se desarrolla sobre un soporte. El área específica del soporte es de varios cientos de metros cuadrados por metro cúbico de soporte. Existen sistemas de flujo ascendente y de flujo descendente. Puede aplicarse un sistema de recirculación del agua residual para tener una distribución homogénea de la misma. En este tipo de reactor la carga y las cinéticas de remoción se pueden expresar de manera volumétrica (Kg DQO_{removida}/m³·d) o bien por área o peso de sólidos volátiles adheridos (Kg DQO_{removida}/m²_{soporte}·d) o Kg DQO_{removida}/Kg SVA·d).

IV.9.5.3 El Lecho Fluidizado

El Lecho Fluidizado (LF) es una tecnología en la que, los soportes en donde se desarrolla la biopelícula, están fluidizados mediante la recirculación del líquido. Los soportes son generalmente partículas de material inerte. En esta clasificación se encuentran los reactores de tipo de Lecho Fluidizado Ascendente (con alimentación y recirculación ascendente), los Reactores de Lecho Fluidizado Inversos, (LFI) caracterizados por su alimentación y recirculación descendente y finalmente el Lecho Turbulento Inverso (LTI), en el cual la expansión se consigue con la recirculación del biogás generado en el reactor.

IV.10 FACTIBILIDAD DE LA DIGESTIÓN ANAEROBIA DE LAS VINAZAS

La digestión anaerobia es particularmente aceptada para el tratamiento de aguas residuales de industria vinícola y de destilerías (Moletta 2005). Su relación DQO/N/P pudiera estar desbalanceada para el tratamiento aerobio, por lo cual necesitaría de la adición de nitrógeno y fósforo. Los rendimientos de remoción de DQO de las tecnologías de LF son generalmente altos para tratamiento de aguas residuales de industria vinícola y de destilerías con eficiencias generalmente entre 80% y 90%. La producción teórica de metano a 35°C es de 395 L CH₄/Kg DQO removida, o sea alrededor de 500 a 600 L de biogás conteniendo 60% a 80 % de metano por Kg DQO removida.

La digestión anaerobia de vinazas de vino (Cognac, Armagnac, Pisco Chileno y otros Brandys alrededor del mundo) está generalizada en el mundo. Estas son obtenidas por destilación del vino y presentan elevadas temperaturas de más de 95°C. Otros tipos de vinazas pueden ser también tratadas por digestión anaerobia. Existen casos particulares como las aguas residuales de destilería de la factoría Scotch Whisky (Boopathy y col., 1988); o las de destilería de tequila con un UASB (Ilangovan y col., 2001). Estas vinazas fueron fácilmente biodegradables y con alta

DQO (20 a 60 g/L). Las tecnologías usadas son por ejemplo, filtros anaerobios o UASB si los residuales tienen alto contenido de sólidos suspendidos. El rendimiento de remoción es generalmente muy bueno, de 80% hasta 98% (Moletta 2005).

Un ejemplo es el tratamiento anaerobio de vinazas en la región de Cognac. Una Empresa trató vinazas de la producción de Cognac. El volumen de vinazas fue de 350,000 m³/año de noviembre a marzo. El promedio de la DQO fue de 30 g/L con 20 g/L de DBO₅. Esta empresa procesó un total de 70 a 80 Ton DQO/día con un flujo promedio de 100 m³/h. Las vinazas fueron almacenadas en varios tanques y tratadas por cuatro sistemas. Tres fueron sistemas completamente mezclados (digestores de 5000, 6000 y 6000 m³) y un filtro aerobio de 4000 m³. Los digestores completamente mezclados se operaron aplicando una Carga Orgánica de 3.0 a 5.0 Kg DQO/m³·d y 6.0 a 7.0 Kg DQO/m³·d para los filtros anaerobios, manteniendo una temperatura de 37°C. La producción de biogás fue de 0.65 m³/Kg DQO removida con un contenido de 65% de metano. La eficiencia de remoción de la DQO alcanzó valores anuales promedio de 93.6%. Parte de los lodos fueron retornados al inicio. El sobrenadante fue almacenado (con dos meses de residencia) en cuatro lagunas (dos de 20,000 m³ y dos de 5000 m³).

Parte del biogás fue utilizado para producir electricidad (con dos generadores) y la otra parte para producir vapor. La producción de energía fue de 6 Ton/h de vapor, 800 kW/h electricidad y 1.3 Mw/h de calor. Por ejemplo, el tratamiento de 480,000 m³ de vinazas permite generar un equivalente a 3910 Ton de combustible y el 89 % de éstas son transformadas en vapor o electricidad. El costo de inversión fue de aproximadamente 4 millones de Euros para los digestores; 600,000 Euros para producción de electricidad y 400,000 Euros para la producción de vapor. El costo del tratamiento fue de 0.52 euros/m³ de vinazas.

En Francia, un estudio llevado a cabo por Bogdan y Servais (2001), mostró que 10 digestores fueron aplicados a destilerías. La mitad de ellos fueron filtros anaerobios, y los otros fueron reactores completamente mezclados. El rendimiento de remoción

de DQO fue de 85% a 98%. Posterior a este estudio, había 20 industrias vinícolas implementando digestores anaerobios, de estos 5 fueron reactores de lecho fluidizado, 12 filtros anaerobios y 3 reactores completamente mezclados.

Macarie y Le Mer (2006) recomiendan acoplar un sistema aerobio y anaerobio. Bajo esta configuración el costo de tratamiento queda todavía inferior a un tratamiento completamente aerobio, pero la eficiencia de tratamiento puede ser mejorada de manera satisfactoria.

Aplicando un sistema aerobio-anaerobio, se aumenta la biodegradabilidad del efluente, pero bajo estas condiciones es importante considerar cuando cortar el aporte en oxígeno. Por otro lado, aplicando un sistema anaerobio/aerobio se remueve un máximo de materia orgánica a costo reducido por digestión anaerobia, y el aporte de oxígeno se aplica únicamente como pulimento a fin de reducir todavía la concentración en DQO residual. Sin embargo no existen estudios de comparación de biodegradabilidad bajo estas condiciones.

Además de los casos particulares de tratamiento de vinazas mostrados anteriormente, en diversos países se han llevado a cabo investigaciones para evaluar diferentes tecnologías de depuración de este tipo de efluentes, incluyendo sistemas de tratamiento aerobio, anaerobio, sistemas combinados aerobio-anaerobio y tratamiento fisicoquímico.

Los sistemas de tratamiento evaluados han sido desarrollados a escala laboratorio, escala piloto o aplicados a escala completa; estos han sido probados en vinazas de diferentes orígenes, tales como vinazas de producción de vino, de producción de etanol a partir de miel de caña o a partir de melazas, así como de vinazas provenientes de producción de tequila.

Por otro lado, los sistemas de tratamiento de vinazas desarrollados contemplan la evaluación de diferentes variables de diseño correspondientes a cada tecnología.

Así por ejemplo, en sistemas de tratamiento aerobio, se ha estudiado a escala completa la depuración de vinazas mezcladas con agua residual urbana en procesos de lodos activados en efluentes generados en diversas estaciones del año con diferentes concentraciones de DQO, así como el tratamiento en reactores de lecho fijo de dos etapas a diferentes cargas orgánicas.

En el tratamiento anaerobio de vinazas, la evaluación de los sistemas de tratamiento ha estado por ejemplo, dirigida a la evaluación del efecto de la carga orgánica, el tiempo de residencia hidráulica y la temperatura sobre la eficiencia de remoción de materia orgánica en reactores UASB; en reactores de lecho fluidizado, lecho fluidizado inverso y reactores de lecho turbulento inverso, diversas investigaciones han estado encaminadas a evaluar las características de los soportes empleados, el efecto de las condiciones hidráulicas sobre el desarrollo de la biopelícula, el efecto de la carga orgánica, el TRH y la temperatura sobre la eficiencia de remoción de la materia orgánica. En algunos otros casos, también ha sido evaluado el efecto de un pretratamiento de las vinazas con enzimas u hongos antes del tratamiento anaerobio.

Por otro lado, además de los tratamientos biológicos aerobios y anaerobios (aunque en menor cantidad), algunos procesos fisicoquímicos también han sido empleados en la depuración de las vinazas, ya sea como único tratamiento o en combinación con tratamientos aerobios, anaerobios.

Las Tablas 4.6, 4.7 y 4.8 resumen diversas tecnologías empleadas en el tratamiento de las vinazas, clasificándolos en procesos biológicos aerobios, biológicos anaerobios y en procesos combinados (aerobios/anaerobios) y fisicoquímicos.

Tabla 4.6 Ejemplos de tecnologías de tratamiento biológico aerobio empleadas en el tratamiento de las vinazas.

TECNOLOGÍA EMPLEADA	CARACTERÍSTICAS DEL AGUA TRATADA	EFICIENCIAS DE REMOCIÓN	REFERENCIA
Reactor de biopelícula de lecho fijo (FBBR) de dos etapas. Escala completa. Sistema operado con una carga de 4 KgDQO/m ³ d en el FBBR de la primera etapa.	Vinaza de vino con concentraciones de DQO de 3,533-7,130 mg/L DQO.	91 % de remoción promedio de DQO.	Andreottola <i>et al.</i> (2005).
Proceso de lodos activados con aireación prolongada. Escala completa.	Vinazas combinadas con agua residual urbana. Con valores de DQO desde 2,553 KgDQO/d hasta 16628 KgDQO/d (promedio de 5480 Kg DQO/d).	90% para DQO y 60 % para nitrógeno.	Bruculeri <i>et al.</i> (2005).
Oxidación aerobia en reactores agitados (a nivel laboratorio) de un litro) alimentados con agua residual de destilería pretratada con enzimas.	Agua residual proveniente de producción de etanol a partir de melaza de caña de azúcar con DQO de 100,000 a 110,000 mgDQO/L. Filtrada para remover sólidos suspendidos, y diluida a una concentración de 9,000-10,000 mgDQO/L antes de ser pretratada con enzima celulasas (endoglucanasa, celobiohidrolasa, β -glucosidasa).	El pretratamiento con enzimas produce compuestos intermediarios de menor peso molecular que permiten un mejor tratamiento aerobio, duplicando la velocidad de oxidación de la materia orgánica.	Sanvage y Pandit (2006).

Tabla 4.7 Tecnologías de tratamiento biológico anaerobio aplicadas en el tratamiento de las vinazas.

TECNOLOGÍA EMPLEADA	CARACTERÍSTICAS DEL AGUA TRATADA	EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO (%)	REFERENCIA
Reactor de lecho de lodos de flujo ascendente anaerobio (UASB), a escala completa (Biopaq®). Aplicado cargas de 22 kg/m ³ .d para vinazas de jugo de caña, 10-15 kg/m ³ .d para vinazas de melaza de caña y 20 kg/m ³ .d para vinazas de vino.	Vinazas provenientes de producción de etanol a partir de jugo de caña de azúcar con DQO igual a 22,000 mg DQO/L. Vinazas generadas en la producción de etanol a partir de melaza con DQO de 80,000 a 160,000 mg DQO/L. Vinazas de vino con concentraciones de 22,000 a 48,000 mg DQO/L.	88 % para vinazas de jugo de caña de azúcar. 65-75% para vinazas de melaza de caña de azúcar. 90-95% para vinazas de vino.	Driesen <i>et al.</i> (1994)
Reactor de Lecho Fluidizado. Con cargas hasta de 32 KgDQO/m ³ .d.	Vinazas de vino, con concentración promedio de 25,000 mgDQO/L.	70% - 90% de remoción de COT.	Buffière <i>et al.</i> (1995).
Reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio. A una carga de 17 kg COT/m.d.	Vinazas de vino, con una concentración de Carbono Orgánico Total de 5,200 a 6,000 mg/L.	75 – 95 % eficiencia de remoción de COT.	García <i>et al.</i> (1998)
Comparación de filtro anaerobio y lecho fluidizado, en condiciones termofílicas y a escala laboratorio.	Vinazas con carga orgánica máxima de 32 kg DQO/ m ³ .d para el lecho fluidizado y 20 kg DQO/m ³ .d para el filtro anaerobio.	84-97 % para el lecho fluidizado y 75 % para el filtro anaerobio.	Pérez <i>et al.</i> (1999)

Tabla 4.7 (Continuación). Tecnologías de tratamiento biológico anaerobio aplicadas en el tratamiento de las vinazas.

Reactor de lecho fluidizado anaerobio termofílico. Con carga orgánica desde 5.9 hasta 32 kgDQO/m ³ .d.	Vinazas con carga orgánica.	81.5 a 96.5 % de remoción de DQO.	Pérez <i>et al.</i> (1999).
Reactor de lecho turbulento inverso anaerobio. Sistema operado a carga entre 5 a 30 KgDQO/m ³ .d.	Agua residual industrial proveniente de destilería de vino, con concentración de 8,500 mg DQO/L-18,000 mg DQO/L).	70% - 85% de eficiencia de remoción de DQO.	Buffière <i>et al.</i> (2000).
Reactor de lecho turbulento inverso anaerobio. Sistema operado a una carga de 15 KgDQO/m ³ .d.	Agua residual industrial proveniente de destilería de vino, con concentración de 20,000 mg DQO/L-30,000 mg DQO/L).	75% - 85% de eficiencia de remoción de DQO.	Buffière <i>et al.</i> (2000).
Reactores de lecho de lodos de flujo ascendente anaerobios (UASB), operados a diferentes temperaturas, 35, 45 y 55 °C, con carga orgánica de 1.46 kg DQO/m ³ .d y TRH de 50, 40 y 35 días.	Vinazas provenientes de la fermentación alcohólica de melaza de caña, con concentración de 73,380.8 mg DQO/L.	A TRH de 50 días, 71, 71 y 59% de remoción de DQO para 35, 45 y 55°C respectivamente. A TRH de 40 días 72,74 y 67 % 35, 45 y 55°C respectivamente.	Bernal <i>et al.</i> (2002)
Reactor de lecho de lodos de flujo ascendente anaerobio (UASB) a escala completa, operando con una carga orgánica en un rango de 4 a 18 kg/m ³ .d.	Vinazas de vino con un rango de DQO de 12,975 a 50, 900 mg DQO/L.	Arriba de 90% de remoción de DQO.	Wolmarans y Villiers (2002)

Tabla 4.7 (Continuación). Tecnologías de tratamiento biológico anaerobio aplicadas en el tratamiento de las vinazas.

Sistema mesofílico de dos etapas: Filtro Anaerobio (AF) y reactor de lecho de lodos de flujos ascendente anaerobio (UASB). Con cargas de 0.6 a 5.1 kg DQO/m ³ .d y TRH de 10 -39 días.	Vinazas destilería diluidas, con concentración de 3,000 a 16, 812 mg DQO/L.	54 – 93 % de eficiencia de remoción de DQO.	Blonskaja <i>et al.</i> (2003).
Reactor de lecho turbulento inverso anaerobio. El sistema fue operado a una carga orgánica de 30.6 kg DQO/m ³ .d., con TRH de 11.1 h.	Agua residual de destilería de vino mezclada con una fuente de nitrógeno y elementos traza, con una DQO de 20,000 a 30,000 mg DQO/L.	70-92 % de remoción de DQO.	Arnaiz <i>et al.</i> (2005).
Reactor de lecho fijo anaerobio de flujo ascendente (termofílico). Sistema operado a una carga aproximada a 5.6 kgDQO/m ³ .d.	Vinazas de vino diluidas a una concentración de 15,500 mg DQO/L.	70.2 – 76.8 % de remoción de DQO.	Pérez <i>et al.</i> (2005)
Reactores anaerobios termofílicos: Reactor anaerobio de lecho fijo de flujo ascendente, con una carga orgánica igual a 6.29 kgDQO/m ³ .d; y reactor anaerobio de lecho fluidizado, operando a una carga orgánica de 5.88 kgDQO/m ³ .d (Comparación de las dos tecnologías).	Vinaza de vino diluida con DQO aproximada a 15,000 mgDQO/L, adicionada con NaOH para mantener un pH neutro.	76 % de remoción de DQO en el reactor anaerobio de lecho fijo de flujo ascendente y 96 % para el reactor de lecho fluidizado.	Pérez <i>et al.</i> (2005)

Tabla 4.7 (Continuación). Tecnologías de tratamiento biológico anaerobio aplicadas en el tratamiento de las vinazas.

Tratamiento anaerobio en Reactores de tanque agitado de flujo continuo (CFSTR) operado a temperatura mesofílica.	Vinazas crudas con concentración de DDQ igual a 80,500 mg/L. Vinazas pretratadas con <i>Penicillium decumbes</i> con una DQO de 23,000 mg/L.	El pretratamiento con <i>P. decumbes</i> redujo en un 67% el contenido inicial de compuestos fenólicos en las vinazas. Las constantes cinéticas μ_{max} y K para el proceso de digestión de vinazas pretratadas fueron 9.6 y 6.9 veces mayor, respectivamente, que las obtenidas para las vinazas crudas.	Jiménez <i>et al.</i> (2006)
Reactor de lecho turbulento inverso anaerobio, operando con cargas orgánicas desde 9.5 hasta 30.6 Kg DQO/m ³ .d.	Agua residual industrial de destilería de vino, adicionando elementos traza y nitrógeno. Con concentración de 20,000-30,000 mg DQO/L.	Eficiencias de remoción de 70% a 92%.	Arnaíz <i>et al.</i> (2007).
Reactor de lecho turbulento inverso. Con variaciones en la concentración del influente y en los tiempos de residencia hidráulica.	Agua residual de vinazas de vino, diluida (DQO aproximada a 20,000 mg/L) y reconstituida con nitrógeno y una solución de elementos traza.	Eficiencias de remoción de DQO de 80% a 98%.	Cresson <i>et al.</i> (2008).
Reactor de lecho fluidizado anaerobio. Con cargas orgánicas entre 2 y 20 g DQO/L.d.	Agua residual del proceso de destilación de fermentación alcohólica de melaza de caña de azúcar, con concentración promedio de 63,000 mg DQO/L.	Mayor a 80% de remoción de DQO.	Fernández <i>et al.</i> (2008).

Tabla 4.7 (Continuación). Tecnologías de tratamiento biológico anaerobio aplicadas en el tratamiento de las vinazas.

Reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio. Operado a una carga orgánica entre 6.11 y 35 g DQO/L.d.	Agua residual de destilería enriquecida con una solución sintética de nutrientes.	87% de remoción de DQO.	Sowmeyan y Swaminathan (2008).
Reactor de lecho de lodos de flujo ascendente (UASB). Con cargas de 0.36 – 1.43 kg DQO/L.d.	Vinazas provenientes de la producción de tequila (diluidas), con concentración de 420 – 1636 mg/L:	51 – 67 % de remoción de DQO.	Martínez et al. (2010).

Tabla 4.8 Tecnologías de tratamiento de vinazas empleando procesos combinados anaerobio/aerobio y tratamientos fisicoquímicos.

TRATAMIENTOS COMBINADOS AEROBIO/ANAEROBIO Y TERCIARIOS			
Reactor de lecho fluidizado anaerobio seguido de reactor de lecho fluidizado aerobio. Escala Piloto.	Vinazas crudas provenientes de la producción de etanol a partir de melaza con concentración desde 25,000 hasta 100,000 mg/L DQO.	65-75% para el proceso anaerobio, 62 % para el proceso aerobio.	Poggi (1982).
Reactores anaerobios (UASB, lecho empacado de flujo ascendente y descendente, lecho fluidizado) seguido de un sistema aerobio de discos rotatorios. Escala Piloto.	Vinazas provenientes de la producción de etanol a partir de melazas con DQO de 35,000-70,000 mgDQO/L.	50-60% de remoción de DQO.	Duran <i>et al.</i> (1991).

Tabla 4.8 Continuación. Tecnologías de tratamiento de vinazas empleando procesos combinados anaerobio/aerobio y tratamientos fisicoquímicos.

Filtro anaerobio de dos pasos (combinación de anaerobio-aerobio, este último como postratamiento). Carga orgánica al filtro anaerobio: 4.6 a 11 kgDQO/m ³ .d. Carga para el filtro aerobio: 1.3 kg DQO/m ³ .d.	Vinazas con una DQO entre 8 y 16 g/l, con 1 g/L de sólidos suspendidos. La carga orgánica al filtro anaerobio es de 4.6 a 11 kg DQO/m ³ .d y para el filtro aerobio de 1.3 kg DQO/m ³ .d.	70 % para el filtro anaerobio. 88 a 98 % para todo el proceso.	Moletta <i>et al.</i> (2005).
Tratamiento empleando una primera etapa de oxidación con reactivo de Fenton (H ₂ O ₂ /Fe ²⁺) y coagulación/floculación con Ca(OH) ₂ .	Vinazas de vino con concentración de DQO de 16,225 mgDQO/L.	74 % de remoción de DQO.	Beltrán <i>et al.</i> (2005)
Tratamiento por combinación de tratamiento biológico aerobio con oxidación química por reactivo de Fenton.	Vinazas de vino con concentración de DQO de 18,500 mgDQO/L y 4300 mgFenol/L.	En el tratamiento biológico: 75-94 % de remoción de DQO y 54-79% de remoción de los compuestos polifenólicos totales. En oxidación química: 50-80 % de DQO presente en el efluente del tratamiento biológico.	Beltrán <i>et al.</i> (2005)
Oxidación fotolítica avanzada (aplicación de H ₂ O ₂ como oxidante y adicionando óxido de titanio)	Vinas de vino con concentración de 4000 mg DQO/L	58% de eficiencia de remoción de DQO.	Navarro <i>et al.</i> 2005

Tabla 4.8 Continuación. Tecnologías de tratamiento de vinazas empleando procesos combinados anaerobio/aerobio y tratamientos fisicoquímicos.

Sistema de tres etapas, filtro anaerobio (AFBR), lecho empacado aerobio (TFR) y laguna de estabilización como tratamiento terciario.	Vinaza proveniente de destilería, diluida, en un rango de concentración de DQO de 271-5286 mg/L.	54 % de remoción de DQO.	Travieso <i>et al.</i> (2006).
Proceso biofísico: Evapoconcentración con destilación fraccionada (ECCF), proceso de tres etapas. Primera etapa: fermentación de azúcares contenidos en la vinaza a etanol, Segunda etapa: stripping del etanol para obtener agua altamente purificada, un producto alcohólico con menos el 40% de etanol que puede ser utilizado como combustible y un concentrado con subproductos orgánicos y minerales que pueden ser empleados en agricultura.	Vinazas de vino con concentración igual a 12,700 mg DQO/L.	99-99.7 % de la DQO de la vinaza cruda,	Colin <i>et al.</i> (2005).

De acuerdo a la información mostrada en las tablas anteriores, puede observarse que la mayoría de los sistemas de tratamiento han sido aplicados sobre vinazas provenientes de la producción de vino, y en menor cantidad a vinazas provenientes de la elaboración de etanol (a partir de la fermentación de jugo de azúcar o melaza de caña de azúcar) y a vinazas tequileras.

Así mismo, la información recabada en las tablas muestra que las tecnologías de tratamiento de las vinazas son predominantemente procesos anaerobios que alcanzan eficiencias de remoción de materia orgánica desde 50 hasta 90 % aproximadamente. En ese sentido, se considera que el tratamiento anaerobio es el apropiado, debido a que las vinazas son efluentes con una elevada concentración de materia orgánica. En este tipo de tecnología anaerobia, destacan los reactores UASB, que han sido ampliamente estudiados a nivel laboratorio, piloto y escala completa; así mismo, los reactores de lecho fluidizado que han sido probados a nivel laboratorio y aplicados a escala piloto y completa. Por otro lado, los reactores de lecho fluidizado inverso y lechos turbulentos inversos, aunque ofrecen ventajas sobre los anteriores reactores en relación a la eficiencia de remoción de materia orgánica, han sido estudiados más ampliamente a nivel laboratorio o escala piloto, encontrándose escasos reportes de su uso a nivel industrial.

IV.11 TRATAMIENTO ANAEROBIO CON REACTORES DE LECHO FLUIDIZADO

Como se ha mencionado antes, la digestión anaerobia ofrece significativas ventajas sobre los sistemas aerobios, requiere bajo consumo de energía, reduce la formación de sólidos, bajos requerimientos de nutrientes y posee un potencial de recuperación de energía del metano producido. Este proceso es hoy en día ampliamente utilizado en muchas aplicaciones ambientales, en diferentes configuraciones y formas de operación. Sin embargo, la digestión anaerobia tiene una lenta velocidad de crecimiento de las bacterias anaerobias y requiere largos tiempos de retención hidráulica, lo cual significa largos tiempo de residencia de la fase líquida, para alcanzar una remoción satisfactoria, comparada con el tratamiento anaerobio.

En las últimas décadas, el desarrollo de varias técnicas, tales como lecho fijo o lecho fluidizado para la retención de los microorganismos anaerobios dentro del reactor han permitido en un primer tiempo incrementar significativamente la cantidad de biomasa o bien de superficie de reacción por unidad de volumen, lo que genera

consecuencias inmediatas como la disminución del tiempo de retención hidráulica y el incremento posible de la carga orgánica volumétrica.

El término fluidización está usualmente asociado con un sistema de dos o tres fases, en el cual las partículas están fluidizadas por una corriente líquida o de gas fluyendo en dirección opuesta de la gravedad. En el caso de los sistemas fluidizados clásicos, las partículas tienen una densidad mayor a la del fluido. En el caso de la fluidización descendente o inversa, la densidad específica del líquido es mayor que la densidad específica de las partículas ($\rho < 1$) y el lecho es expandido hacia abajo por el leve flujo del líquido (García *et al.* 1997).

La literatura es extensa en exitosos reportes sobre esta tecnología. Estos son empleados tanto para tratamientos aerobios como para tratamientos anaerobios, tales como desnitrificación y digestión anaerobia. En el caso de la digestión anaerobia, sin embargo, esta no ha sido ampliamente utilizada a escala completa (Arnaiz *et al.* 2003).

IV.11.1 Clasificación de los reactores de lecho fluidizado

✓ Reactores de lecho fluidizado

En la fluidización tradicional, o fluidización ascendente, las partículas sólidas tienen una densidad mayor que el líquido y éstas están fluidizadas por una fuerte corriente de líquido que fluye en dirección opuesta a la gravedad (Figura 4.4), (Arnaiz y Buffiere 2003).

El uso de la tecnología de lecho fluidizado para tratamiento de aguas residuales ha sido estudiado a nivel laboratorio y planta piloto, pero muy pocas plantas industriales los han montado (Karamanev *et al.* 1996). Entre las ventajas de esta tecnología están reconocidas las siguientes: (Marín *et al.* 1999):

- Pueden alcanzarse altas concentraciones de biomasa sobre densos soportes, fácilmente retenidas dentro del reactor.
- Se generan grandes áreas de transferencia de masa a través de partículas de tamaño pequeño que son empleadas como soporte fluidizable.
- Es posible que existan altas velocidades de flujo de fluido, el cual permite el tratamiento de aguas residuales muy diluidas o altas relaciones de recirculación, creando condiciones adecuadas de alcalinidad.
- Existe resistencia a esporádicas sobrecargas orgánicas.

La carencia del éxito de reactores de lecho fluidizado ascendente a nivel industrial, podría ser resultado de una combinación de varios puntos negativos: Un alto nivel de mantenimiento derivado de su complejidad, la necesidad de recirculación de líquido o problemas hidrodinámicos (Arnaiz *et al.* 2003) y finalmente un alto costo energético para la fluidificación.

✓ Reactores de lecho fluidizado inverso

Se han realizado diversas investigaciones sobre los reactores de tipo LFI, o reactores de lecho fluidizado de flujo descendente, aplicado al tratamiento aerobio o anaerobio de aguas residuales (Chern *et al.* 1982, Fan *et al.* 1982, Shimodaira *et al.* 1981, Shimodaira *et al.* 1983, Nikolov *et al.* 1987, Chan *et al.* 1995, García *et al.* 1997, García *et al.* 1998; Michaud *et al.* 2002; Arnaiz *et al.* 2003; Michaud *et al.* 2005; Alvarado *et al.* 2005, Alvarado *et al.* 2010). En esta clase de reactor, las partículas con una densidad menor que el líquido (que flotan cuando el reactor de lecho fluidizado inverso está detenido), son fluidizadas por una leve corriente descendente de líquido cuando el reactor está en operación (Figura 4.5).

Fig. 4.5 Reactor de lecho fluidizado (Pérez, 1998).

Figura 4.6 Reactor de tipo LFI (Buffière, 2000).

Esta tecnología presenta interesantes características: La configuración del flujo descendente permite a las partículas sedimentables ser recuperadas en el fondo del reactor. Por otra parte, el líquido y el biogás producido están fluyendo en dirección opuesta, lo cual ayuda a la expansión del lecho.

Este proceso tiene las mismas ventajas que el LF clásico, pero posee también otras características interesantes (Karamanev y Nikolov 1992):

- El lecho se fluidiza más fácilmente, lo que provoca una reducción notable del costo energético.
- La producción de biogás en contracorriente favorece la turbulencia.
- No se requiere un separador sólido/líquido.
- No se requiere un sedimentador.

Los reactores de LFI pueden alcanzar Cva extremas como la de más de 60 kg DQO/m³.d reportada por Alvarado *et al.* (2006), la superficie al suelo para la instalación es reducida. Este proceso ha sido probado al nivel laboratorio con éxito sobre aguas residuales urbanas (Castilla *et al.* 2000), aguas residuales vinícolas (García *et al.* 1998, Michaud *et al.* 2002, Michaud *et al.* 2003) y aguas residuales de cervecería (Houbron *et al.* 2004, Alvarado *et al.* 2010).

✓ Reactor de Lecho Turbulento Inverso

La expansión de un soporte con una densidad específica menor que el líquido, es también posible bajo una corriente ascendente de gas únicamente, dando como resultado una nueva configuración: el lecho turbulento inverso. Las burbujas de gas provocan un movimiento hacia abajo del líquido y expansión aparente del lecho. Este fenómeno (llamado pseudo-fluidización) ha sido ya identificado por varios investigadores (Chern *et al.* 1983; Comte *et al.* 1997). Si la densidad de las partículas permanece más pequeña que la del líquido, pero muy cercana a ésta, la

fluidización puede alcanzarse con sólo un flujo de gas ascendente, contrario al flujo de líquido. Esto tiene aplicación en procesos químicos catalíticos y en biotecnología. Teóricamente, esta clase de reactor podría permitir un control estable de la altura del lecho, ya que las partículas no pueden sedimentar bajo la zona de inyección de gas debido a su densidad (Figura 4.6).

Existen diversos trabajos realizados con reactores de tipo LTI. Muchos de estos han sido desarrollados con la finalidad de determinar las condiciones hidrodinámicas de operación de estos reactores, el estudio del desarrollo y desempeño de la biopelícula, el funcionamiento del reactor empleando diversos soportes, así como el comportamiento de este tipo de reactores bajo diferentes cargas orgánicas y tiempos de residencia hidráulica (Buffière *et al.* 2000, Buffière y Moletta 2000, Michaud *et al.* 2002, Arnaiz *et al.* 2003, Michaud *et al.* 2005, Sánchez *et al.* 2005, Cresson *et al.* 2006, Arnaiz *et al.* 2007, Krishna *et al.* 2007, Shin *et al.* 2007, Creson *et al.* 2008).

Figura 4.7 Reactor de lecho turbulento inverso (Buffière, 2000).

Finalmente al producir tanto biogás en un reactor de tipo LFI, la proporción de gas y líquido en el reactor se modifica considerablemente. A este momento, el recircular el biogás producido permite alcanzar una excelente fluidificación, reduciendo los gastos ligados a la recirculación de líquido. Aunque el gasto energético de recirculación de líquido para la fluidificación del soporte es reducido en el LFI, la recirculación del biogás en el LTI permite mantener el soporte en un estado de turbulencia, conservar las propiedades hidrodinámicas del sistema, reduciendo todavía más el gasto energético.

IV.11.2 Consideraciones para la operación de los reactores de lecho fluidizado

Las estrategias de diseño han sido descritas como sigue: primero considerar las partículas en su estado inicial y diseñar un reactor bifásico estacionario. Después se puede incorporar el efecto del crecimiento de la biopelícula en las variables de operación, lo cual considera condiciones no estacionarias y finalmente incorporar el efecto del biogás producido, lo cual implica un lecho fluidizado trifásico (Viñas 1994).

Los pasos recomendados son:

- Seleccionar el material de soporte y su tamaño.
- Seleccionar la expansión y calcular la velocidad superficial.
- Calcular tamaño de lecho (diámetro y altura) y periferias.
- Evaluar los efectos del crecimiento de la biopelícula.
- Incorporar la producción/liberación de biogás.

Para los pasos 1 a 3, se siguen los procedimientos estandarizados del diseño de reactores de lecho fluidizado. Para incorporar el crecimiento de la biopelícula y efectos del biogás se han realizado experimentos a nivel de laboratorios o plantas piloto. Esto ha sido complementado con la determinación del tiempo de residencia

necesario para la remoción de la materia orgánica del influente a un nivel aceptable de acuerdo a las condiciones de diseño.

A continuación, se presentan los aspectos a considerar para las diferentes variables que intervienen en la operación de los reactores de lecho fluidizado.

IV.11.2.1 Grado de expansión del lecho, hidrodinámica de fluidización

La variable característica de un sistema fluidizado sólido-líquido es la velocidad superficial necesaria para alcanzar de 20% a 40% de expansión. Se da importancia al hecho de que las partículas sólidas están cubiertas por una película de biomasa, la cual, a alta velocidad superficial podría perderse por abrasión, pero muy poca velocidad superficial podría producir adherencia entre las partículas y cambiar las condiciones de fluidización del lecho (Marín *et al.* 1999).

Así, una de las variables más importantes en relación a tomar decisiones correctas acerca del escalamiento de los lechos fluidizados es la expansión, porque ésta establece el tiempo de residencia de materia orgánica en la zona de biocatálisis, y está directamente relacionada con los costos de gasto de energía.

Las bacterias que llevan a cabo la digestión anaerobia de las aguas residuales, se adhieren a las pequeñas partículas fluidizadas, modificando su densidad, tamaño, forma y por lo tanto su desempeño hidrodinámico. Esto implica la necesidad de adecuar la recirculación a la cantidad de microorganismos adheridos a la biopelícula para mantener fija la expansión del lecho (Diez *et al.* 1995).

En estudios con reactores de tipo Lecho Fluidizado a escala laboratorio (Marín, 1997), con una velocidad superficial crítica de 45 m/h, obtuvo un 20% de expansión. El factor de esfericidad usado fue de 0.75 y como propiedad del fluido la temperatura del agua a 37°C.

Diez *et al.* (1994); operaron un reactor de lecho fluidizado con partículas de sepiolita como soporte, con la finalidad de estudiar la influencia del crecimiento de la biopelícula y la producción de biogás sobre el desempeño hidrodinámico. En este estudio se encontró que, aunque la producción de gas transforma al reactor de lecho fluidizado de un reactor de dos fases a un sistema gas-líquido-sólido de tres fases, la formación de una fase gaseosa tuvo poco efecto sobre las condiciones hidrodinámicas, y por lo tanto se puede considerar al lecho como uno semejante a un sistema sólido-líquido de dos fases.

Por otro lado, el desarrollo de la biopelícula (o sea cuando los Sólidos Volátiles Adheridos aumentaron) tuvo un efecto muy importante sobre el desempeño hidrodinámico, por lo que fue necesario reducir la relación de recirculación para mantener una expansión estable. La velocidad superficial necesaria para mantener un 20% de expansión del lecho disminuyó desde 11.5 m/h para partículas sin colonizar hasta 9.0 m/h para una concentración de 20 g/L de sólidos volátiles adheridos. El crecimiento de la biopelícula modifica el comportamiento del reactor, ya que la densidad aparente del soporte cambia y tiende a un valor cercano de uno característico de la de la biomasa.

Durante la operación de un reactor de lecho fluidizado tratando vinazas de una bodega de producción de vino, Buffiere *et al.* (1995); aplicaron un rango de velocidad de fluidificación de 6 a 15 m/h, dependiendo del estado de colonización de las partículas. Con una velocidad de 10 m/h el sistema alcanzó una expansión del 15%. Tres meses después del arranque del sistema, la expansión global del lecho fue cerca del 70%, con la misma velocidad de fluidización. Lo anterior comprobó que una de las mayores consecuencias del proceso de colonización es un incremento en el tamaño de la biopelícula y un cambio de densidad aparente del soporte colonizado, que resulta en una expansión superior del lecho fluidizado por la misma energía consumida (Andrews and Tien 1979, citado por Buffiere *et al.* 1995).

Alvarado (2008); Realizó un estudio empleando reactores de lecho fluidizado inverso y evaluando dos tipos de soporte (Extendsphere y partículas de polietileno triturado de baja densidad con forma irregular). En dicho estudio, realizó pruebas hidrodinámicas variando la velocidad de flujo y concentración de los sólidos con la finalidad de establecer las condiciones de operación. El autor expresó los resultados de las pruebas hidrodinámicas aplicadas al soporte en términos de la expansión relativa, definiéndola como la relación entre la altura del lecho estático y la altura de la columna, H/H_0 . Evaluó varias cantidades soporte de polietileno entre 10% y 30% de relleno del volumen útil. Empleando más de 30% de soporte y velocidades mayores a 3 m/h, se presentó una considerable pérdida de soporte. Para tasa de llenado de 10%, 15%, 20%, 25% y 30%, se observó una expansión mínima a velocidad descendional del líquido menor a 3 m/h, y eso debido a la aglomeración de las partículas causada por el tamaño y la forma irregular de este soporte. A velocidades mayores a 3 m/h la expansión relativa se incrementó considerablemente para todas las tasas de relleno. Para el polietileno triturado, una velocidad de 6 m/h fue necesaria para una adecuada expansión del lecho con un requerimiento de energía mínimo. En este trabajo, un estudio estadístico mostró que tanto el porcentaje de soporte, como la velocidad del líquido, tienen influencia sobre la expansión del lecho, pero este último factor es más significativo.

En el caso del Extendsphere ($\rho = 0.7$ y $\varnothing = 170 \mu\text{m}$), el autor encontró una considerable expansión para todas las velocidades evaluadas, haciéndose más evidente al emplear mayores porcentajes de soporte. Este comportamiento parece estar relacionado con el tamaño, la forma y la disposición del soporte dentro del reactor. Al igual que con el polietileno, los resultados estadísticos mostrados por el autor, indican que la tasa de relleno de soporte tiene un efecto significativo sobre su expansión, pero es menos importante que la velocidad del líquido.

Considerando la velocidad del líquido y la expansión del lecho, una cantidad de soporte igual a 25% del volumen útil, para ambos soportes, pareció ser la adecuada para obtener el mejor contacto entre los microorganismos y el líquido con un menor

costo de energía. Un espacio de seguridad en el fondo del reactor también fue considerado para recuperar y así evitar la pérdida de soporte.

IV.11.2.2 Material de soporte

Uno de los aspectos cruciales del diseño de los reactores de lecho fluidizado anaerobio es el material de diseño. La arena y otros materiales de alta densidad tienen relativamente poca capacidad de absorción, mientras que la arcilla, piedra volcánica y el carbón activado muestran muy alto poder de absorción. La selección del material adecuado del soporte debe considerar varios aspectos, además de aquellos relacionados a la fluidización, las medidas experimentales para escoger el mejor son casi inevitables. Otras consideraciones son el costo del material y las propiedades fisicoquímicas. Las características físicas que deben ser consideradas son tamaño, forma, densidad de la partícula, dureza, rugosidad y área superficial.

Marín (1999) realizó unas experimentaciones empleando una arena de playa como soporte inerte. En estudios previos (Marín *et al.* 1997) evaluó la adherencia de la biomasa, sobre diversos soportes de tamaño de 0.3 a 0.4 mm, como la arena de dunas, piedras volcánicas y material arcilloso; con partículas con una distribución (Alkalay *et al.* 1997, Suárez *et al.* 1997). La porosidad del lecho fue calculada empleando una densidad de la arena de 2.63 g/cm^3 y una densidad del lecho de 1.37 g/cm^3 (medidas en laboratorio), lo que resultó en un valor de porosidad de fluidización mínimo de 0.48.

García *et al.* (1998); al operar un reactor de tipo LFI, empleó un soporte llamado perlita el cual es una arena de roca volcánica expandida. Las perlitas de 0.968 mm presentaron una densidad específica de 280 kg/m^3 y una velocidad mínima de fluidización de 2.3 m/h.

Alvarado *et al.* (2008); emplearon dos tipos de soporte con diferentes características para la operación de reactores de LFI, tratando aguas residuales de cervecería. Uno

de ellos, llamado Extendsphere, está hecho de pequeñas partículas de sílica, con una burbuja de aire en el interior. El otro soporte fue partículas de polietileno triturado de baja densidad con forma irregular. El polietileno presentó forma irregular y cavidades que promovieron el crecimiento de microcolonias y adhesión entre partículas; por otro lado, la forma esférica del Extendsphere promovió un crecimiento uniforme alrededor de la partícula. En este trabajo, el autor concluye que diferentes materiales pueden ser empleados en el reactor de lecho fluidizado, y en el caso particular, las partículas de baja densidad requirieron baja energía de fluidización, pero el Extendsphere presentó una mejor fluidización. Indica además que el tamaño del soporte es un importante parámetro para controlar la densidad aparente cuando la biopelícula crece. Concluye además que el polietileno triturado puede ser empleado para la aplicación de una carga baja (menor a 10g DQO/L·d) y el Extendsphere cuando se requiere una carga más alta. Para las condiciones probadas observó que el Extendsphere presentó un mejor desempeño para la fluidización, colonización y crecimiento de biopelícula. Para ambos, la cantidad óptima de soporte representó un 25% del volumen útil, con una velocidad de expansión menor a 6 m/h. la colonización superficial no excedió el 40% con polietileno, sin embargo alcanzó 100% con Extendsphere. Un espesor óptimo de la biopelícula igual a 65 μm pudo ser observado. Como puede observarse, diversos soportes han sido probados en diversos tipos de reactores LF, LFI y LTI. La Tabla 4.8 muestra diversos ejemplos de soportes empleados en estas tecnologías de biopelícula fija.

IV.11.2.3 Alcalinidad y recirculación

En los reactores de tipo LF, el líquido es usualmente recirculado para conseguir la velocidad de fluidización y la relación usada alcanza generalmente valores moderadamente altos. A altas conversiones anaerobias, donde grandes cantidades de CO_2 son generadas, el efluente tiende a ser alcalino, el cual mezclándose con el influente fresco ayuda al control del pH y su estabilización.

Tabla 4.9 Soportes empleados en reactores de lecho fluidizado y sus características físicas.

Soporte y tipo de reactor empleado	Tamaño	Densidad	Área	Forma	Referencia
Pouzzolane Reactor de lecho fluidizado	380 μm de diámetro	-	-	Granular	Buffière <i>et al.</i> (1995).
Sepiolita (Arcilla) Reactor de lecho fluidizado	No uniforme debido a su naturaleza	1440 Kg/m ³	-	Fibrosa, rugosa y porosa.	Diez <i>et al.</i> (1995).
Perlita (roca volcánica expandida) Reactor de lecho fluidizado inverso.	0.968 mm de diámetro promedio	213 Kg/m ³	6980 m ² /m ³ (Área específica)	Irregular Superficie rugosa	García (1998).
SIRAN Perlas de vidrio Lecho fluidizado	0.15 cm	1893 g/L	87,000 m ² /m ³	Perlas de vidrio porosas	Pérez <i>et al.</i> (1998).
Tubos de plástico corrugado Lecho fluidizado.	1.6 cm de diámetro, 1.6 cm de altura	1161.4 g/L	450 m ² /m ³	Tubos corrugados	Pérez <i>et al.</i> (1998).
Arena de mar Reactor de lecho fluidizado anaerobio.	0.4 mm	1.37 g/cm ³	-	Irregular	Marín <i>et al.</i> (1999).
Esferas-Omega Minerales Omega (Sílice y alúmina). Reactor de lecho turbulento inverso.	172 μm de diámetro	696 g/L	24.08 m ² /L de soporte	Esférica	Cresson <i>et al.</i> (2006).
Extendsphere. Reactor de lecho fluidizado Inverso, Reactor de lecho turbulento inverso.	169 μm de diámetro promedio	0.690 Kg/m ³	20,000m ² /m ³ Área superficial específica	Esférica	Buffière y Moletta (2000). Michaud <i>et al.</i> (2002). Arnaiz <i>et al.</i> (2003). Michaud <i>et al.</i> (2005) Sánchez <i>et al.</i> (2005). Arnaiz <i>et al.</i> (2007). Alvarado <i>et al.</i> (2008).
Polietileno	4 mm	877 Kg/m ³		Esferas	Shin <i>et al.</i> (2007)
Polipropileno	4 mm	966.6 Kg/m ³		esferas	Shin <i>et al.</i> (2007)
Partículas de polietileno triturado de baja densidad Reactor de lecho fluidizado inverso.	360 μm de diámetro promedio	0.93 g/cm ³	0.0166 m ² /g	Irregular	Alvarado (2008, 2010).

IV.11.2.4 Rendimiento de sólidos biológicos

Uno de los principales problemas encontrados en la tecnología de LF es el crecimiento permanente de biomasa sobre las partículas y al desprendimiento constante por erosión y abrasión. Debido a la gran fuerza de resistencia (arrastre) generada entre el líquido y las partículas, es posible que algunas veces grandes cantidades de biomasa adherida sean transportadas fuera del reactor.

Este fenómeno disminuye considerablemente el rendimiento global del proceso y algunas veces puede hasta desestabilizar su operación o causar lavado. Algunos reactores incluyen un soporte externo, el cual sirve al mismo tiempo como filtro o trampa de partículas. Otros sistemas limpian las partículas de soporte y son recirculadas, con el propósito de mantener un control total sobre las condiciones de fluidización (Marín *et al.* 1997).

El proceso natural de acumulación de biomasa puede provocar importantes cambios en las partículas del reactor de tipo LFI: El crecimiento de biopelícula sobre la superficie incrementa el diámetro de las partículas. Además, incrementa la densidad específica de las partículas, debido a que la densidad de la biopelícula húmeda es mayor que la densidad específica del soporte. De este modo, hay un incremento de la expansión del lecho por una misma velocidad de fluidización. Este fenómeno ha sido considerado en orden a controlar la expansión del lecho y la carga orgánica en los procesos de digestión anaerobia (García *et al.* 1997).

En un estudio encaminado a determinar la influencia de la acumulación de biomasa sobre las características de expansión del lecho de un reactor LFI, García *et al.* (1997) reportó la estratificación del lecho con el tiempo. Sobre los soportes ubicados en las partes superiores de un reactor de tipo LF, la concentración en sólidos adheridos fue siempre menor que la observada sobre los soportes de los niveles inferiores del lecho. Las partículas con biopelícula más gruesa fueron encontradas en los niveles más bajos del reactor, debido a que la velocidad de movimiento de

las partículas disminuyó de acuerdo a la biopelícula acumulada. De acuerdo a Al-Diboumi y Garside (1979, citado por García *et al.* 1997); la dispersión de las partículas en un lecho fluidizado está influenciada por varios parámetros: la porosidad total, la velocidad superficial del líquido, el tamaño de la partícula, la densidad y la forma.

En relación a la expansión del lecho a los diferentes espesores de biopelículas, García *et al.* (1997), encontró también que las partículas no cubiertas por biopelícula presentaron la menor expansión del lecho. A la misma velocidad superficial de líquido, la expansión del lecho se incrementó a medida que aumentó el espesor de la biopelícula, debido a dos razones: 1) la acumulación de la biopelícula lo cual impacta el diámetro de la partícula. 2) la velocidad terminal de las partículas disminuye conforme aumenta la densidad aparente de las partículas (la diferencia entre la densidad específica del líquido y la densidad específica del sólido llega a ser muy pequeña).

Esto significa que el crecimiento de la biopelícula puede provocar una gran expansión del lecho a la misma velocidad de fluidización inicial (Hermanoviez y Ganezarezyk 1983, Ngian y Martín 1980; Ro y Neethiling 1994, Setiadi 1995, citados por García *et al.* 1997).

Durante la operación de dos reactores de lecho fluidizado inverso y empleando partículas de polietileno de baja densidad y Extendsphere como soporte, Alvarado (2008); encontró que en ambos reactores una alimentación continua promovió el desarrollo de la biopelícula y limitó el crecimiento de las células suspendidas debido a la reducción de del TRH, el cual forzó a las bacterias a fijarse sobre el soporte y lavó a las bacterias suspendidas. Al emplear partículas de polietileno, se observó la sedimentación del soporte colonizado. Esto fue generado por el cambio en la densidad aparente del soporte colonizado. La densidad aparente del soporte, en este estudio, alcanzó casi un valor de 1 cuando el espesor de la biopelícula aumentó. Así, para polietileno triturado, un espesor mayor a 80 μm provocó su

sedimentación. Incluso, aunque no se observó una completa colonización superficial sobre el soporte de polietileno, ocurrió una aglomeración de partículas y cambió su densidad provocando la sedimentación. Para el Extendsphere, la baja densidad de 0.7g/ml permitió un espesor de biopelícula mayor a 260 μm sin pérdida de soporte por sedimentación.

IV.11.2.5 Efecto del biogás producido sobre la expansión del lecho

En relación al efecto de la generación del biogás sobre la expansión del lecho, García *et al.* (1998), indica que no se presentó una influencia significativa de la producción de biogás en la expansión del lecho, asumiendo que esto puede ser relacionado al hecho de que Cargas volumétricas desde 3.27 hasta 5.75 $\text{Kg}/\text{m}^3\cdot\text{d}$ y velocidades de producción de biogás desde 0.41 hasta 7.72 $\text{L}/\text{L}\cdot\text{d}$, no fueron lo suficientemente grandes para alterar la hidrodinámica del lecho.

En este trabajo, García calcula la velocidad ascensional del biogás como la producción de biogás dividida por el área transversal del reactor. Dado que la velocidad superficial del gas varió entre 0.004 y 0.077 m/h , ésta puede ser ignorada cuando se compara con la velocidad de líquido, 8.64 m/h .

Diversos investigadores (Diez *et al.* 1995, Hermanovicz y Ganezarezyk 1983, Ngian y Martín 1980, Setiadi 1995; citados por García *et al.* 1997); han estudiado la influencia de la velocidad del líquido sobre la expansión del lecho en reactores de lecho fluidizado ascendente anaerobios/anóxicos. Ninguno de ellos ha reportado alguna influencia del biogás sobre las características de expansión del lecho. Sin embargo, la generación de biogás podría provocar algunos problemas a mayores velocidades de producción o en reactores mucho más grandes. La expansión del lecho es un parámetro muy importante a controlar en los reactores de lecho fluidizado anaerobio, porque la carga y el tiempo de residencia hidráulica, pueden ser calculados con el volumen de lecho expandido.

Diez *et al.* 1999, en un trabajo encaminado a determinar la influencia de la producción de gas sobre el desempeño hidrodinámico de un reactor de lecho fluidizado, consideran que el biogás retenido por la biopelícula es despreciable, y que las propiedades físicas de las biopartículas son las mismas con y sin producción de gas. Por lo cual el efecto del biogás sobre el desempeño hidrodinámico puede ser analizado por los resultados experimentales. En un reactor de 0.19 m de diámetro interno y 2.0 m de altura, operado a carga orgánica volumétrica entre 2 y 35 g DQO/L·d, TRH entre 18 y 5 horas y velocidades de 11.5 a 9.0 m/h, los autores encontraron que la fase gaseosa apenas modifica la expansión del lecho fluidizado de dos fases.

IV.11.2.6 Temperatura

Todos los sistemas de Lecho Fluidizado Inverso conocidos operan a temperaturas mesofílicas o submesofílicas. Sin embargo, estudios en condiciones psicrófilas han reportado también resultados aceptables. La presencia del soporte sólido y las partículas de tamaño pequeño, proporcionan de alguna manera estabilización térmica para menores cambios de temperatura en el influente, proporcionando una buena conductividad (Marín *et al.* 1999).

Pérez *et al.* (1999), operaron un reactor LF tratando aguas residuales de destilería (vinazas de vino) a una temperatura de 55°C. En este estudio, la Carga Orgánica Volumétrica máxima empleada fue de 32 KgDQO/m³·d, alcanzando una eficiencia máxima de remoción de 97%. Los autores asumen que la eficiencia del sistema se debe, fundamentalmente, a que esta tecnología favorece el contacto entre el sustrato y los microorganismos. Además consideran que esta tecnología está especialmente disponible para el tratamiento de desechos peligrosos con compuestos recalcitrantes.

IV.11.2.7 Concentración de sólidos en el influente

Los reactores anaerobios de lecho fluidizado han sido usados para tratar todo tipo de aguas residuales, desde residuales (urbanas) hasta aguas residuales de plantas cerveceras y de ingenios azucareros (altas cargas). El efecto debido a la recirculación y las excelentes condiciones de transferencia de masa de estos reactores, permiten esta amplia cobertura, y concentraciones desde 100 mg DQO/L a 2000 mg DQO/L han sido procesadas sin problema. La entrada o precipitación de una cierta cantidad de sólidos dentro del reactor no afecta el rendimiento global, cuando el lecho expande más para sujetar sólidos extras. Usualmente estos sólidos no adheridos promueven la formación de lodo granular y sirven como amortiguador inorgánico. Algunas veces estos redisuelven o regulan la degradación, pero cuando se incrementan pueden afectar adversamente la hidrodinámica del lecho (Marín *et al.* 1999).

IV.11.2.8 Carga orgánica y TRH

Los reactores anaerobios de lecho fluidizado, han sido operados con diferentes aguas residuales y un amplio rango de valores de velocidad de carga orgánica (OLR) desde pocos hasta muchos Kg DQO/m³.d, tanto como 150-180 [kg DQO/m³.d]. Plantas industriales han sido operadas a menores velocidades que plantas piloto, no sobrepasando 30 a 60 [kg DQO/m³.d]. Se han encontrado valores confusos en la literatura, porque algunos autores usan el volumen entero del reactor y otros sólo el lecho expandido (Marín *et al.* 1999).

Buffière *et al.* (1995), operaron un reactor de lecho fluidizado anaerobio aplicando diferentes Cargas Orgánicas Volumétricas y empleando como sustrato vinazas de producción de vino. A Cargas orgánicas inferiores a 30 kg DQO/m³.d, la eficiencia de remoción se mantuvo alrededor del 90%. Con valores arriba de 30 kg DQO/m³.d, la eficiencia de remoción disminuyó hasta un 70%. Bajo estas condiciones,

observaron que la capacidad de conversión permaneció constante cuando el TRH fue reducido hasta 0.5 días. Debajo de este valor, el porcentaje de conversión disminuyó, indicando una fuerte dependencia de este parámetro al TRH. Por otro lado, la eficiencia de remoción del 90% no se incrementó cuando el TRH fue superior a 4 días. Estos resultados indicaron que el carbono orgánico total remanente no fue biodegradable con este sistema.

En un reactor de lecho fluidizado anaerobio termofílico (a escala laboratorio), tratando aguas residuales de una destilería de vino, Pérez *et al.*, (1999); aplicaron diversas cargas orgánicas. Inicialmente el reactor fue operado con una carga de 5.88 Kg DQO/m³.d y un THR de 2.5 días. Bajo estas condiciones, la eficiencia de remoción fue de 96.5%. Al incrementar la carga orgánica a 32 Kg DQO/m³.d la eficiencia de remoción de la DQO se redujo a 81.5%. Un incremento hasta 40.5 Kg DQO/m³.d provocó un mal funcionamiento del sistema y causó una repentina disminución de la eficiencia de remoción y detuvo la producción de biogás.

García *et al.* (1998); en un reactor LFI, tratando aguas residuales de producción de vino, alcanzó eficiencias de remoción entre 75% y 95% a una Carga Orgánica de 17 Kg DQO/m³.d en un TRH de 0.35 días. Marín *et al.* (1999) operaron un reactor de lecho fluidizado alimentado con una solución sintética. El sistema alcanzó una eficiencia de remoción de DQO superior a 85% y 92 % para Cargas Orgánicas de 3.4 y 1.04 Kg DQO/m³.d respectivamente.

Arnaiz *et al.* (2003) operaron un reactor LFI para tratar aguas residuales de lecherías. El reactor consistió en una sección tubular de 0.08 m de diámetro interno y 1 m de altura, llenado al 40% de su volumen útil con el soporte Extendsphere. Durante el arranque del reactor, la carga fue mantenida aproximadamente en 0.5 Kg DQO/m³.d, con un tiempo de residencia hidráulica de 63.6 días, y después del día 16, la carga fue incrementada a 0.9 Kg DQO/m³.d, reduciendo así el TRH. A una semana de mantener una concentración constante en AGV's, la Carga Orgánica fue incrementada a 1.5 Kg DQO/m³.d para el día 23, con un tiempo de residencia

hidráulica de 21.2 días. El porcentaje de remoción de DQO fue de 98%. A partir del día 33 hasta el 147, la Carga Orgánica pudo ser incrementada desde 3.0 Kg DQO/m³.d (Con un TRH de 9.9 días), hasta 8.0 Kg DQO/m³.d (3.7 días de TRH). La remoción de DQO en este periodo fue mayor a 95%, mientras que el promedio de concentración de AGV's fue 1.8 g/L. Después de incrementar la Carga Orgánica hasta 10.1 Kg DQO/m³.d (Con un TRH de 3.0 días) la concentración de AGV's se incrementó hasta 7.2 g/L. Desde el día 148, hasta el final del estudio, se presentó un periodo de desestabilización, con cambios abruptos en la concentración de AGV's, a pesar del decremento en la carga orgánica hasta 8.0 Kg DQO/m³.d (3.7 días de TRH). También la eficiencia fue afectada, la remoción disminuyó hasta 75%. La mayor producción de biogás ocurrió entre los días 108 y 145 a una Carga Orgánica de 8.0 Kg DQO/m³.d. El contenido de CH₄ en la fase gaseosa fue de 60.2% (5.3m³/m³.d).

En dos reactores de lecho fluidizado inverso, Alvarado, (2008); trató aguas residuales de cervecería a diferentes cargas orgánicas. Los dispositivos experimentales consistieron en dos columnas de acrílico con una altura de 1.37 m y un diámetro interno de 4.48 cm, con un volumen de trabajo de 1.9 L. Los soportes empleados fueron Extendsphere y partículas de polietileno triturado de baja densidad. La operación en continuo del reactor con polietileno fue iniciada con una carga orgánica de 0.5 g DQO/L.d, manteniéndolo así por un periodo de 31 días. Durante esta etapa el reactor presentó una óptima operación con un promedio de remoción de DQO mayor al 85%. Posteriormente, la carga fue incrementada hasta alcanzar un valor de 10 g DQO/L.d en 160 días. Primero la carga fue aumentada alrededor de 30%, y para probar la resistencia de la biopelícula y su capacidad, el aumento alcanzó porcentajes de 50% y 100%. La operación del reactor fue estable con una remoción de la DQO entre 80% y 90% en todas las etapas. Cuando la carga fue mantenida en 10 g DQO/L.d, las partículas presentaron tendencia a adherirse unas a otras, formando conglomerados que les hacía sedimentar fácilmente. Esta situación fue más evidente después del día 160, cuando todas las partículas quedaron depositadas en la trampa de sólidos y la operación del reactor fue

suspendida. De forma similar al reactor con polietileno, en el reactor con Extendsphere, un incremento de la carga orgánica fue realizado de forma gradual. Estos cambios fueron hechos en periodos cortos de tiempo y con fuertes incrementos con la finalidad de evaluar el desempeño del reactor y la estabilidad de la biopelícula. Un periodo de 10 días fue requerido para alcanzar una eficiencia de remoción mayor a 90%. Esta excelente remoción fue mantenida hasta Cargas Orgánicas de 70 g DQO/L·d, sin excesiva producción de sólidos suspendidos (79.5 mg SSV/L en promedio cuando la carga estuvo entre 10 y 70 g DQO/L·d). Después de cada incremento de carga orgánica (más del 100%) se presentó una ligera disminución de la eficiencia de remoción de DQO durante un periodo corto de dos o tres días, acoplada a un temporal decremento del rendimiento de metano, lo cual es un indicativo de la producción de biomasa. Estos cambios fueron considerados como un periodo de estabilización del sistema, el cual no excedió a tres días. Cuando la carga fue mantenida a 70 g DQO/L·d, durante doce días, se produjo un significativo incremento en la producción de biomasa. Bajo estas condiciones de operación extremas, las partículas de soporte se aglomeraron. Esta aglomeración estuvo formada por más de 100 partículas de soporte con un diámetro externo global de 2 mm, pero la operación continuó sin pérdida del Extendsphere. Después del día 139, la Carga Orgánica fue reducida a 30 g DQO/L·d, con la finalidad de establecer una condición de operación estable para el sistema. El autor concluye que el reactor LFI con Extendsphere, tuvo capacidad para soportar una carga de 70 g DQO/L·d, con una remoción mayor al 90%, mostrando así, una excelente estabilidad cuando le fue aplicada una sobrecarga. La condición de operación en estado estable fue obtenida con una carga orgánica de 30 g DQO/L·d con una excelente distribución del agua residual y sin estrés hidrodinámico generado por el flujo de entrada.

Por otro lado, los reactores de lecho turbulento inverso también han sido operados para investigar su desempeño a diferentes cargas orgánicas, tratando aguas residuales de producción de vino. Se han evaluado Cargas Orgánicas desde 0.5 Kg DQO/m³·d hasta 30 Kg DQO/m³·d, con variaciones en los tiempos de residencia (1

a 6 días). En todos los casos, se han alcanzado eficiencias de remoción aproximadas a 90% sin que los reactores muestren una desestabilización (Buffière *et al.* 2000, Buffière y Moletta 2000, Michaud *et al.* 2002, Michaud *et al.* 2005, Cresson *et al.* 2006, Arnaiz *et al.* 2007, Creson *et al.* 2008).

IV.11.2.9 Monitoreo de crecimiento de biopelícula y rendimiento del biogás

De todas las fases para operar un proceso de tratamiento de aguas residuales de lecho fijo anaerobio, el arranque representa el más largo y más importante paso, pero también el menos entendido y por lo tanto el periodo más difícil de controlar. Sin embargo, esto determina el diseño y la estabilidad del reactor. Se han reportado periodos de arranque entre 2 y 9 meses (Lauwers 1990). El periodo de arranque de una biopelícula puede ser visto como “el tiempo necesario para la selección y justo arreglo de la más apropiada variedad de bacterias de un consorcio en donde están relacionadas unas a otras de acuerdo al sustrato” (Heppner 1992).

La complejidad y diversidad de los fenómenos que ocurren durante el establecimiento de un consorcio anaerobio han retardado el entendimiento y consecuentemente el propio control de esta fase. Hasta hoy, el conocimiento acerca de las primeras etapas de la colonización permanece impreciso.

En la operación de los reactores de lecho fluidizado, el crecimiento de la biopelícula ha sido comúnmente monitoreado con el empleo de técnicas que permiten determinar la concentración de sólidos volátiles adheridos al soporte empleado (Buffiere *et al.* 1995, Diez *et al.* 1995, García 1997; García *et al.* 1998, Pérez *et al.* 1999, Michaud *et al.* 2002, Arnaiz *et al.* 2003, Michaud *et al.* 2005, Cresson *et al.* 2008, Alvarado 2008).

Por otro lado, también las técnicas basadas en microscopía han sido empleadas para medir la biomasa adherida al soporte. Alvarado (2008), durante la operación de un reactor de lecho fluidizado inverso, determinó el porcentaje de soporte

cubierto por biomasa, empleando un software (Scion Image 4.03, Scion Corp. Frederick, MD, USA) para el análisis de una imagen obtenida con un microscopio Intel Play™ QX3.

De esta forma, los métodos usados comúnmente para medir la biomasa fija son la determinación de pesos seco y húmedo, contenido de proteínas y polisacáridos, contenido de fosfolípidos y exámenes microscópicos. Todas estas técnicas analíticas consumen demasiado tiempo para ser utilizadas como indicador en tiempo real. Por otra parte, estas técnicas caracterizan la biopelícula para un simple parámetro, tal como la cantidad de materia orgánica o células y el espesor de la biopelícula, pero nunca en términos de la actividad biológica de los ecosistemas anaerobios. Además, la información obtenida no permite identificar la dinámica de las etapas importantes (Michaud 2003). Trulear y Characklis (1982), indican que el proceso de colonización ocurre en tres fases consecutivas: fase lag (fijación celular primaria), producción de biopelícula (acumulación de bacterias con producción de una matriz de biopolímeros) y una fase de estado estable (establecimiento de una biopelícula madura).

El rendimiento de metano, definido como la cantidad de metano producido para una cantidad dada de materia orgánica removida, es el resultado de la actividad del consorcio anaerobio de bacterias. Esto es constante durante condiciones de estado estable para un sustrato de carbono dado en condiciones de respiración anaerobia (por ejemplo catabolismo) y depende de la fracción de materia biodegradable (Borja 1994), y de la naturaleza de los compuestos (van der Berg 1986). Esto es, el valor del rendimiento de metano, el cual es constante cuando el ecosistema anaerobio usa carbono para crecer y mantenerse solamente.

Teóricamente el valor del rendimiento de metano a 30 °C de un consorcio anaerobio es 0.389 LCH₄/g DQO_{removida} (Jennet 1975, Citado por Michaud 2002). Alcanzando este valor podría considerarse que todo el carbono puede ser utilizado por la biopelícula para la respiración anaerobia, creciendo y manteniéndose solamente.

Diversos investigadores han medido este parámetro para reactores de biopelícula bajo condiciones estables, y ellos han obtenido diferentes resultados, dependiendo del sustrato y de las condiciones de operación. Algunos valores reportados por la literatura son: 0.3251 $\text{LCH}_4/\text{g DQO}_{\text{removida}}$, con aguas residuales de elaboración de refrescos (Borja 1994), 0.285, 0.31, 0.36 $\text{LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removida}}$ con agua residual de destilería bajo varias condiciones (Borja 1994, Balaguer 1997), 0.381 $\text{CH}_4/\text{gDQOrem}$ con un medio sintético basado en un extracto de carne comercial (Bull, 1983) y 0.361 $\text{CH}_4/\text{gDQOrem}$ con acetato como fuente de carbono (Hsu, 1993).

Durante el periodo de arranque de un sistema de biopelícula, las bacterias emplean algo de carbono para construir la matriz inicial de biopolímeros (por ejemplo en el anabolismo), reduciendo, por lo tanto, el rendimiento de metano (Figura 4.6).

Figura 4.8 Representación esquemática de las diferentes vías de remoción de carbono orgánico en un reactor de biopelícula.

Después del periodo de arranque y en condiciones estables, aunque la producción de exopolímeros ocurra todavía para compensar la pérdida de biopelícula como un resultado del desprendimiento (especialmente en los sistemas de lecho fluidizado), el carbono es principalmente convertido a biogás y el rendimiento de metano es cercano al valor teórico. Por lo tanto, el rendimiento de metano podría reflejar las fases de la formación de la biopelícula anaerobia (Michaud 2002).

Al operar reactores LFI Michaud *et al.* (2002, 2005); concluyen que durante el arranque de este sistema anaerobio el rendimiento de metano, permitió distinguir diferentes fases de la dinámica de desarrollo de la biopelícula. La identificación de estas fases puede conducir a estudios de optimización dirigidos a reducir el periodo de tiempo asociado con cada una de las fases de colonización microbiana del soporte (fijación, crecimiento de la biopelícula, maduración). Así mismo, el rendimiento de metano parece ser un parámetro representativo para el monitoreo del proceso sin muestreo de biomasa en el reactor. Por otro lado, el rendimiento de metano es referido a la DQO removida, y no puede ser empleado como un indicador del desempeño del reactor anaerobio. Esto es una propiedad intrínseca del proceso (Buffiere 2000), cuyas variaciones reflejan perturbaciones entre el balance de los flujos del anabolismo (producción de biopelícula) y catabolismo (producción de metano). Cada decremento del rendimiento de metano puede ser visto como una respuesta al estrés fisiológico de la biomasa, observado cuando las bacterias entran en contacto con el soporte, o en periodos de sobrecarga orgánica. Por lo tanto, el rendimiento de metano como un indicador, podría proporcionar información sobre la dinámica del desarrollo de la biopelícula durante el arranque y posteriores perturbaciones durante la operación del reactor.

CAPÍTULO V. OBJETIVOS DEFINITIVOS

De la revisión bibliográfica realizada en el capítulo anterior, se derivan una serie de conocimientos que permiten relacionar la problemática en estudio con las bases teóricas existentes.

Así, puede ubicarse a la planta productora de alcohol etílico, como una empresa que al igual que muchas otras, presenta los mismos problemas relacionados con la generación, tratamiento y disposición de los efluentes generados en su proceso de producción.

En este contexto, la investigación bibliográfica permite obtener la información necesaria para dar respuesta al objetivo previo que plantea el conocimiento de las características de la materia prima empleada en el proceso de producción de alcohol, así como la influencia que ésta tiene en el alcohol producido y la composición de las aguas residuales generadas en el proceso de producción del etanol.

Por otro lado, durante la investigación bibliográfica es posible conocer con detalle los principios del proceso de fermentación alcohólica, fundamento del proceso de producción del etanol, que de forma convencional desarrollan las destiladoras. Así mismo, esta investigación bibliográfica cumple con el objetivo de conocer, de forma general, cuáles son las operaciones unitarias de la producción de etanol. Sin embargo, es necesario investigar en particular el proceso de producción del alcohol en la planta en estudio, para identificar las operaciones generadoras de efluentes contaminantes.

Al llevar a cabo la investigación bibliográfica, producto de la revisión de diferentes artículos en donde se publican trabajos sobre caracterización de vinazas, se logra identificar cuál es la composición típica de estos efluentes. Sin embargo, es

importante llevar a cabo una caracterización de los efluentes en estudio para conocer sus características particulares.

El conocimiento de las alternativas de usos y reducción de volumen de las vinazas generadas en la producción de alcohol etílico, planteado como un objetivo inicial, se cumple al realizar la investigación bibliográfica. La información recabada muestra algunas acciones adoptadas por algunas destiladoras de alcohol con el objetivo de reducir los volúmenes de estos efluentes.

Aun cuando se logra conocer con la investigación bibliográfica las tendencias de las destiladoras para tratar y reducir sus efluentes, no se encuentran respuestas para el tratamiento preciso de vinazas crudas generadas en los procesos de producción de etanol.

El estado del arte de la aplicación de procesos anaerobios para el tratamiento de efluentes de alta carga, característica particular de las vinazas, permite suponer que esta tecnología es un proceso viable para su tratamiento. La investigación realizada sobre las ventajas que ofrecen los reactores de lecho fluidizado inverso, y las experiencias exitosas de tratamiento de efluentes de alta carga, hacen pensar que en particular, son una alternativa para el tratamiento de las vinazas. Se asume que una investigación de la biodegradabilidad anaerobia de las vinazas en estudio, previa al tratamiento en un reactor de lecho fluidizado anaerobio, permitirá tener una mejor perspectiva de la eficiencia del tratamiento.

Lo anterior permite una generación de ideas que aterrizan en objetivos tendientes a realizar una revisión profunda de los efluentes generados en la planta productora de alcohol, sus características, el estudio de su biodegradabilidad y el planteamiento de un tratamiento anaerobio que ofrezca ventajas de alto rendimiento y bajo costo.

De esta manera, surgen los siguientes objetivos definitivos:

OBJETIVO GENERAL:

- Definir las condiciones óptimas de operación de un reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) a nivel laboratorio, para el tratamiento de las vinazas generadas en el proceso de producción de etanol.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- Conocer y realizar un análisis del proceso de producción de etanol en la alcoholera en estudio para identificar las operaciones del mismo en donde se generan efluentes residuales.
- Llevar a cabo una caracterización de las vinazas generadas en la planta productora de etanol en estudio
- Determinar el porcentaje de biodegradabilidad anaerobia de las vinazas generadas en la producción de alcohol etílico.
- Arrancar y estabilizar el reactor LFI.
- Seguir la colonización del soporte del reactor, usando el rendimiento de metano y observaciones microscópicas como parámetros de monitoreo del desarrollo de la biopelícula anaerobia.
- Analizar el impacto del incremento de la Carga Orgánica Volumétrica.
- Optimizar la operación del reactor LFI considerando las variables de Carga Orgánica Volumétrica y Tiempo de Residencia Hidráulica.

CAPÍTULO VI. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

Durante el desarrollo del presente trabajo, la caracterización del agua residual en estudio (vinazas), las pruebas de biodegradabilidad anaerobia de vinazas y ensayos en el Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI), se llevaron a cabo en el Laboratorio de Investigación, Gestión y Control Ambiental de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Veracruzana, en la Ciudad de Orizaba, Veracruz, México.

Las técnicas empleadas en la caracterización y en el seguimiento de los ensayos, fueron evaluadas por el personal del laboratorio y autorizadas por el responsable del mismo, basándose dichas técnicas, en los Métodos Estandarizados para el Análisis de Aguas y Aguas Residuales (APHA 1995). Estas técnicas analíticas se describen al final de este capítulo. Así mismo, los materiales y equipos utilizados pertenecen al laboratorio ya mencionado.

Los recursos para el desarrollo del proyecto fueron gestionados por el director del mismo, dentro del contexto del proyecto Fondo Mixto del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACYT- Gobierno del Estado de Veracruz. Proyecto 41752. A quien se agradece el apoyo brindado.

Así, la metodología seguida se desarrolla en las siguientes etapas:

VI.1 ANALISIS DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ETANOL EN LA ALCOHOLERA GENERADORA DE LA VINAZA EN ESTUDIO

La empresa alcoholera generadora del agua residual en estudio, está ubicada en el centro del estado de Veracruz, México en las coordenadas 19°00'54.6"N y

97°01'26.7''W (Figura 6.1). Es bien sabido que el proceso de producción de etanol no es exactamente igual en todas las industrias dedicadas su obtención, sin embargo, de manera general comprende las mismas operaciones unitarias.

Fig. 6.1 Empresa productora de etanol generadora del agua residual en estudio.

Diversos estudios encaminados a determinar las características de los efluentes provenientes de la producción de etanol, indican que la composición de los mismos está en función del proceso de producción, así como del sustrato empleado en la fermentación. De acuerdo a esto, en este trabajo de investigación se consideró importante conocer el proceso de producción generador del efluente que sería caracterizado, evaluado para determinar su biodegradabilidad anaerobia y posteriormente tratado en el Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI).

De esta forma, se llevó a cabo un reconocimiento general las operaciones unitarias comprendidas en el proceso de elaboración del etanol, haciendo énfasis en determinar el tipo de efluentes generados.

VI.2 CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL EN ESTUDIO

Durante el desarrollo de este trabajo se llevaron a cabo muestreos simples, así como caracterizaciones continuas del efluente en estudio. El agua residual generada en el proceso está conformada por efluentes de diferentes operaciones unitarias. En la operación de destilación se generan las vinazas, provenientes de la torre destrozadora, así como un efluente llamado flemas de destilación, derivado de la torre rectificadora. El agua residual contiene además, agua de lavado de los tanques de preparación del mosto y agua de lavado de los tanques de fermentación. El muestreo se realizó directamente en el punto de descarga del agua residual hacia una laguna de enfriamiento (Figura 6.2 y 6.3).

Fig. 6.2 Punto de descarga de las vinazas en la planta alcoholera.

Fig. 6.3 Punto de muestreo de las vinazas en la planta alcoholera.

La caracterización se llevó a cabo de acuerdo a técnicas analíticas de los Métodos Estandarizados para el Análisis de Aguas y Aguas Residuales (APHA19th edición 1995). Diversos parámetros fueron evaluados, incluyendo DBO₅ (Demanda Bioquímica de Oxígeno, midiendo oxígeno disuelto con oxímetro); DQO total y soluble (método de reflujo cerrado, espectofotométrico); STT, STV, SST, SSV (sólidos en todas sus formas, método gravimétrico); pH (método electrométrico); conductividad (determinación de la conductividad electrolítica); NTK, N-NH₄ y Nitrógeno Orgánico (Determinación de Nitrógeno Total Kjeldahl); fosfatos (determinación de fósforo total, método de cloruro estañoso) y sulfatos (método espectofotométrico de cloruro de bario).

VI.3 PRUEBAS DE BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA DE VINAZA

Como se ha mencionado ya, antes de aplicar algún tratamiento biológico a un determinado efluente, se debe contar con información confiable acerca de su biodegradabilidad, ya que ésta permite definir el alcance de su tratamiento biológico.

De acuerdo a lo anterior, se llevó a cabo la evaluación de la biodegradabilidad anaerobia de las vinazas antes de tratar este efluente en el Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio.

La evaluación consideró la caracterización de las vinazas en estudio, la determinación de la Actividad Metanogénica Específica de los lodos empleados y la prueba de biodegradabilidad anaerobia, tal como se describe a continuación.

VI.3.1 Caracterización de la vinaza

La vinaza fue caracterizada, midiendo los parámetros de pH, temperatura, conductividad, oxígeno disuelto, DBO₅, DQO_T, DQO_S, ST, STV, SST, SSV, NTK, nitrógeno orgánico, nitrógeno amoniacal, fósforo y sulfatos. Todos los anteriores parámetros fueron analizados con base en las técnicas analíticas de los Métodos Estandarizados para el Análisis de Aguas y Aguas Residuales (19th APHA edición, 1995).

VI.3.2 Caracterización de los lodos empleados en la prueba de biodegradabilidad

Los lodos empleados en este ensayo, se obtuvieron de un reactor anaerobio de una planta de tratamiento de aguas residuales, cuyo influente es una mezcla de agua residual urbana e industrial (proveniente de diversas industrias: cervecera, papelera, de alimentos, de curtido). En los lodos se cuantificaron los SST, SSV y se determinó la Actividad Metanogénica Específica (AME).

Para la determinación de la AME, los lodos fueron sedimentados y lavados, con la finalidad de eliminar de éstos cualquier forma de sustrato presente, proveniente del reactor del cual fueron obtenidos. El lavado se realiza primero dos veces con agua destilada, y por último con solución de nutrientes.

Se pesó una cantidad de lodos en diversos tubos para centrífuga, poniendo lodo fresco en cada uno de ellos y se centrifugaron por un tiempo de 15 min, a 6000

r.p.m., una vez centrifugados, se eliminó el sobrenadante y se pesó el lodo necesario para cada uno de los ensayos, es decir, para cada reactor.

En la determinación de la AME de los lodos empleados en la prueba de biodegradabilidad, se consideró lo citado por van Lier (2011), quien indica que la AME debe ser medida con acetato y no con agua residual. En este caso, se empleó como sustrato una mezcla de ácidos grasos volátiles, AGV's (acetato de sodio, propionato de sodio y butirato de sodio).

Las pruebas se llevaron a cabo empleando tres reactores de dos litros, con un volumen útil de 1.5 L, un reactor más se utilizó como blanco. El llenado de los reactores se realizó de uno en uno y de acuerdo a los siguientes pasos:

- a) Se agregó al reactor la cantidad de lodos calculada (Tabla 6.1).
- b) Se alimentó la cantidad de sustrato correspondiente a cada reactor, tal como se muestra en la Tabla 6.1.
- c) Se introdujo dentro de cada reactor el agua de nutrientes, compuesta por KH_2PO_4 , $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, NH_4Cl , CaCl_2 , MgCl_2 y FeSO_4 ajustando al volumen útil.
- d) Después de la alimentación se midió y ajustó el pH en cada uno de los reactores, empleando una solución de NaOH 3N.
- e) Se burbujeó nitrógeno gas con la finalidad de eliminar el oxígeno presente dentro de los reactores. Esto se realizó durante un periodo de tiempo de 3 min.
- f) Después de burbujear el nitrógeno al reactor, se tomó una muestra para la determinación de los parámetros experimentales iniciales (DQO_{sol} , SST, SSV) y poder calcular la relación So/Xo y compararla con los valores teóricos calculados.

Al igual que el llenado de los reactores, la instalación de los mismos se llevó a cabo uno por uno. Así, una vez preparados los reactores con los medios, se colocaron (cada uno de ellos) a una temperatura de 30°C.

Para el monitoreo del biogás y metano generados se adaptó una manguera de salida del mismo en cada reactor. La cantidad de metano fue medida por desplazamiento de NaOH en una probeta.

Una vez montado el equipo y los reactores, se llevó a cabo el monitoreo de la DQO soluble realizando un muestreo cada dos horas. Así mismo, se monitoreó la producción de metano hasta que en ambos parámetros se observaron valores constantes.

La Actividad Metanogénica Específica fue calculada mediante las ecuaciones 1 y 2 (Rodríguez 2000, Fernández 2010):

$$AME = \frac{(r*24)}{FC*V*SSV} \quad \text{Ec. (1)}$$

$$FC = \frac{350(273+T)}{273} \quad \text{Ec. (2)}$$

En donde:

AME = Actividad Metanogénica Específica (g DQO/g SSV·d)

r = Velocidad de producción de metano (ml CH₄/h)

24 = Tiempo (h)

FC = Factor de conversión (ml CH₄/gDQO)

V = Volumen útil del reactor (ml)

SSV = Concentración del lodo (g SSV/ml)

T = Temperatura de la mezcla en el reactor (°C)

VI.3.3 Determinación de biodegradabilidad anaerobia de las vinazas

En la prueba de biodegradabilidad se siguió el mismo procedimiento que en la evaluación de la AME, pero empleando como sustrato a la vinaza. Así, se adicionó a los reactores una solución de nutrientes con la misma composición que la utilizada en la AME. Como sustrato se agregó la vinaza ajustada previamente a un pH de 7. También se inocularon lodos húmedos. Las cantidades de vinazas y lodos empleados se muestran en la Tabla 6.1. El volumen útil del reactor fue de 1.5 L y se midió el pH en la mezcla, ajustando cuando fue necesario a un valor de 7.0. Se burbujeó gas nitrógeno con el objetivo de asegurar un ambiente totalmente anaerobio. La instalación de los reactores para el desarrollo de la prueba se llevó a cabo de la misma forma que para la determinación de la AME.

El porcentaje de biodegradabilidad fue calculado con la ecuación 3 (Moreno, 2002).

$$\% Biodeg. = \frac{CE}{CT} * 100 \quad \text{Ec. (3)}$$

En donde:

Biodeg. = Biodegradabilidad (%)

CE = Producción de metano experimental (ml CH₄/h)

CT = Producción de metano teórico (ml CH₄/h)

La evaluación de la AME y la prueba de biodegradabilidad anaerobia se llevaron a cabo al mismo tiempo, utilizando un blanco sin sustrato para corregir la producción endógena de biogás. En el blanco se empleó la misma cantidad de lodo y solución de nutrientes, así como el mismo volumen útil.

En la Tabla 6.1 se muestran las condiciones bajo las cuales se llevaron a cabo los ensayos de AME y biodegradabilidad. Como puede observarse, la DQO soluble inicial del blanco presentó un valor de 0.112 g/L, aun cuando no se había suministrado sustrato. Se considera que este valor de DQO tuvo su origen en algún remanente de materia orgánica proveniente del sistema de tratamiento de donde fueron obtenidos los lodos.

Tabla 6.1 Tipo y concentración de sustrato promedio, cantidad de lodos y relación So/Xo empleados en los ensayos de AME y Biodegradabilidad.

Ensayo	Sustrato	DQO soluble inicial promedio g/L	Cantidad de inóculo (lodo húmedo)	SST promedio g/L	SSV promedio g/L	Relación So/Xo promedio
Blanco	-	0.112	150 g	11.34	7.27	0.0153
AME	AGV'S: Acetato de sodio, Propionato de sodio, Butirato de sodio	1.805	150 g	12.87	7.41	0.2435
Prueba de Biodegradabilidad	Vinaza	1.811	150 g	12.28	7.87	0.2302

VI.4 ARRANQUE Y COLONIZACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO (LFI)

VI.4.1 Descripción del dispositivo experimental

El dispositivo experimental, un Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI), consistió en una columna de vidrio con una altura de 0.55 m y un diámetro

interno de 0.07 m. La relación H_0/D es igual a 7.9 y el volumen útil de 1.73 L. La Figura 6.4 muestra un diagrama del reactor y la Tabla 6.2 resume sus características.

Figuras 6.4 Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) empleado como prototipo experimental.

Tabla 6.2 Características del R.L.F.I.

Característica	Valor
Altura (H)	0.55 m
Diámetro interno Ø	0.07 m
Relación H_0/D	6.57
Volumen útil	1.7 L

El reactor se adaptó con un dispositivo distribuidor del líquido de alimentación (con forma de regadera) en la parte superior de la columna. En la parte inferior derecha

del reactor se ubicó la salida del efluente, prolongándose en una manguera en U inversa, con la finalidad de mantener el nivel del agua a tratar dentro del reactor. La manguera de recirculación se colocó en una salida ubicada por arriba de la salida del efluente del reactor. En la parte cónica del fondo del reactor, se colocó un puerto de muestreo que permitió la purga de los lodos generados por biopelícula desprendida.

Para la alimentación y la recirculación se emplearon bombas peristálticas de velocidad variable. Para el control de la temperatura se adaptó al reactor un termómetro y para mantener la temperatura de operación del reactor (30°C), un serpentín de manguera de plástico, dentro del cual circulaba agua caliente y una chaqueta de material aislante. El agua se calentó con un recirculador de inmersión con calor Cole-Parmer, Polystat.

El agua residual a tratar se mantuvo fresca colocándola en el interior de un recipiente aislante y el efluente se recolectó en otro recipiente adaptado para este fin.

Para el control de la producción del biogás se empleó un sistema de desplazamiento del volumen de agua por el biogás en una probeta. Así mismo, para el control de la producción de metano, el desplazamiento del volumen de NaOH 3N, que permitió el lavado de biogás y la cuantificación del metano producido.

VI.4.2 Material de soporte

Como soporte se emplea el Extendsphere®, que consiste en un material mineral de forma granular, compuesto principalmente por sílice. El diámetro promedio de estas esferas de soporte es de 170 μm , su densidad es igual a 690 kg/m^3 y tiene un área superficial específica igual a 20,000 m^2/m^3 (Arnaiz 2008). Se emplearon 0.247 L de soporte seco, que corresponden a un área superficial para adhesión de

biopelícula de 4.94 m². En la Figura 6.5 se muestra una imagen del soporte sin colonizar visto al microscopio.

Figura 6.5 Soporte (Extendsphere®) sin colonizar visto al microscopio.

VI.4.3 Determinación de las condiciones de operación del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio

Antes de iniciar el arranque del sistema, se determinaron los valores de las variables de su operación bajo diferentes condiciones. Lo anterior se llevó a cabo en función de la bibliografía revisada (Alvarado 2008, García 1998, Michaud 2002).

Las variables consideradas y calculadas para la operación del sistema fueron: la Carga Orgánica Volumétrica (COV), el flujo de alimentación, flujo de recirculación, velocidad descensional, porcentaje de soporte, expansión relativa y área superficial del soporte. A continuación se indican las ecuaciones empleadas para el cálculo de las variables antes mencionadas.

- **Carga Orgánica Volumétrica**

La Carga Orgánica Volumétrica se define como los gramos de DQO que ingresan en el reactor biológico por litro y día (Puede expresarse también como kg de DBO₅ que ingresan al reactor por m³ y día). Se Calcula con la ecuación siguiente:

$$COV = \frac{DQO * Q_A}{V_r} \quad \text{Ec. 6.1}$$

En donde:

COV = Carga Orgánica Volumétrica [g DQO/L·d]

DQO = Concentración del influente [g DQO/L]

Q_A = Flujo de alimentación al reactor [L/d]

V_r = Volumen del reactor [L]

- **Flujo de alimentación**

El flujo de alimentación (Q_A), se calculó despejándolo de la ecuación anterior (6.1) y fue determinado en función de la concentración del influente y de la carga empleada en las diferentes condiciones de operación (Ecuación 6.2).

$$Q_A = \frac{COV * V_r}{DQO} \quad \text{Ec. 6.2}$$

En donde:

COV = Carga Orgánica Volumétrica [g DQO/L·d]

DQO = Concentración del influente [g DQO/L]

Q_A = Flujo de alimentación al reactor [L/d]

V_r = Volumen del reactor [L]

- **Flujo de recirculación**

El flujo de recirculación puede ser calculado despejando su valor de la siguiente ecuación:

$$Q_{total} = Q_A + Q_R \quad \text{Ec. 6.3}$$

En donde:

Q_{Total} = Flujo total de entrada al reactor

Q_A = Flujo de alimentación al reactor

Q_R = Flujo de recirculación

- **Velocidad descensional**

La velocidad descensional del líquido está definida por:

$$V = \frac{Q}{A} \quad \text{Ec. 6.4}$$

En donde:

V = Velocidad descensional

Q = Flujo del líquido

A = Área transversal de la columna

- **Tasa de relleno o porcentaje de soporte**

El porcentaje de soporte está definido como:

$$\%deSoporte = \frac{V_s}{V_r} * 100 \quad \text{Ec. 6.5}$$

En donde:

V_s = Volumen de soporte seco

V_r = Volumen útil del reactor

- **Expansión relativa**

La expansión relativa es considerada como la fracción de la columna que ocupa el lecho, y está definida por:

$$H = \frac{H}{H_o} \quad \text{Ec. 6.6}$$

En Donde:

H = Altura del lecho

H_o = Altura de la columna

La expansión relativa del Extendsphere[®] utilizado como soporte en este trabajo será definida en función de la velocidad descensional empleada.

VI.4.4 Montaje del dispositivo experimental

En esta etapa, se llevaron a cabo una serie de actividades relacionadas con el montaje del reactor, mismas que se describen a continuación.

- **Selección y ajuste de bombas**

Antes de iniciar con el montaje del reactor, se llevó a cabo la selección y ajuste de las bombas de alimentación y recirculación del agua a tratar en el sistema. Para lo anterior, se realizó la medición de los caudales proporcionados por las bombas en sus diferentes escalas. Además, se seleccionaron las mangueras adecuadas a emplear en función de los caudales de alimentación y recirculación calculados.

Para la alimentación y la recirculación se emplearon bombas peristálticas de velocidad variable. Una bomba para alimentación Easy-Load®, de 0.06 ml/rev, con velocidad de flujo 0.06 a 6 ml/min, a la cual se adaptaron mangueras Masterflex® de diferentes calibres. Para la recirculación se empleó una bomba L/S Estándar Pump Heads®, de 0.8 ml/rev, con velocidad de flujo 4.8 a 480 ml/min y utilizando una manguera Masterflex® de diferentes medidas.

- **Adaptación del dispositivo experimental**

El montaje del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI), se llevó a cabo conectando los accesorios correspondientes al reactor, tales como bombas de alimentación y recirculación, mangueras de alimentación de influente, manguera de salida de efluente, manguera de recirculación, dispositivo de recepción del efluente, dispositivo para medición de biogás, dispositivos para control de temperatura del reactor, entre otros (Figura 6.6).

Fig. 6.6 Dispositivo experimental: Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI).

- **Prueba de control de salida de efluente y biogás en el reactor**

Una vez montado el reactor, se realizan una serie de pruebas que permiten establecer un arreglo en el sistema para controlar la salida del efluente sin permitir el vaciado del reactor.

Además del control de la salida del efluente, en estas pruebas se controla también la adecuada salida del aire inyectado (que simula al biogás que se generará). Para lo anterior se lleva a cabo la alimentación de agua corriente, con el caudal y una recirculación calculados, empleando el volumen de agua correspondiente en el reactor. El control de la salida del efluente y de aire se consigue encontrando, después de una serie de pruebas, la altura adecuada para la manguera de efluente y para la manguera que conduce el aire hacia el sistema de desplazamiento del volumen de agua por el aire en una probeta.

VI.4.5 Adición de soporte

• Pruebas con material de soporte

Una vez que se hubo controlado el arreglo para el control del efluente, se dio inicio a las pruebas que permitieron conocer el comportamiento del soporte dentro del sistema. Para lo anterior, se determinó el porcentaje de soporte a emplear, el volumen del mismo, así como la expansión de soporte conseguida a una velocidad descensional de 7.34 m/h. Además se determinó el área superficial por metro cúbico de reactor.

✓ Porcentaje de soporte empleado

Para determinar la cantidad de soporte a emplear, se partió de la información obtenida de la revisión bibliográfica y se ajustó el valor de esta variable de acuerdo a las condiciones experimentales. Alvarado (2005), empleó dos diferentes soportes (Extendsphere® y polietileno triturado) en un porcentaje igual a 25% del volumen activo en dos Reactores de Lecho Fluidizado Inverso. Este porcentaje de soporte fue el óptimo con una velocidad descensional de 6 m/h. De acuerdo Alvarado (2005), el porcentaje de soporte seco puede ser determinado con la siguiente ecuación:

$$\%Volumen\ de\ soporte\ seco = \frac{Volumen\ de\ soporte\ seco}{Volumen\ útil\ del\ reactor} * 100 \quad Ec. 6.7$$

De acuerdo a la información anterior, se partió de un volumen inicial de soporte seco de 0.425 L. El soporte fue adicionado al reactor completando el volumen útil (1.7 L) con agua (Figura 6.7). Al aplicar una velocidad descensional de 7.34 m/h, el soporte expandido alcanzó un volumen de 1.490 L, aproximándose a la salida de la recirculación del sistema, y por consiguiente, recirculando parte del soporte. Debido

a que con la cantidad inicial de soporte se conseguía una expansión superior a la buscada, se disminuyó el volumen del mismo. El volumen final de soporte seco empleado fue de 0.247 L.

✓ **Expansión del soporte.**

La expansión relativa del soporte (fracción de la columna que ocupa el lecho) fue calculada de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\frac{H}{H_0} = \frac{\text{Altura del lecho}}{\text{Altura de la columna}} \quad \text{Ec. 6.8}$$

Figura 6.7 Adición del soporte al Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI).

✓ **Porcentaje de expansión del lecho.**

El porcentaje del lecho expandido fue calculado con la ecuación 6.9.

$$\% \text{ *Expansión* } = \frac{H_{exp} - H}{H_c} * 100 \quad \text{Ec. 6.9}$$

En donde:

H_{exp} = Altura del lecho expandido

H = Altura del lecho no expandido

H_c = Altura de la columna

VI.4.6 INOCULACIÓN DEL REACTOR

Para la inoculación del reactor, se emplearon lodos provenientes de una planta de tratamiento de aguas residuales que opera bajo un sistema anaerobio. Los lodos fueron lavados tres veces. Para el lavado se adicionó agua destilada a los lodos, se permitió su sedimentación y se eliminó el sobrenadante. Posteriormente, se centrifugaron los lodos para eliminar el exceso de agua. El volumen de lodos empleados para la inoculación del reactor fue de 0.250 L, con una concentración de 85.74 g/L de SST y 48.44 g/L de SSV.

Durante la inoculación del reactor los lodos fueron adicionados al reactor después de haber adicionado el soporte. Posteriormente, el volumen útil del reactor fue completado con el influente a tratar (Figura 6.8).

Figura 6.8. Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) durante la inoculación.

VI.4.7 SEGUIMIENTO DE LA COLONIZACIÓN DEL SOPORTE

- **Observaciones microscópicas del soporte**

Con la finalidad de garantizar y dar seguimiento a la colonización del soporte, se realizaron observaciones periódicas de muestras del Extendsphere® al microscopio, durante la operación del reactor en batch y en flujo continuo a

diferentes cargas orgánicas volumétricas. Las observaciones fueron hechas en un microscopio IROSCOPE® con un objetivo 10x.

El soporte observado al microscopio fue retirado del reactor subiendo la velocidad de recirculación durante aproximadamente 5 minutos, con la finalidad de incrementar la expansión del soporte y poder tomar muestras de las partes superior y media del soporte expandido por los puertos de muestro del reactor. La toma de muestra de soporte de la parte inferior se realizó sin incrementar la expansión.

- **Determinación del porcentaje de colonización del soporte**

El porcentaje de soporte colonizado se determinó en función de las observaciones al microscopio. Las observaciones se realizaron colocando una muestra de soporte colonizado sobre una placa contadora de células cuadrículada (PYSER-SGI, GRATIQUES, LTD ®). Se contaron los cuadrantes con soportes colonizados y el número de cuadrantes totales en cada campo observado, en un total de 30 muestras. El porcentaje de soporte colonizado se determinó con la ecuación 6.10.

$$\% \text{ colonización} = \frac{\text{Número de cuadrantes con soporte colonizado}}{\text{Número de cuadrantes totales}} * 100 \quad \text{Ec. 6.10}$$

- **Determinación del espesor de biopelícula sobre el soporte colonizado**

El espesor de la biopelícula colonizando el soporte, se midió tomando fotografías de muestras observadas al microscopio. Las muestras fueron colocadas sobre un portaobjetos cuadrículado (cada cuadrícula con un área de 1 mm², con 1mm de ancho por 1 mm de largo). Se midieron 30 partículas de soporte colonizadas y se determinó su diámetro. Al diámetro de cada soporte colonizado se restó el diámetro

promedio del soporte sin colonizar. Se determinó un promedio del espesor de la biopelícula del total de partículas observadas.

- **Determinación de los sólidos volátiles adheridos al soporte.**

Se tomaron muestras de soporte a tres diferentes alturas de la columna del lecho expandido (parte superior, parte media y parte baja). El soporte se lavó con agua destilada y se retiró completamente el líquido por medio de una pipeta. Se determinaron los SST y SSV. El resultado fue expresado como gramos de sólidos volátiles adheridos al soporte por gramo de soporte (gSVA/gsoporte). La determinación de la cantidad de SVA adheridos se realizó a partir de la operación del reactor en flujo continuo y a una carga de 3 g DQO/L·d, considerando que habría suficiente biomasa colonizando el soporte para poder ser cuantificada por este método (Michaud 2003, Alvarado 2008).

VI.5 ARRANQUE DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO

VI.5.1 Operación en batch

La operación del reactor en batch se inició una vez que se hubo inoculado, con un influente de una concentración de 0.5 g DQO/L. Se mantuvo en esta condición durante 51 días, periodo de tiempo en el que se completaron 5 ciclos batch de 13, 7, 11 10 y 10 días hasta alcanzar una eficiencia de remoción casi constante. El tiempo de cada ciclo batch estuvo en función de la concentración del efluente. Durante la operación en batch se dio seguimiento a la colonización del soporte, con observaciones directas al microscopio. Las condiciones de operación en batch se muestran en la Tabla 6.3.

Tabla 6.3. Condiciones de operación en batch del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio.

Variable de operación	Valor	Variable de operación	Valor
Concentración de entrada	0.5 g DQO/L	Volumen de soporte seco	0.247 L
Área de la columna	0.0038m ²	Porcentaje de soporte seco	14.5 %
Velocidad descensional	7.34 m/h	Altura del líquido	0.46 m
Flujo de recirculación	28.2 L/h	Relación Ho/D	6.57
Volumen útil del reactor	1.7 L	Temperatura de operación	30°C.

VI.6 OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO EN CONTINUO Y A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS

Una vez que se obtuvo un soporte colonizado, se operó el reactor en continuo alimentando el agua residual en estudio sin diluir (cruda, excepto para las cargas de 0.5 g DQO/L·d y 1.0 g DQO/L·d). Se efectuaron incrementos de la carga orgánica volumétrica desde 0.5 g DQO/L·d hasta 10.4 g DQO/L·d, cuando se alcanzó la estabilización del sistema para cada carga evaluada. Los valores del tiempo de residencia hidráulica fueron variables, tal como se muestra en la Tabla 6.4, en donde se indican también los valores del flujo del influente y de recirculación empleados en cada carga orgánica volumétrica. Durante la operación en continuo se monitorearon los siguientes parámetros: DQO, Sólidos Totales, STV, SST, pH, volumen de biogás y volumen de metano. El crecimiento de la biopelícula fue también monitoreado, con observaciones al microscopio, cuando se alcanzó la estabilidad en el sistema. Así mismo, se determinaron los Sólidos Volátiles Adheridos al soporte (SVA).

Tabla 6.4. Operación del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) en continuo a diferentes cargas orgánicas volumétricas.

Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	Carga Orgánica Específica g DQO/m ² ·d	Flujo de Alimentación Q L/d		Valores de Recirculación L/h	TRH (días)	Tiempo de Operación (días)
		Promedio	Desviación Estándar			
0.5	0.1012	0.922	0.0	28.2	1.8	31
1.0	0.2024	0.039	0.006	28.2	50	105
3.3	0.6680	0.052	0.012	24.0	34	119
6.8	1.377	0.073	0.008	19.8	23	45
10.4	2.105	0.081	0.0	15.0	21	14

VI.6.1 Operación con una carga de 0.5 g DQO/ L·d

La operación en continuo se inició con una carga orgánica volumétrica de 0.5 g DQO/ L·d y una carga orgánica específica de 0.1012 g DQO/m²·d, durante un tiempo de 31 días. El tiempo de residencia hidráulica fue de 1.8 días y la concentración de alimentación promedio de 0.91 g DQO/L. El flujo alimentación promedio fue de 0.992 L/d y el de recirculación fue de 28.2 L/h, equivalente a 676.8 L/d. Una vez que se alcanzó una remoción de carbono casi constante, se incrementó la carga a 1.0 g DQO/ L·d (Tabla 6.4).

VI.6.2 Operación con una carga de 1.0 g DQO/L·d

La operación del reactor bajo una carga de 1.0 g DQO/L·d, con carga orgánica específica igual a 0.2040 g DQO/m²·d, se efectuó durante un periodo de 105 días, con un TRH de 50 días. El valor de la concentración de la vinaza para la carga de 1.0 g DQO/L·d fue en promedio igual a 50.63 g DQO/L, el flujo de alimentación promedio fue de 0.039L/d y el de recirculación fue igual a 676.8 L/d (Tabla 6.4).

VI.6.3 Operación con una carga de 3.3 g DQO/L·d

Durante la operación del reactor para la carga de 3.3 g DQO/L·d, la concentración de la vinaza se mantuvo en un rango desde 75.0 g DQO/L hasta 140.0 g DQO/L, con un promedio de 109.27 g DQO/L. Se empleó vinaza cruda y sin ajustar la concentración, teniendo como consecuencia valores de TRH desde 24 hasta 40 días, con un TRH promedio de 34 días. El flujo de alimentación promedio fue de 0.052 L/d y el de recirculación de 576 L/d. El tiempo de operación bajo esta condición fue de 119 días (Tabla 6.4).

VI.6.4 Operación con una carga de 6.8 g DQO/L·d

La operación del reactor con una carga de 6.8 g DQO/L·d tuvo una duración de 45 días. Con un tiempo de residencia promedio de 20 días. La vinaza empleada como influente no fue diluida y el rango de concentraciones fue desde 130.0 g DQO/L hasta 200.0 g DQO/L, con un promedio de 163.69 g DQO/L. El flujo de alimentación promedio fue de 0.073 L/d y el de recirculación de 468 L/d (Tabla 6.4).

VI.6.5 Operación con una carga de 10.4 g DQO/L·d

Para este periodo de operación, la carga fue aumentada hasta 10.4 g DQO/L·d durante 14 días. El TRH promedio fue de 21 días. La concentración de la vinaza cruda (sin diluir) empleada como influente tuvo un valor de 218.51 g DQO/L. Los flujos de alimentación y de recirculación fueron de 0.081 L/d y 360 L/d respectivamente (Tabla 6.4).

VI.7 Optimización de la operación del reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio

Una vez que se hubo conseguido la estabilización del reactor y determinado la máxima carga orgánica volumétrica bajo la cual el LFI operó eficientemente, se disminuyó gradualmente el tiempo de residencia hidráulica.

Para lo anterior, se operó el reactor con una carga de 6.4 g DQO/L·d, con diferentes TRH de 10, 5 y 1 días, con periodos de tiempo cada uno de 30, 20 y 10 días respectivamente. Para mantener constante el tiempo de residencia hidráulica, se controló el flujo de alimentación y mediante diluciones, se ajustó la concentración de DQO de la vinaza empleada como influente (Tabla 6.5).

Tabla 6.5 Tiempo de operación del LFI bajo una carga orgánica de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH.

Carga Orgánica Volumétrica (g DQO/L·d)	Tiempo de operación (días)	TH (días)
6.44	30	10
6.44	20	5
6.0	10	1

VI.8 PARÁMETROS DE MONITOREO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO DURANTE SU OPERACIÓN EN BATCH Y CONTINUO

Los parámetros de monitoreo de la operación del LFI, durante su operación en modo batch y en continuo fueron: DQO soluble, Sólidos Totales, Sólidos Totales Volátiles y Sólidos Suspendidos Totales, Sólidos Suspendidos Volátiles y pH; así como NTK, Nitrógeno amoniacal y fósforo de acuerdo a los Métodos Estandarizados para el

Análisis de Aguas y Aguas Residuales (19th edición 1995), para muestras de efluentes cuando se alcanzaron eficiencias de valores casi constantes bajo las cargas de 0.5 g DQO/L.d, 1.0 g DQO/L.d, 3.3 g DQO/L.d y 6.8 g DQO/L.d.

VI. 9 DESCRIPCIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS EMPLEADAS

A continuación se describen las técnicas analíticas empleadas tanto en la caracterización del agua residual en estudio, como en el seguimiento del desempeño del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI) tratando vinazas. Así mismo, se indican los equipos empleados en el desarrollo de estas técnicas.

VI.9.1 Determinación de pH

FUNDAMENTO

La medición del pH del agua es muy importante para muchos tipos de muestra. Los valores altos y bajos de pH son tóxicos para organismos acuáticos, ya sea directamente o indirectamente. Es el parámetro más importante utilizado en la evaluación de las propiedades corrosivas de un medio ambiente acuático. Así mismo, es importante para el funcionamiento efectivo de los procesos de tratamiento de aguas y su control.

Se utilizan distintos métodos de determinación, que van desde la simple utilización de papel indicador a sofisticados métodos utilizando un medidor de pH.

El método electrométrico de medición de pH se basa en la medición de la fuerza electromotriz de una celda electroquímica, que consta de la muestra, un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia.

PROCEDIMIENTO

Las disoluciones amortiguadoras de pH y las muestras se llevaron a la misma temperatura dejándolas a temperatura ambiente durante un determinado tiempo hasta conseguirlo.

Se midió la temperatura de las disoluciones amortiguadoras de pH y se ajustó el control de la temperatura del potenciómetro.

Calibración del potenciómetro. Para llevar a cabo la calibración del medidor de pH o potenciómetro se siguieron las indicaciones del uso del pHmetro, introduciendo el electrodo en la solución amortiguadora y ajustando el pHmetro al valor de la solución amortiguadora. Esto se hizo para las tres soluciones amortiguadoras de pH 4, 7 y 10.

Después de calibrar el pHmetro se midió el pH de las muestras, introduciendo el electrodo en la muestra y tomando la lectura en el equipo.

Para la determinación del pH de la muestra se utilizó un medidor de pH Marca OAKTON, Modelo ION 510/pHmetro-ISE.

VI.9.2 Determinación de temperatura

FUNDAMENTO

Las temperaturas elevadas en el agua pueden ser indicadores de actividad biológica, química y física, lo anterior tiene influencia en los tratamientos y

abastecimientos para el agua, así como en la evaluación limnológica de un cuerpo de agua, por lo que es necesario medir la temperatura como un indicador de la presencia de compuestos y contaminantes.

El valor de temperatura es un criterio de calidad del agua para la protección de la vida acuática y para las fuentes de abastecimiento de agua potable, es también un parámetro establecido como límite máximo permitido en las descargas de aguas residuales y una especificación de importancia en los cálculos de balance de energía y de calor de los procesos industriales.

Las lecturas se obtienen directamente de la escala del aparato medidor de temperatura, y se informan en grados Celsius ($^{\circ}\text{C}$). Para las aguas residuales, de ser posible todas las lecturas deben hacerse en las descargas o bien recolectar la muestra y realizar la medición. En caso de que no sea posible, ésta puede medirse en un punto accesible del conducto más próximo a la descarga.

PROCEDIMIENTO

La lectura de la temperatura se llevó a cabo sumergiendo el termómetro directamente en la muestra de agua, aplicando ligeros movimientos circulares durante un minuto hasta que en el termómetro se consiguió una temperatura estable. Se registró la temperatura. El procedimiento se realizó por triplicado. La determinación de la temperatura se llevó a cabo con termómetro de mercurio de escala 0-100 $^{\circ}\text{C}$.

VI.9.3 Determinación de conductividad

FUNDAMENTO

La conductividad electrolítica es una expresión numérica de la capacidad de una solución para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones, de su concentración total, de su movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura.

La determinación de conductividad es de gran importancia pues da una idea del grado de mineralización del agua natural, potable, residual, residual tratada, de proceso o bien del agua para ser usada en el laboratorio en análisis de rutina o para trabajos de investigación.

El valor de conductividad es un parámetro regulado por límites máximos permisibles en descargas de aguas residuales al alcantarillado o a cuerpos receptores, también es un parámetro de calidad del agua para usos y actividades agrícolas, para contacto primario y para el consumo humano.

PROCEDIMIENTO

Para la medición de la conductividad en la muestra de aguas residual se llevó a cabo primero la calibración del equipo con una solución de cloruro de potasio.

Una vez calibrado el equipo, la medición se llevó a cabo siguiendo como se describe a continuación.

Se preparó el equipo para su uso siguiendo las especificaciones del mismo. Se preparó la muestra dejándola un determinado tiempo a temperatura ambiente para conseguir la temperatura adecuada para su medición. El electrodo se introdujo en la muestra y se tomó la lectura indicada en el equipo. La determinación se llevó a cabo por triplicado.

VI.9.4 Determinación de sólidos

FUNDAMENTO

La determinación de los sólidos se realizó de acuerdo al método de análisis para la determinación de sólidos y sales disueltas en aguas naturales, residuales y residuales tratadas. El principio de este método se basa en la medición cuantitativa de los sólidos y sales disueltas así como la cantidad de materia orgánica contenidos en aguas naturales y residuales, mediante la evaporación y calcinación de la muestra filtrada o no, en su caso, a temperaturas específicas, en donde los residuos son pesados y sirven de base para el cálculo del contenido de estos.

PROCEDIMIENTO

- **Determinación de Sólidos Totales (ST)**

Se determinó la cantidad de Sólidos Totales considerados como la suma de los sólidos suspendidos totales, sales disueltas y materia orgánica.

Para el análisis se colocó la muestra en una cápsula de porcelana a peso constante, y debido a que se trataba de una muestra de agua residual con una considerable cantidad de sólidos, sometió la muestra a secado durante 18-24 horas a una temperatura igual a 110 °C en una estufa Marca COLE PARMER Modelo 05012-10. Una vez transcurrido el tiempo necesario para la total evaporación del agua, se sacó la muestra, se colocó en un desecador y una vez que alcanzó la temperatura ambiente se pesó en balanza analítica (Figura 6.9).

La cantidad de ST se calculó empleando la ecuación:

$$ST = \frac{(P1-P)*1000}{V} \quad \text{Ec. 6.11}$$

Donde:

ST = Son los sólidos totales, en mg/L.

P1 = Es el peso de la cápsula con el residuo después de la evaporación en mg.

P = Es el peso de la cápsula vacía, en mg a peso constante.

V = Es el volumen de muestra, en ml.

Fig. 6. 9 Balanza analítica y desecador empleados en la determinación de sólidos.

- **Determinación de Sólidos Totales Volátiles (STV)**

La cantidad de Sólidos Totales Volátiles son considerados como la materia orgánica capaz de volatilizarse por el efecto de la calcinación. La determinación de los STV se llevó a cabo sometiendo a calcinación a los sólidos a los que previamente se les había determinado los STT. La calcinación se llevó a cabo a en una mufla NOVATECH Modelo MD12 (o en una mufla THERMOLYNE 47900) (Figura 6.10) a una temperatura de 500 °C durante 2 horas. Una vez alcanzado el tiempo de calcinación, la muestra se sacó de la mufla, se metió a la estufa de secado durante 30 min y posteriormente se sacó y enfrió en desecador y se pesó hasta alcanzar el peso constante.

La cantidad de STV fue calculada de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$STV = \frac{(P1-P2)*1000}{V} \quad \text{Ec. 6.12}$$

Donde:

SVT = Es la materia orgánica total, en mg/L.

P1 = Peso de la cápsula con el residuo después de la evaporación

P2 = Es el peso de la cápsula con el residuo, después de la calcinación, en mg.

V = Es el volumen de muestra, en ml.

- **Determinación de los Sólidos Suspendidos Totales (SST)**

Los SST están constituidos por sólidos sedimentables y materia orgánica en suspensión y/o coloidal. Por tratarse de aguas residuales de alta carga y con una elevada concentración de sólidos, los SST se determinaron centrifugando la muestra a 5000 rpm durante 30 min para sedimentarlos. Posteriormente se siguió el mismo procedimiento efectuado para la determinación de los sólidos totales. La cantidad de SST fue calculada empleando la ecuación 6.13.

Fig. 6. 10 Mufla empleada en la determinación de los STV y SSV.

$$SST = \frac{(P1-P)*1000}{V} \quad \text{Ec. 6.13}$$

Donde:

SST = Son los sólidos suspendidos totales, en mg/L;

P1 = Es el peso de cápsula con muestra en mg;

P = Es el peso de cápsula a peso constante en mg, y

V = Es el volumen de muestra, en ml

- **Determinación de los Sólidos Suspendidos Volátiles (SSV)**

La determinación de la cantidad de Sólidos Totales Volátiles se llevó a cabo sometiendo a calcinación las muestras a las que se les había determinado previamente la cantidad de SST. Este procedimiento se siguió de la misma manera que los STV.

La cantidad de SSV fue calculada de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$SSV = \frac{(P1-P2)*1000}{V} \quad \text{Ec. 6.14}$$

Donde:

SST = Es la materia orgánica total, en mg/L.

P1 = Peso de la cápsula con el residuo después de la evaporación

P2 = Es el peso de la cápsula con el residuo, después de la calcinación, en mg.

V = Es el volumen de muestra, en ml.

VI.9.5 Demanda química de oxígeno (DQO)

FUNDAMENTO

Es empleada como una medida del oxígeno equivalente de la materia orgánica contenida en una muestra que es susceptible a oxidación por un oxidante químico fuerte. Para muestras de fuente específica, la DQO puede relacionar empíricamente a la DBO (Demanda Bioquímica de Oxígeno), carbón orgánico, o materia orgánica. Esta prueba es usada para el monitoreo y control después de que la correlación ha sido establecida.

Una gran cantidad de compuestos orgánicos e inorgánicos son oxidados con una mezcla de ácido crómico y sulfúrico a ebullición. La muestra se coloca a reflujo en una disolución de ácido fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). Después de la digestión, el dicromato no reducido se mide espectrofotométricamente para determinar la cantidad de dicromato consumido y calcular la materia oxidable en términos de oxígeno equivalente.

PROCEDIMIENTO

Cuando la dilución de la muestra es necesaria, se diluye de tal manera que la lectura de la DQO sea del orden de 800 mg/l (en el medio del rango de medición). Encender la placa digestora y dejarla calentando hasta alcanzar los 150 ° C. En un tubo con tapa rosca perfectamente limpio agregar 2.0 ml de la muestra a analizar en la dilución apropiada o 2.0 ml de agua destilada para el blanco. Añadir 1.0 ml de la solución digestora. Añadir lentamente 2.0 ml de solución de ácido con plata. El color a desarrollar es amarillo, diluir si la muestra se colorea verde. Poner teflón grueso en la boca de los tubos. Tapar perfectamente. Homogenizar la mezcla mediante agitación suave. Colocar los tubos en la placa digestora a 150 ° C, durante 2 horas. Transcurrido el tiempo retirarlos del block digestor y dejar enfriar. Encender el espectrofotómetro y ajustar la longitud de onda a 620 nm, treinta minutos antes de realizar la medición. Ya fríos los tubos, calibrar con el blanco preparado y leer las muestras. Desechar las muestras ya leídas en el tanque destinado para estos residuos. Realizar una curva de calibración siguiendo el protocolo descrito a continuación de ésta técnica y calcular su DQO con concentraciones de 0 a 1500 mg/l. Limpiar correctamente los tubos con agua y mantener los tubos y tapones limpios con una solución al 20% de ácido sulfúrico; enjuagar perfectamente con agua destilada y después secar para utilizarlos. (Reciclar el ácido).

PREPARACION DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

Preparar 7 tubos conteniendo un volumen de 2.0 ml, para ello, realizar las diluciones necesarias como se indica en la Tabla 6.6.

Tabla 6.6 Concentración de diluciones para la curva de calibración de DQO.

Tubos	Concentración Teórica mg DQO/L	Solución de Biftalato de Potasio (ml)	Agua destilada (ml)
1	0	0.000	2.000
2	150	0.200	1.800
3	250	0.333	1.667
4	500	0.667	1.333
5	750	1.000	1.000
6	1000	1.333	0.667
7	1500	2.000	0.000

El rango de medición es de 0 a 1500 mg/l. Con la tabla anterior se realiza una curva patrón, elaborando una gráfica de concentración contra absorbancia. La curva de calibración es aceptable cuando R^2 es superior a 0.9900.

FÓRMULAS DE CÁLCULO DE RESULTADOS

Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación obtenida de la curva de calibración y que es representada por la siguiente ecuación:

$$Y = a * x + b \quad \text{Ec. 6.15}$$

Donde:

Y = mg / L DQO;

x = Absorbancia leída a 620 nm;

a = Pendiente de la ecuación;

b = Ordenada al origen de la ecuación.

En caso de haber diluido la muestra a lo largo del desarrollo del método, utilizar la siguiente ecuación:

$$mg \frac{DQO}{L} = Y * d \quad \text{Ec. 6.16}$$

Donde:

Y = mg / L DQO

d = Factor de dilución.

Reportar los resultados en mg/L con dos décimas, con la precisión correspondiente.

Para la determinación de la DQO soluble se utilizó una centrífuga marca HERMLE Modelo 2200 A con velocidad máxima de 6000 rpm para centrifugar la muestra, un Mezclador Vortex de velocidad variable Marca BARNSTEAD THERMOLYNE MODELO M37600 para el mezclado de los reactivos y la muestra, un reactor digestor HACH Modelo DRB200 para la digestión y un espectrofotómetro UV-VIS Marca JENWAY Modelo 6405, con rango de longitud de onda de 190 a 1110 nm para la lectura de la absorbancia (Figuras 6.11 a, b, c).

Fig. 6. 11 Equipos empleados en la determinación de la Demanda Química de Oxígeno.
(a) Centrifuga, (b) Espectofotómetro, (c) Digestor y agitador.

VI.9.6 Nitrógeno

FUNDAMENTO

Con el método kjeldhal los compuestos nitrogenados se descomponen con H_2SO_4 concentrado, caliente; transformándose el nitrógeno de la mayoría de los grupos funcionales orgánicos en amonio. Después de la descomposición la solución se enfría, se diluye y alcaliza con NaOH concentrado. El N-NH^+_4 se destila y se absorbe en una disolución de concentración conocida de ácido bórico. Los grupos amido y amino se convierten en ion amonio y los grupos nitro, azo y azoxi se convierten en óxidos de nitrógeno.

H₂SO₄ 0.02 N. En un matraz aforado de 200 ml agregar 50 ml de agua destilada y 1.1 ml de H₂SO₄ concentrado (gota a gota por las paredes del vidrio) y aforar. De esta solución medir 100 ml con matraz aforado y depositarlo en un aforado de 1000 ml, después enjuagar el matraz de 100 ml tres veces con agua destilada y verterla al aforado de 1000 ml, aforar a 1000 ml.

Valoración del H₂SO₄ 0.02 N. Pesar 3 muestras de carbonato de sodio anhidro (previamente secado a 95 °C-105 °C una hora) de aproximadamente 0.0314 g en balanza analítica, depositar cada muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ml. Agregar 20 ml de agua tridestilada y disolver. Titular cada muestra con el ácido a valorar hasta obtener un pH de 7 (depositar el ácido en la bureta) utilizando un potenciómetro para medir el pH. Hacer un promedio de las tres muestras tituladas.

$$\text{Cálculo de la concentración real} = \frac{\text{gr de carbonato de sodio}}{\text{ml de ácido gastado} \cdot 0.053} \quad \text{Ec. 6.17}$$

PROCEDIMIENTO

Acondicionamiento del DESTILADOR BÜCHI-K-314. Los depósitos de almacenamiento de reactivo (agua destilada o desionizada y NaOH 6 N) deben estar llenos hasta la marca, los casquillos porta tubo en la tapa grande del depósito de almacenamiento y los tubos flexibles sin doblar. La llave del agua principal debe estar abierta y el agua fluir aproximadamente a 5 ml/min (el destilador debe salir frío por el refrigerante). Conectar el aparato y encender el interruptor, esperar a que esté listo (15 min). Colectar el tubo BÜCHI y el matraz Erlenmeyer receptor de destilación, ambos vacíos. Cerrar la puerta de protección. Colocar el grifo de vapor en ON (2 minutos). El aparato está listo para destilar.

NITRÓGENO AMONIACAL. Precalentar el destilador. Limpiar el equipo antes de usarlo destilando una mezcla (1:1) de aguas destilada –solución de tiosulfato de sodio-NaOH (aproximadamente 50 ml), hasta que el destilador esté libre de amonio. Repetir esta operación cada vez que el equipo se vaya a utilizar. Destilar 50 ml de agua destilada para enjuagar. Tomar una muestra de 10 ml (siempre correr un blanco de agua destilada como testigo y darle el mismo tratamiento que la muestra problema), agregar 60 ml de agua destilada. Agregar 5 ml de solución buffer de boratos y 1 gota de NaOH 6 N (se debe ajustar con la sosa a pH igual a 9.5). Poner a destilar y recibir el destilado en 10 ml de solución de ácido bórico al 2% con 6 gotas de mezcla indicadora. Terminar la destilación cuando el destilado, la solución de ácido bórico y la mezcla indicadora completen un total de 50 ml. La presencia del nitrógeno se hace evidente con un cambio a color rosa turbio, café cristalino o verde esmeralda. Cuando finaliza la destilación (con 50 ml de destilado en el Erlenmeyer) se debe colocar el grifo en OFF. Sacar el matraz Erlenmeyer receptor y colocar uno vacío. Para purgar el tubo BÜCHI, retirarlo sujetándolo con las pinzas de manera que el tubo flexible de disgregación quede por arriba de la superficie líquida de la muestra, colocar el grifo en ON por un lapso de 4 segundos y regresar a la posición OFF. Destilar 50 ml de agua destilada para enjuagar. Preparar, colocar y destilar la siguiente muestra. Purgar y enjuagar con agua destilada. Repetir con cada muestra. Al terminar el tren de muestras limpiar el destilador, destilando 100 ml de agua destilada durante 2 minutos. Para el destilador, cerrar el agua de enfriamiento y enjuagar todas las partes que entran en contacto con la solución 6 N de NaOH. Titular el volumen final en el matraz Erlenmeyer receptor usando solución 0.02 N de H_2SO_4 para determinar la cantidad de mg/L de N-NH_4^+ . La titulación termina cuando se observa un vire a color rosa brillante. Anotar el gasto de H_2SO_4 .

NITRÓGENO TOTAL KJELDAHL. Colocar dentro del recipiente del lavado de gases la solución lavadora 10% hasta la marca grabada, reconectar el aparato y encenderlo. Nota; La solución básica tiene un color azul, la solución neutralizada o ácida un color amarillo naranja. Cuando el indicador (azul de bromotimol y etanol)

caduca, la solución tiene un color violeta. Tomar 10 ml de muestra (con un blanco). Añadir 10 ml de la solución digestora y 20 ml de agua destilada. Someter a digestión a una temperatura de 370 °C por un tiempo aproximado de dos horas o 30 minutos después de la aparición de vapor blanco dentro de los tubos o cuando el líquido esté más claro. Se debe haber consumido aproximadamente toda la solución digestora. Al transcurrir 2 horas apagar el digestor. Colocar el tren en el módulo de seguridad sin desconectar del lavador de gases. Dejar enfriar los tubos con muestra digerida (aproximadamente 20-30 min). No desconectar el tren del lavador de gases ni apagar éste mientras las muestras se enfrían. Adicionar 20 ml de agua destilada (verificar que no tenga residuos de color negro) y 30 ml de la solución de tiosulfato de sodio-hidróxido de sodio. Llevar a destilación. Calcular la cantidad de nitrógeno amoniacal, nitrógeno total y nitrógeno orgánico con las siguientes fórmulas:

$$\frac{mg}{L} \text{ de } N - NH_4 = \frac{ml \text{ de } H_2SO_4 \text{ gastados en titulación} - ml \text{ de } H_2SO_4 \text{ gastado de blanco} * 280}{ml \text{ de muestra tomada}} \quad \text{Ec. 6. 18}$$

$$\frac{mg}{L} \text{ de } NTK = \frac{ml \text{ de } H_2SO_4 \text{ gastados en titulación} - ml \text{ de } H_2SO_4 \text{ gastado de blanco} * 280}{ml \text{ de muestra tomada}} \quad \text{Ec. 6.19}$$

$$\frac{mg}{l} \text{ de } N - org. = \frac{mg}{L} NTK - \frac{mg}{L} NNH_4 \quad \text{Ec. 6.20}$$

En la determinación del nitrógeno en las muestras, se utilizó un equipo un destilador marca BÜCHI-K-314 (Figura 6.12) y en la digestión un digestor BÜCHI B-414. Para la titulación de las muestras se empleó un dispensador Marca Brand Modelo Dispensette III Analógico.

Fig. 6.12 Destilador marca BÜCHI-K-314. Equipo empleado en la destilación durante la determinación de nitrógeno amoniacal y nitrógeno total kjendahl.

VI.9.7 Determinación de fósforo

FUNDAMENTO

El fósforo generalmente se encuentra en aguas naturales, residuales y residuales tratadas como fosfatos. Éstos se clasifican como ortofosfatos, fosfatos condensados y compuestos organofosfatados. Estas formas de fosfatos provienen de una gran cantidad de fuentes, tales como productos de limpieza, fertilizantes, procesos biológicos, etc.

El fósforo es un nutriente esencial para el crecimiento de organismos por lo que, la descarga de fosfatos en cuerpos de agua, puede estimular el crecimiento de macro y microorganismos fotosintéticos en cantidades nocivas.

PROCEDIMIENTO

Si la muestra contiene sólidos suspendidos, centrifugar a 5000 rpm durante 10 minutos. A 1 ml (mínimo) de muestra o solución para el blanco, agregar 0.2 ml de

H₂SO₄ al 99% medido con pipeta de vidrio. Agregar lentamente en parrilla a 110 °C por 10 minutos hasta obtener vapores blancos, agregar eventualmente gotas de ácido nitroperclórico y calentar de nuevo. Dejar enfriar. Agregar 7 ml de agua destilada. Agregar 1 ml de molibdato de amonio y 0.5 ml de reactivo reductor (ácido 1 amino 2 naftol 4 sulfónico, metabisulfito de sodio y sulfito de sodio anhidro). Completar a 10 ml con agua destilada. Dejar reposar 30 minutos a temperatura ambiente y protegido de la luz. Leer absorbancia en espectrofotómetro a 660 nm. Llevar la lectura del espectro a una curva de calibración y determinar la concentración del fósforo en la muestra.

PREPARACIÓN DE LA CURVA

La curva de calibración para la determinación de fósforo se prepara de acuerdo a las cantidades mostradas en la Tabla 6.7.

Tabla 6.7 Concentración de diluciones para la curva de calibración de fósforo.

Tubo	Concentración teórica mg P/L	Solución patrón KH ₂ PO ₄ ml	Agua destilada ml	Volumen ml
1	0	0.0	1.0	1.0
2	5	0.1	0.9	1.0
3	10	0.2	0.8	1.0
4	20	0.4	0.6	1.0
5	30	0.6	0.4	1.0
6	40	0.8	0.2	1.0
7	50	1.0	0.0	1.0

FÓRMULAS PARA EL CÁLCULO DE RESULTADOS

$$Y = a * x + b$$

Ec. 6.20

Donde:

$Y = \text{mg P/L}$

$x = \text{absorbancia leída a 660 nm}$

$a = \text{pendiente de la ecuación}$

$b = \text{ordenada de origen en la ecuación.}$

En caso de haber diluido:

$$\text{mg} \frac{\text{P}}{\text{L}} = Y * d \quad \text{Ec. 6.21}$$

$d = \text{factor de dilución}$

Para la determinación del fósforo se empleó una centrífuga Marca HERMLE Modelo 2200 A de velocidad máxima de 6000 rpm, un reactor HACH modelo DRB200 y un espectrofotómetro UV-VIS Marca JENWAY Modelo 6405.

VI.9.8 Determinación de sulfatos

Los sulfatos (SO_4^{2-}) están ampliamente distribuidos en la naturaleza y pueden estar presentes en aguas naturales, en concentraciones que varían desde pocos hasta miles de miligramos por litro, los desechos del drenaje de minas pueden contribuir con grandes cantidades de iones sulfatos (SO_4^{2-}) a través de la oxidación de pirita.

Para la determinación del sulfato se aplica la técnica por el método turbidimétrico para la medición del ion sulfato en aguas naturales, potables, residuales, y aguas residuales tratadas. Este método es aplicable en el intervalo de concentraciones de 1 mg/L a 40 mg/L de SO_4^{2-} .

El ion sulfato precipita con cloruro de bario, en un medio ácido, formando cristales de sulfato de bario de tamaño uniforme. La concentración de masa del ion sulfato se mide por comparación de la lectura con una curva analítica.

PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

Estimar la concentración del ion sulfato en la muestra, comparando la lectura de turbiedad con una curva de calibración, preparada con el uso de patrones de sulfato. Espaciar los patrones a incrementos de 5 mg/L en límites de 0 a 40 mg/L de sulfato. Arriba de 40 mg/L decrece la exactitud del método y pierden estabilidad las suspensiones de sulfato de bario.

FORMACIÓN DE TURBIEDAD DE SULFATO DE BARIO

Transferir a un matraz Erlenmeyer de 250 ml una muestra de 100 aforada con agua a 100 ml. Añadir 20 ml de la solución buffer de A o B (en función de la concentración esperada) o 5 ml del reactivo acondicionador (recomendado para cubrir todo el rango) y mezclar con el aparato agitador. Mientras se agita, se añade 1 cucharadita (pizca) de cloruro de bario en cristales. Agitar durante un minuto exacto.

Las tablas 6.8 y 6.9 indican las concentraciones de las diluciones empleadas en las curvas para diferentes valores de sulfatos en las muestras.

Tabla 6.8 Concentración de diluciones para la curva de calibración de sulfatos.
(Rango 0 - 10 mg/l).

Matraz	Masa SO_4^{-2} (mg)	Concentración Teórica (mg/L)	Volumen de solución patrón (ml)	Volumen de agua tridestilada (ml)	Volumen total de la muestra (ml)
1	0.0	0	0	100	100
2	0.2	2	2	98	100
3	0.5	5	5	95	100
4	0.7	7	7	93	100
5	1.0	10	10	90	100

Tabla 6.9 Concentración de diluciones para la curva de calibración de sulfatos.
(Rango 0 - 40 mg/l).

Matraz	Masa SO_4^{-2} (mg)	Concentración Teórica (mg/L)	Volumen de solución patrón (ml)	Volumen de agua tridestilada (ml)	Volumen total de la muestra (ml)
1	0.0	0	0	100	100
2	1.0	10	10	90	100
3	2.0	20	20	80	100
4	3.0	30	30	70	100
5	4.0	40	40	60	100

MEDICIÓN DE LA TURBIEDAD DE SULFATO DE BARIO

Después de terminar la agitación, rellenar la celda de absorción del fotómetro y medir turbiedad (420 nm) a intervalos de 30 segundos durante 4 minutos. Para medir la absorbancia se empleó un espectofotómetro UV-VIS Marca JENWAY Modelo 6405. La concentración del ion sulfato se determina con la ecuación:

$$Y = a * x + b$$

Ec. 6.22

Donde:

$Y = \text{mg SO}_4^{2-}/\text{L}$

$x = \text{absorbancia leída a 420 nm}$

$a = \text{pendiente de la ecuación}$

$b = \text{ordenada de origen en la ecuación.}$

CAPÍTULO VII. PRESENTACIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo, los resultados obtenidos en el trabajo experimental se presentan en el siguiente orden, y en relación a las etapas seguidas en la metodología.

1. Resultados del análisis del proceso de producción de etanol en la destilería generadora de la vinaza en estudio.
2. Análisis de las características del agua residual en estudio.
3. Resultados de las pruebas de biodegradabilidad anaerobia de vinazas.
4. Resultados obtenidos durante el arranque y colonización del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio (LFI).
5. Resultados y análisis de la eficiencia de remoción de DQO y producción de metano en el LFI operado a diferentes cargas orgánicas volumétricas y diferentes TRH.
6. Resultados y análisis de la eficiencia de remoción de DQO y producción de metano en el LFI operado a una carga orgánica volumétrica constante y diferentes tiempos de residencia hidráulica.
7. Resultados de la influencia de las condiciones de colonización del soporte y de la expansión del lecho sobre el desempeño del sistema (LFI).

Para cada uno de los apartados, se muestran las tablas o gráficas correspondientes a los resultados obtenidos, y a continuación, se hace un análisis y discusión de estos resultados.

CAPÍTULO VIII. RESULTADOS: ANÁLISIS Y DISCUSIÓN

VIII.1 ANÁLISIS DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE ETANOL EN LA DESTILERÍA GENERADORA DE LA VINAZA EN ESTUDIO

A continuación se describen de manera general las operaciones unitarias comprendidas en el proceso de elaboración del etanol, haciendo énfasis en el tipo de efluentes generados.

La empresa alcoholera generadora del agua residual en estudio, está ubicada en el estado de Veracruz, México. La operación de la destilería está en función de la demanda del producto y el abastecimiento en materia prima, manteniendo en promedio una capacidad de producción de alcohol diaria de 20,000 L.

Para la elaboración del etanol, se emplea como materia prima a la melaza que es suministrada por diversos ingenios del estado de Veracruz, así como en algunas ocasiones del estado de Chiapas y Oaxaca.

El área de proceso de producción de etanol está dividida en cuatro secciones. En tres de ellas se llevan a cabo las operaciones correspondientes al proceso de producción del etanol, siendo éstas:

- Producción de la levadura
- Fermentación
- Destilación

Una cuarta área, está dedicada a las calderas para la generación del vapor que es empleado en el proceso. A continuación, se describen cada una de las operaciones llevadas a cabo en el proceso de producción de etanol, en la planta generadora de las aguas residuales en estudio.

VIII.1.1 Producción de levadura

- Calidad de la melaza empleada en la preparación del mosto

Para la producción de la levadura empleada en el proceso, se utiliza como fuente de carbono a la melaza (Figura 8.1 a y b). Con la finalidad de determinar la calidad de esta materia prima que será empleada en el proceso, la empresa considera necesario realizar en la melaza, una determinación del porcentaje de azúcares reductores totales fermentables, de la cantidad de sólidos y de los grados Brix que contiene.

8.1 Melaza empleada en la producción de etanol. (a) Melaza para su análisis en laboratorio. (b) Tanque de almacenamiento de melaza.

En este caso, la empresa alcoholera considera que una melaza que contiene un porcentaje aproximado de 51 % de azúcares reductores fermentables es de buena calidad. En cuanto a los sólidos, los mejores valores serían entre 1% y 2 %. En relación a los grados Brix, normalmente alcanzan valores entre 85° Brix y 86° Brix, (los valores de 90 ° Brix en la melaza, pueden causar problemas en el bombeo de la misma). Los parámetros indicados anteriormente, son medidos tanto en la melaza que se recibe para su almacenamiento como en la melaza que se va a emplear cada vez que se realiza la preparación del mosto.

En la Tabla 8.1 se muestran algunos valores típicos obtenidos (en el laboratorio de la empresa alcoholera) para los parámetros de azúcares reductores totales, grados Brix y sólidos en una muestra de melaza recibida para ser almacenada.

Los valores obtenidos en el laboratorio al realizar un análisis de la melaza, coinciden con los reportados en la bibliografía como característicos de las melazas empleadas en la producción de etanol (ICIDCA, 1990).

Tabla 8.1. Azúcares reductores totales, grados Brix y sólidos en una muestra de melaza para producción de levadura.

Parámetro	Valor obtenido
Azúcares reductores totales	53%
Grados Brix	86.8 ° Brix
Sólidos	7.52%

- Suministro de agua empleada en la preparación del mosto

El agua empleada en la preparación del mosto proviene de un arroyo, ubicado aproximadamente a 200 m de la planta. Para el abastecimiento del agua, existe una toma que conduce este recurso a través de una tubería de acero hasta la planta.

Es importante mencionar que desde que se ha iniciado la producción de etanol en la planta, no se realiza un tratamiento del agua suministrada al proceso. De acuerdo a los datos obtenidos de los Ingenieros de proceso, cuando se tiene una buena calidad de la melaza y sin embargo no existe un buen rendimiento en el producto final, asumen que ha existido un problema en la fermentación, debido a la presencia de bacterias que se encontraban de inicio en el agua de preparación del mosto.

- Preparación del mosto

La preparación del mosto se hace con el objetivo de tener un sustrato para el cultivo de las levaduras que serán empleadas durante la fermentación. Este mosto es elaborado a partir de agua, melaza, nutrientes y en pequeño volumen ácido sulfúrico.

El agua del mosto sirve como medio de dilución y la melaza como fuente de carbono. Para el suministro de los nutrientes se emplea urea como fuente de nitrógeno y fosfato de amonio como fuente de fósforo y nitrógeno. Para el control del pH durante la propagación de la levadura se emplea ácido sulfúrico, el cual permite alcanzar el pH óptimo para el crecimiento de las levaduras e inhibe el crecimiento de las bacterias. Es importante mencionar que en algunas ocasiones en la planta han empleado como sustrato al jugo de caña, panela, o incluso azúcar directamente.

Para la preparación del mosto, la planta cuenta con dos tanques de 15,000 litros, llamados “Tanques de preparación de mosto”, en los cuales son alimentados los componentes del sustrato ya mencionados y agua hasta alcanzar una mezcla de 28° Brix. Para el mezclado de los componentes del sustrato se emplea un sistema de recirculación del mosto (Figuras 8.2 a y b).

Durante la preparación del mosto se debe cuidar que éste no se contamine, algunos indicadores de tal problema son la presencia de flóculos, la formación de espuma y un olor desagradable. Algunas prácticas comunes en la planta para evitar la contaminación del mosto son el cambio de ácido sulfúrico por ácido clorhídrico, así como la inyección de vapor por las líneas que conducen la melaza con el fin de esterilizarlas.

(a)

(b)

Fig. 8.2 Preparación del mosto en la planta productora de etanol (a) Preparación de medio de cultivo. (b) recirculación del mosto.

- Cultivo de la levadura

Para el cultivo de la levadura se inicia con la preparación del inóculo. Este es elaborado en un volumen inicial de 100 litros con agua tibia (a una temperatura aproximada a 30° C), mosto y levadura, consiguiendo una mezcla de 10° Brix. El incremento del volumen del inóculo se lleva a cabo de acuerdo al consumo del sustrato, monitoreando los grados Brix. Cuando éstos han disminuido a 8°, se realiza una nueva alimentación del mosto hasta alcanzar 200 litros. Lo anterior se hace tantas veces hasta alcanzar un volumen de 1600 litros. Entonces el inóculo es llevado a las tinas en donde se cultivará la levadura. Es importante mencionar que para la preparación del mosto se emplea levadura de una marca comercial convencional.

El cultivo de las levaduras se realiza en tanques aireados llamados “tinas de cultivo de levadura” (Figura 8.3). En estos tanques inicialmente se alimentan 1600 litros de mosto, a los cuales son agregados los 1600 litros de inóculo preparado previamente. Esta mezcla tendrá aproximadamente 20° Brix en el inicio.

Figura 8.3 Tanques de cultivo de levadura.

En los tanques de cultivo de levadura habrá un incremento de volumen que se consigue alimentando mosto hasta alcanzar 20,000 litros. Esta alimentación se hace de forma gradual, tomando como referencia la disminución en los grados Brix, los cuales en promedio disminuyen en un valor de uno cada hora.

Una vez alcanzados los 20,000 litros, en un tiempo aproximado de 4 horas, bajarán nuevamente los grados Brix y entonces se transfiere un volumen de 10,000 litros a otro tanque de cultivo. Posterior a esto, a cada uno de los tanques se les irá alimentando el mosto hasta alcanzar los 40,000 litros, se permite que el cultivo baje 4° Brix y entonces 20,000 litros son enviados a los fermentadores.

La serie de operaciones anteriores se repetirá en los tanques de cultivo. Generalmente, una vez por turno es tomada una muestra del cultivo y si en ésta es encontrado un valor menor a 1000 o 1500 células por litro, entonces se alimenta nuevamente un inóculo como al inicio del cultivo. En este caso, los operadores de la planta saben por experiencia, que una vez que han cultivado levadura suficiente para 8 tanques de fermentación, deberán alimentar inóculo nuevo a los tanques de cultivo.

Es importante mencionar que aunque en la planta no tienen definido un tiempo de cultivo de la levadura, se basan en las observaciones anteriores para llevar a cabo esta operación del proceso. En general, el tiempo de retención del cultivo en los tanques, antes de enviarlo a los tanques fermentadores, es de aproximadamente 30 horas, manteniéndolo a temperatura ambiente (aproximada a 25° C).

VIII.1.2 Fermentación

La fermentación se lleva a cabo en reactores que tienen una capacidad de diseño de 80,000 litros de volumen útil, pero debido a la espuma producida durante la fermentación, así como al volumen ocupado por “el fondaje” (células de levaduras sedimentadas), la capacidad de operación aproximada es de sólo 79,000 litros (Figura 8.4).

El proceso de fermentación se lleva a cabo por lotes. En este, el tiempo de llenado es de aproximadamente 8 horas, y se realiza alimentando un volumen de mosto igual a 40,000 litros, seguido de 20,000 litros de levadura. Finalmente, el volumen se completa hasta 80,000 litros alimentado más mosto.

Después del llenado de los tanques, se inicia el control de la fermentación a través de la medida de los grados Brix (que se encuentran en un rango de 18° a 21° Brix) y de la temperatura (25° C). La medida de estos parámetros se realiza cada dos horas. Después del tiempo de llenado, la fermentación puede durar entre dos y cuatro horas, dependiendo de los grados Brix alcanzados. Posterior a esta etapa, se inicia el vaciado, el cual puede durar aproximadamente 4 horas. En total, el tiempo de la operación puede durar aproximadamente 16 horas.

Figura 8.4 Tanques de fermentación en la planta productora de etanol.

La agitación de la mezcla se lleva a cabo a través de la recirculación de la levadura y el mosto. Para evitar problemas de contaminación en el proceso de fermentación, se realiza con frecuencia un lavado de las tuberías que conducen el cultivo de la levadura hacia los tanques fermentadores.

Es importante mencionar que el fondaje, con un volumen aproximado de 500 a 1000 litros, es descargado a través de una válvula ubicada en la parte inferior de los tanques, y enviado a través de una tubería hasta el drenaje de descarga final, formando parte del efluente final de la planta (Figura 8.5).

Una medida que ha implementado la empresa para disminuir la carga contaminante en relación a las espumas generadas en la fermentación, es evitar que éstas se derramen de los tanques y se vayan por el drenaje para descargarlas en el río cercano a la planta. Para esto, la empresa colocó rebosaderos para la colección de las espumas en cada uno de los tanques. De esta forma, las espumas son conducidas por tuberías hasta un único tubo que las recircula a los tanques.

Fig. 8.5 Lavado de tanques de fermentación. Los fondajes son conducidos hacia la descarga final de efluentes de la planta productora de etanol.

La fermentación es una operación clave del proceso de producción de etanol en cuanto a la generación de efluentes se refiere, debido a que es en esta etapa del proceso en donde se descargan las aguas de lavado de los tanques de fermentación. Los tanques de fermentación, contienen los llamados “fondajes”, que son las levaduras responsables de la fermentación. Estos son descargados junto con el agua de lavado de los tanques, convirtiéndolas en aguas residuales con una alta carga contaminante. Una caracterización realizada al agua residual que provienen del lavado de los tanques en la planta alcoholera, indicó que se llegan a alcanzar valores de DQO de 280,000 mg DQO/L.

VIII.1.3 Destilación

Una vez que han transcurrido un tiempo de 16 a 18 horas de fermentación y que los grados Brix en el tanque fermentador han disminuido hasta un valor de 5 - 8°, la

operación de fermentación concluye, obteniéndose una mezcla fermentada que es comúnmente llamada “mosto muerto”.

El “mosto muerto” es enviado de los fermentadores a una torre llamada “calientavinos” de la cual es alimentado posteriormente, con un flujo de 10,000 L/h, a la primera de tres columnas de destilación. En esta primera columna, llamada columna destrozadora, se obtiene un alcohol de baja calidad llamado aguardiente.

En la columna destrozadora se obtiene también el más importante de los efluentes residuales del proceso, debido a su alta carga orgánica, las vinazas. Esta columna destrozadora se considera un punto de muestreo importante en el proceso en estudio. Los resultados de una caracterización de este efluente indicaron valores cercanos a los 150,000 mg/L (Figuras 8.6 a y b).

Fig. 8.6 (a) Torres de destilación. (b) Vinazas provenientes de la torre destrozadora.

De la columna destrozadora, el alcohol con impurezas pasa a la segunda columna, llamada columna depuradora o de aldehídos. Los aldehídos de esta torre son recuperados y recirculados, de manera tal que estos no son enviados a los efluentes residuales.

Una tercera columna, llamada de rectificación, sirve para que el alcohol que aún conserva ciertas impurezas como algunos ésteres, pueda alcanzar la calidad necesaria. En esta columna los ésteres que forman parte de las impurezas son reciclados tantas veces como es necesario para su purificación, sin embargo, cuando ésta ya no es posible, salen de la torre como efluentes residuales, recibiendo el nombre de “flemas de destilación”.

En esta planta alcoholera, se ha considerado la posibilidad de poder utilizar estas flemas de destilación, por sus características ácidas, en la preparación del mosto. Este efluente alcanza flujos aproximados a los 2000 L/h. Los valores de DQO encontrados para el mismo, en una caracterización, fueron de 2200 mg/L.

VIII.2 CARACTERIZACIÓN DEL AGUA RESIDUAL EN ESTUDIO

De los muestreos y caracterizaciones realizados cada tres meses en la planta productora de etanol (completando un total de nueve muestreos), se obtienen los valores promedio para los diversos parámetros evaluados que se muestran en la Tabla 8.2

Se encuentra que el efluente está compuesto en su mayoría por vinazas. Además, contiene una menor proporción de agua proveniente del lavado de los diferentes tanques del proceso (tales como tanques de preparación de mosto, tanques de producción de levadura y tanques de fermentación).

Como puede observarse en la Tabla 8.2, el agua residual descargada a la laguna de enfriamiento presenta alta temperatura, debido a que la vinaza, (mayor componente del agua residual) alcanza una temperatura arriba de 96 °C al salir de la torre de destilación.

Tabla 8.2. Características de las vinazas generadas en la producción de etanol.

Parámetro	Valor		Parámetro	Valor	
	Promedio	Desviación Estándar		Promedio	Desviación Estándar
Temperatura °C	96	3.95	SST g/L	14.71	2.69
pH	4.64	0.28	SSV g/L	10.90	1.86
Conductividad (mS/cm)	19.48	8.66	NTK g/L	0.259	0.052
DQO total g/L	193.35	54.64	Nitrógeno orgánico g/L	0.177	0.033
DQO soluble g/L	179.37	42.06	Nitrógeno amoniacal g/L	0.082	0.021
ST g/L	109.78	34.41	Fósforo g/L	0.218	0.010
STV g/L	77.53	25.93	Sulfatos g/L	11.49	3.89

Así mismo, se observa un valor bajo de pH en el efluente caracterizado, producto de la fermentación y de las cantidades de ácido sulfúrico que son empleadas en el proceso (específicamente en la preparación del mosto) para evitar la presencia de bacterias durante la producción de levadura.

Además, en la composición de las vinazas están presentes sustancias tales como azúcares reductores, aminoácidos, así como metabolitos secundarios que se producen durante la fermentación alcohólica como el glicerol, que puede representar de 5 a 6 % de la materia seca de las vinazas y ácidos orgánicos. La concentración en aminoácidos es prácticamente similar a la encontrada en las mieles finales. Los ácidos orgánicos no volátiles que se encuentran en mayores proporciones son el ácido succínico, láctico, glucónico, cítrico, malénico y oxálico. Estos están presentes en las vinazas en forma de sales alcalinas (ICIDCA 1990).

Por otro lado, se observan altos valores de DQO, mismos que rebasan los reportados por diversos autores, y que se encuentran en rangos de 50 a 122 g/L DQO (Vlyssides *et al.* 2005, Jiménez *et al.* 2006, Travieso *et al.* 2006).

En relación a la cantidad de Sólidos en el efluente crudo, éstos se encuentran dentro de los rangos reportados, los cuales presentan valores entre 70.6 g/L a 170 g/L para los sólidos totales y 3.6 g/L a 145 g/L para los sólidos suspendido totales (Vlyssides *et al.* 2005, Jiménez *et al.* 2006, Travieso *et al.* 2006).

Con respecto a los valores de nitrógeno, se observan valores mucho más bajos de los reportados por algunos autores, los cuales alcanzan valores entre 1.8 g/l a 170 g/L para Nitrógeno Total Kjendahl (Vlyssides *et al.* 2005, Jiménez *et al.* 2006) y 48 g/L para nitrógeno amoniacal (Vlyssides *et al.* 2005).

Al igual que en el caso de la DQO, una gran cantidad de sólidos no tienen su origen únicamente en el efluente de la destilación (estrictamente vinaza), ya que provienen también de sólidos sedimentables de la melaza empleada como sustrato y que no son utilizados durante la fermentación; así como de los efluentes provenientes del lavado de fermentadores, que contienen una gran cantidad de levadura que no es centrifugada.

VIII.3 PRUEBA DE BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA

En la Tabla 8.3, se presentan los resultados obtenidos en la determinación de la cantidad de sólidos suspendidos totales y sólidos suspendidos volátiles cuantificados en la mezcla de lodos y sustratos presentes en cada reactor. Se muestra también la relación S_o/X_o , con valores cercanos a los recomendados (Martínez, 2002).

Tabla 8.3. Valores de SST y SSV obtenidos para la mezcla de lodos y sustratos en cada reactor en prueba de biodegradabilidad.

Muestra	SST g/L	SSV g/L	DQO soluble inicial	S_o/X_o
Blanco	11.34	7.27	0.11	0.0153
AGV'S	12.87	7.41	1.81	0.2435
Vinazas	12.28	7.87	1.81	0.2302

El volumen de metano obtenido durante la evaluación de la Actividad Metanogénica Específica de los lodos anaerobios empleados en la prueba de biodegradabilidad anaerobia de vinaza se muestra en la Figura 8.7. Como puede observarse, a las 27 horas se alcanzó un volumen de 0.705 L de metano.

Figura 8.7 Producción de metano en la determinación de la AME de los lodos anaerobios empleados en la prueba de biodegradabilidad anaerobia de vinazas.

La cantidad de metano obtenida fue utilizada para el cálculo de la Actividad Metanogénica Específica de los lodos anaerobios empleados en la prueba de biodegradabilidad, que alcanzó un valor igual a 0.14 g DQO/gSSV·d.

En la Figura 8.8 se muestra el comportamiento de la DQO durante la operación de los reactores con diferentes sustratos. La concentración de DQO de la mezcla de AGV's disminuyó desde el inicio de la prueba y hasta las 23 horas. Después de este periodo se observa un incremento de la DQO entre las 24 y las 27 horas. Se asume que este aumento en la concentración de DQO se presentó debido a una lisis celular que incrementó la concentración de materia orgánica no biodegradable.

La concentración de DQO en la vinaza también disminuyó alcanzando un porcentaje de remoción de 62.7 %. Como puede observarse, entre la hora 20 y 27, la concentración de DQO se mantuvo en valores cercanos, lo cual podría indicar que la materia orgánica biodegradable había sido ya removida, correspondiendo el resto de la DQO a materia orgánica no biodegradable.

Figura 8.8 Evolución de DQO durante la prueba de biodegradabilidad de vinazas.

El valor de k para la vinaza también fue calculado (Figura 8.9), correspondiendo a 0.0309 h^{-1} . Así mismo, se determinó la tasa de remoción de DQO para la vinaza, alcanzando un valor de 0.053 g DQO/h (1.26 g DQO/d).

Figura 8.9 Determinación de K para la vinaza en estudio.

Fig. 8.10 Volumen de metano obtenido en la biodegradabilidad de la vinaza.

En la Figura 8.10 se muestra el volumen de metano obtenido durante la prueba, mismo que fue empleado para el cálculo del porcentaje de biodegradabilidad de la vinaza. El rendimiento de metano correspondió a un valor de 0.19 $LCH_4/gDQO_{removida}$. Así mismo, el valor del porcentaje de biodegradabilidad fue de 54.06%. En la Tabla 8.4 se resumen los datos obtenidos durante la prueba de biodegradabilidad de la vinaza.

Tabla 8.4. Porcentajes de remoción de DQO y biodegradabilidad en vinazas.

Sustrato	Porcentaje de remoción DQO (%)	<i>K</i> h⁻¹	Tasa de consumo de sustrato g DQO/d	Rendimiento de CH₄ LCH₄/g DQO_{removida}	Porcentaje de biodegradabilidad %
Vinazas	62.7	0.031	1.26	0.19	54.1

Los resultados obtenidos durante la prueba de biodegradabilidad pueden ser comparados por los obtenidos por Del Real (2007), quien reporta un porcentaje de remoción de 52% para vinazas sometidas a una prueba de biodegradabilidad empleando fluido rumial.

Con la caracterización de la vinaza se corrobora que este efluente resulta agresivo por los valores tan elevados de DQO y por el pH tan ácido. Sin embargo, los resultados obtenidos en la prueba de biodegradabilidad permiten inferir que la vinaza, ajustada a un pH de 7 antes de ser alimentada al reactor, puede ser biodegradable en un proceso anaerobio.

VIII.4 ARRANQUE DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO

VIII.4.1 Adición de soporte

Al adicionar el soporte se partió de un volumen inicial de soporte seco de 0.425 L. Al aplicar una velocidad descensional de 7.34 m/h, el soporte expandido alcanzó un volumen de 1.490 L, aproximándose a la salida de la recirculación del sistema, y por consiguiente, recirculando parte del soporte.

Debido a que con la cantidad inicial de soporte se conseguía una expansión superior a la buscada, se disminuyó el volumen del mismo. El volumen final de soporte seco empleado fue de 0.247 L.

VIII.4.2 Operación en Batch del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio

La operación en batch del LFI se llevó a cabo durante 51 días, comprendiendo cinco ciclos. La duración de cada uno de éstos, estuvo en función de la concentración del efluente del reactor. La Tabla 8.5 muestra las eficiencias de remoción alcanzadas en el LFI durante su operación en batch.

Tabla 8.5 Eficiencias de remoción alcanzadas en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch.

Número de batch	Tiempo acumulado (días)	DQO influente g/L	DQO efluente g/L	DQO removida g/L	Porcentaje de remoción (%)
1	13	0.5952	0.215	380.11	63.87
2	20	0.5334	0.062	471.03	88.31
3	31	0.5204	0.106	413.84	79.52
4	41	0.5204	0.066	454.00	87.23
5	51	0.5567	0.065	491.50	88.29

La Figura 8.11 muestra los valores de DQO del influente y la disminución de la DQO en el efluente en cada uno de los ciclos de operación del sistema en batch.

Fig. 8.11 Evolución de la DQO del influente y efluente en el LFI operando en batch.

En la Figura 8.12 puede observarse que la mayor eficiencia de remoción de DQO alcanzada fue de 88%, conseguida tanto en el segundo, como en el último ciclo.

Fig. 8.12 Porcentaje de remoción de DQO en el LFI operando en batch.

Se consideró que el sistema alcanzó estabilidad operando en batch cuando los porcentajes de remoción de DQO fueron superiores a 80% en los últimos dos ciclos. Durante la operación del LFI en sistema batch no hubo generación de metano.

VIII.4.3 Seguimiento de la colonización del soporte

VIII.4.3.1 Observaciones al microscopio del soporte colonizado durante la operación en batch

Con respecto a la colonización del soporte, las observaciones realizadas al microscopio demostraron un incremento de biomasa adherida al Extendsphere[®] durante la operación del reactor en batch.

En la Figura 8.13, se presenta una observación al microscopio (con un aumento 10x) del soporte sin colonizar al inicio de la operación del reactor en batch. Puede observarse únicamente la partícula de soporte.

Fig. 8.13 Soporte sin colonizar al inicio de la operación en batch.

Después de ocho días de operación del LFI en batch se pudo observar que el soporte presentaba una delgada capa de biopelícula adherida (Figura 8.14).

Fig. 8.14 Soporte con biomasa adherida a los 8 días de operación en batch.

Una vez que habían transcurrido 25 días de operación del LFI en batch, la colonización de las partículas de soporte fue evidente. Las observaciones al microscopio indicaban una capa de espesor considerable, tal como puede observarse en la Figura 8. 15.

Fig. 8.15 Crecimiento de biopelícula durante el tercer batch.

Al final del cuarto batch (días 40) la biopelícula colonizando el soporte pudo observarse tal como se muestra en la Figura 8. 16.

Fig. 8.16 Biopelícula adherida al soporte durante el cuarto batch.

El seguimiento del crecimiento de la biopelícula colonizando el soporte (con observaciones al microscopio) permitió determinar que durante el primer ciclo, se observa apenas el inicio de la colonización (a los 8 días), ocurriendo un aumento considerable de la biomasa adherida durante el tercer ciclo, coincidiendo con un incremento en la eficiencia de remoción de DQO.

Durante el periodo de arranque de un reactor de lecho fijo el proceso de colonización se inicia con la adhesión de algunas células de bacterias a la superficie del soporte en una fase de adhesión, seguida por una fase de colonización, en donde se presenta una comunicación intercelular, crecimiento y formación de polisacárido.

En una siguiente fase el crecimiento celular aumenta, así como la cantidad de polisacárido que permite la adhesión, creando una biopelícula de mayor espesor y más resistente al desprendimiento de las células que crecen sobre las superficies expuestas a corrientes de líquidos.

Cresson *et al.* (2006), Indican que, de acuerdo a las fases sucesivas de formación de biopelículas, en la operación de un reactor de lecho turbulento inverso, las macromoléculas orgánicas son absorbidas en la superficie sólida durante un periodo inicial de operación batch en un muy corto periodo de tiempo después de la exposición del sólido a la fase acuosa, facilitando a partir de entonces el desarrollo de una biopelícula activa. En paralelo, las células planctónicas son transportadas a la superficie del soporte estableciendo interacciones para la adhesión a éste. Las fuerzas de atracción generalmente involucradas en este proceso son fuerzas de van der Waals, enlaces por puente de hidrógeno y atracciones electrostáticas o hidrofóbicas, y ocurren rápidamente después de la inoculación.

Thaiyalnayaki (2012), ha considerado que el desarrollo de la biomasa y su adherencia al soporte son factores vitales que determinan el eficiente desempeño de un reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio.

De acuerdo a Michaud *et al.* (2005) y Houbroun *et al.* (2012) , el periodo de arranque de un reactor puede ser visto como el tiempo necesario para la selección y justo arreglo de la más apropiada variedad de bacterias de un consorcio, en donde están relacionadas unas a otras de acuerdo al sustrato.

VIII.5 OPERACIÓN DEL LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS

VIII.5.1 Operación del LFI a una carga de 0.5 g DQO/L·d

La operación en continuo se inició con una carga de 0.5 g DQO/L·d, correspondiente a una carga orgánica específica de 0.1012 g DQO/m²·d. La concentración de la vinaza alimentada fue ajustada con diluciones a 0.9 g DQO/L o valores muy cercanos a éste (con un promedio de 0.82 g DQO/L). Así mismo, se controló el flujo de alimentación de la vinaza diluida y el flujo de recirculación, haciendo un caudal

total del influente de 677.72 L/d, consiguiendo una velocidad descensional de 7.325 m/h. El LFI se operó a esta carga durante un periodo de 31 días. El tiempo de residencia hidráulica fue de 1.8 días. Las condiciones de operación del LFI en esta carga se muestran en la Tabla 8.6.

En la Figura 8.17 se muestra la evolución de la DQO durante este periodo de tiempo, en este caso puede observarse que la concentración del efluente presentó grandes variaciones a lo largo del periodo de operación a esta carga.

Tabla 8.6 Condiciones de operación del LFI a una carga de 0.5 g DQO/L·d.

Carga orgánica específica gDQO/m ² d	Flujo de Alimentación L/d		Flujo de recirculación L/d	TRH (d)	DQO Influyente g DQO/L		DQO Efluente g DQO/L	
	Promedio	Desviación estándar			Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
0.1012	0.9216	0.0	676.8	1.8	0.82	0.14	0.344	0.122

Así mismo, en la Figura 8.17, se observa que desde el inicio de la operación hasta el día 12, la eficiencia de remoción se mantuvo entre 66 y 84 %. A partir del día 12 y hasta el día 28, la eficiencia de operación disminuyó con respecto a los días anteriores, incrementándose al día 31 hasta alcanzar un valor de 56%. La eficiencia de remoción de DQO promedio fue de 58%, con un valor máximo de 84 %. Durante la operación con esta carga orgánica volumétrica no hubo producción de biogás.

Fig. 8. 17 Evolución de la DQO y porcentaje de eficiencia de remoción de DQO en el LFI a una carga de 0.5 g DQO/L·d

VIII.5.2 Operación del LFI a una carga de 1.0 g DQO/L·d

A partir del día 32 de operación en continuo del LFI, se incrementó la carga orgánica volumétrica a 1.0 g DQO/L·d, correspondiente a una carga orgánica específica de 0.2024 g DQO/m²·d. La concentración del influente para esta carga fue ajustada con diluciones de la vinaza a valores aproximados a 50 g DQO/L (con un promedio de 52.64 g DQO/L). Durante la operación del LFI a esta carga se mantuvo un control del flujo de entrada de la vinaza diluida así como del flujo de recirculación, obteniendo una caudal total de entrada de 676.88 L/d. El reactor se operó bajo esta carga durante un periodo de 105 días, con un TRH de 50 días, completándose dos tiempos de residencia. El caudal de alimentación y la tasa de recirculación se indican en la Tabla 8.7. La evolución de la DQO se muestra en la Figura 8.18.

Tabla 8.7 Condiciones de operación del LFI a una carga orgánica volumétrica de 1.0 g DQO/L·d

Carga orgánica específica gDQO/m ² d	Flujo de Alimentación L/d		Flujo de recirculación L/d	TRH (d)	DQO Influyente g DQO/L		DQO Efluente g DQO/L	
	Promedio	Desviación estándar			Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
0.2024	0.039	0.006	676.8	50	52.64	14.78	12.66	5.25

Fig. 8. 18 Evolución de la DQO en el LFI operando a una carga de 1 g DQO/L·d

En la Figura 8.19, se observa que desde el inicio de la operación del reactor a la carga de 1.0 g DQO/L·d y hasta el día 40, la eficiencia de remoción se mantuvo muy cercana al 80% o por arriba de este valor. Sin embargo, entre el día 41 y 54, la eficiencia disminuyó hasta un valor aproximado a 60%. A partir del día 55 y hasta el final de la operación a esta carga, a pesar de que la eficiencia de remoción de DQO disminuye, el sistema parece alcanzar estabilidad, pues la variación en la eficiencia se reduce. Finalmente, la eficiencia promedio de remoción a esta carga fue de 67% y se cumplen dos TRH.

Fig. 8.19 Eficiencia de remoción de DQO en el LFI operando a una carga de 1.0 g DQO/L·d.

Por otro lado, y con respecto a la producción de metano, se observa que después de 21 días de haber iniciado la operación del reactor a una carga de 1.0 g DQO/L·d, se observa la generación de biogás. En la Figura 8.20 se observa que el volumen de metano producido presentó variaciones a lo largo de tiempo en que el LFI operó bajo esta carga, manteniéndose en un rango de 0.33 a 0.46 LCH₄/d. Así mismo, se observa que el rendimiento de metano alcanzó valores entre 0.11 y 0.19 LCH₄/gDQO_{removida} en los días 21 a 63, incrementándose posteriormente hasta valores por arriba de 0.33 LCH₄/gDQO_{removida}, llegando a alcanzar el valor teórico de 0.35 LCH₄/gDQO_{removida}.

Fig. 8. 20 Producción y rendimiento de metano en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando a una carga de 1 g DQO/L.d

VIII.5.3 Operación del LFI a una carga de 3.3 g DQO/L·d

Una vez que se consiguió una estabilidad en el sistema a una carga de 1.0 g DQO/L·d, se operó el reactor a una carga de 3.3 g DQO/L·d y una carga orgánica específica de 0.668 gDQO/m²·d. Se utilizó como influente vinaza cruda, sin diluir, obtenida durante los muestreos en la destilería. En la caracterización de esta vinaza se encontraron diferentes valores de DQO, en un rango de 73.0 g DQO/L hasta 130.0 g DQO/L, de tal manera que, para lograr la carga deseada en el LFI que mantenía un volumen fijo de 1.7 L, fue necesario calcular el flujo de alimentación para las diferentes concentraciones de DQO de la vinaza empleada como influente. El flujo de alimentación promedio de la vinaza cruda fue de 0.052 L/d. Cuando el reactor se operó a esta carga, el flujo de recirculación se disminuyó a un valor de 576.0 L/d, obteniéndose un caudal total de entrada de 576.052 L/d y una velocidad descensional de 6.234 m/h. La disminución en el caudal de recirculación y por

consiguiente en la velocidad descensional, fue consecuencia de un incremento en el volumen y la expansión del lecho, que empezó a presentarse al inicio de la operación a esta carga, debido al aumento en la colonización de las partículas de soporte. El LFI se operó durante 119 días a la carga de 3.3 g DQO/L·d y el tiempo de residencia fue de 34 días, cumpliéndose tres TRH (Tabla 8.8).

Tabla 8.8 Operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio a una carga de 3.3 g DQO/L.d.

Carga orgánica específica gDQO/m ² d	Flujo de Alimentación L/d		Flujo de recirculación L/d	TRH (d)	DQO Influyente g DQO/L		DQO Efluente g DQO/L	
	Promedio	Desviación estándar			Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
0.6680	0.052	0.012	576.0	34	109.27	23.48	43.71	8.46

La evolución de la DQO en el LFI operando a una carga de 3.3 g DQO/L·d se presenta en la Figura 8.21. Puede apreciarse que desde el inicio de la operación a esta carga y hasta el día 38 operando a esta condición, la remoción de DQO disminuyó; sin embargo, a partir del día 40 el reactor parece mejorar su desempeño, pues presenta menos variaciones en la DQO del efluente a pesar del incremento en la concentración del influente.

Fig. 8. 21 Evolución de DQO en el LFI operando a una carga de 3.3 g DQO/L·d

El comportamiento de la eficiencia de remoción a lo largo del periodo de operación a una carga de 3.3 g DQO/L·d se presenta en la Figura 8.22. Se observa que durante los primeros 38 días de operación bajo a esta carga, la eficiencia disminuyó hasta valores próximos a 40%, posterior a este comportamiento, y a partir del día 40 hasta el día 103 de operación, la eficiencia presentaba un comportamiento de incrementos y disminuciones en periodos de aproximadamente diez días, pero tendiendo a aumentar. Después del día 103 y hasta el día 120 la eficiencia de remoción se mantuvo casi constante a un valor aproximado a 67%. En este periodo de operación de 119 días, la eficiencia de remoción de DQO promedio fue de 59%.

Fig. 8. 22 Eficiencia de remoción de DQO en el LFI operando a una carga de 3.3 g DQO/L·d

En relación la producción de metano en el sistema operando bajo la carga de 3.3 g DQO/L·d, puede observarse en la Figura 8.23 que al inicio de la operación a esta carga, tanto el volumen de metano como el rendimiento del mismo disminuyeron, incrementándose a partir del día 14 y hasta el 21. Posteriormente, a partir del día 26 y hasta el final de la operación del sistema a la carga de 3.3 g DQO/L·d, se observa menos variación en los valores del rendimiento de metano, manteniéndose entre 0.27 y 0.35 LCH₄/g DQO_{removida}.

Fig. 8. 23 Volumen y rendimiento de CH₄ en el reactor de lecho fluidizado inverso operando a una carga orgánica volumétrica de 3.3 gDQO/L.d

VIII.5.4 Operación del LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d

Con la finalidad de probar la tolerancia del LFI a una mayor carga orgánica volumétrica, se operó el reactor a una carga de 6.8 g DQO/L·d, correspondiente a una carga orgánica específica de 1.377 g DQO/m²·d, empleando vinaza cruda (con un valor de DQO promedio de 163.7 g DQO/L). Dado que se mantenía un volumen fijo de 1.7 L en el reactor, fue necesario determinar el valor de flujo del influente, correspondiente a un caudal de 0.073 L/d de vinaza cruda (Tabla 8.9). El caudal de recirculación fue de 475.2 L/d, haciendo un caudal total de entrada de 475.273 L/d y una velocidad descensional de 5.143 m/h. Al igual que en el caso de la operación del reactor a la anterior carga orgánica volumétrica, al inicio de esta carga se reguló el flujo de recirculación para disminuir la velocidad descensional y evitar así, un aumento en la expansión del lecho con respecto al establecido inicialmente en la operación del reactor.

Durante la operación del LFI a esta carga, el TRH fue de 20 días y debido a que el reactor se operó bajo estas condiciones durante 45 días, se cumplieron dos tiempos de residencia hidráulica (Tabla 8.9).

Tabla 8.9 Condiciones de operación del LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d

Carga orgánica específica gDQO/m ² d	Flujo de Alimentación L/d		Flujo de recirculación L/d	TRH (d)	DQO Influyente g DQO/L		DQO Efluente g DQO/L	
	Promedio	Desviación estándar			Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
1.377	0.073	0.008	475.2	23	163.69	28.96	84.78	24.18

En la Figura 8.24 se muestra el comportamiento de la DQO durante el tiempo de operación del LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d, puede observarse que desde el inicio de la operación a esta carga y hasta el día 17, no se presentaron variaciones considerables en la concentración del efluente, sin embargo cuando la concentración del influente aumentó, se presentó una mayor variación en la concentración del efluente, esto durante los días 19 a 33. Posteriormente, la concentración del efluente se mantuvo en valores muy cercanos con menos variaciones, considerando que el sistema presentaba estabilidad.

Los valores de eficiencia de remoción alcanzados durante la operación del sistema a la carga de 6.8 g DQO/L·d se muestran en la Figura 8.25. Desde el inicio de la operación a esta carga y hasta el día 33, la eficiencia de remoción presentó variaciones considerables y disminuyó hasta 40%. Después de este periodo de tiempo, la eficiencia de remoción se incrementó ligeramente, a manteniéndose en valores entre 42 hasta 48 % hasta el final de la operación del sistema a esta carga. Se consideró que a pesar de haber disminuido la eficiencia de remoción, a partir del día 33 el sistema alcanzó estabilidad. La eficiencia de remoción de DQO promedio en el LFI operando a una carga de 6.8 g DQO/L·d fue de 50 %.

Fig. 8.24 Comportamiento de la DQO en el LFI operando a 6.8 g DQO/L.d.

Fig. 8.25. Eficiencia de remoción de DQO en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio durante su operación a una carga de 6.8 g DQO/L.d

Por otro lado, la generación de metano así como el rendimiento del mismo, se muestran en la Figura 8.26. Puede observarse que desde el inicio de la operación y hasta el día 17 el rendimiento de metano disminuyó. Posterior a este periodo de

tiempo, se observó un incremento en el rendimiento, alcanzando estabilidad a partir del día 24, con valores de rendimiento de metano entre 0.294 y 0.309 $\text{LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removida}}$. A pesar de que la eficiencia de remoción y el rendimiento de metano disminuyeron, con respecto a la operación del sistema en la carga anterior, se observa que se alcanza una estabilidad en un corto tiempo.

Fig. 8.26. Volumen y rendimiento de metano en el LFI operando a una carga de 6.8 g DQO/L.d.

VIII.5.5 Operación del LFI a una carga de 10.4 g DQO/L·d

Cuando el reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio operado a una carga orgánica volumétrica de 6.8 g DQO/L.d alcanzó estabilidad, se incrementó la carga a un valor de 10.4 g DQO/L.d, correspondiente a una carga orgánica específica de 2.105 g DQO/m².d. El flujo de alimentación promedio en esta carga fue de 0.081 L/d y el flujo de recirculación de 360 L/d, haciendo un total de entrada de 360.081 L/d,

y dando lugar a una velocidad descensional de 3.896 m/h. Como ocurrió con la operación del LFI a las cargas anteriores, al final de la operación del LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d, el volumen del lecho colonizado se incrementó, por lo que se disminuyó el caudal de recirculación al inicio de la operación a la carga orgánica volumétrica de 10.4 g DQO/L·d. El TRH y así como los valores promedio de DQO del influente y efluente se muestran en la Tabla 8.10.

Tabla 8.10 Operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio a una carga de 10.4 g DQO/L·d

Carga orgánica específica gDQO/m ² d	Flujo de Alimentación L/d		Flujo de recirculación L/d	TRH (d)	DQO Influyente g DQO/L		DQO Efluente g DQO/L	
	Promedio	Desviación estándar			Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
2.105	0.081	0.0	360.0	21	218.51	0.0	151.76	15.29

La vinaza cruda empleada en la alimentación del sistema tuvo una concentración de 218.51 g DQO/L. La evolución de la DQO durante el periodo de operación del reactor a la carga de 10.4 g DQO/L·d, se muestra en la Figura 8.27. Como puede observarse, la DQO del influente fue constante y la concentración del efluente no disminuyó considerablemente, manteniéndose en un rango de 135.8 g DQO/L a 172.15 g DQO/L durante el periodo de operación de 14 días del LFI a esta carga.

Al operar el reactor a una carga orgánica volumétrica de 10.4 g DQO/L·d, se presentó inestabilidad en su operación, causando una disminución en la eficiencia de remoción de DQO hasta un valor de 21%. La eficiencia máxima alcanzada en este periodo fue de 37 % y al final de la operación a esta carga, el promedio de eficiencia de remoción fue de 30% (Figura 8.28), siendo la más baja observada durante la operación del LFI, en comparación con las anteriores cargas orgánicas volumétricas evaluadas.

Fig. 8.27 Evolución de la DQO en el LFI a una carga de 10.4 g DQO/L·d.

Otro efecto del incremento en la carga orgánica volumétrica en el LFI fue la disminución del pH, pues este alcanzó un valor de 5 y fue necesario ajustarlo diariamente. Se asume que la disminución de pH puede ser ocasionada por la acumulación de algunos ácidos orgánicos intermediarios que se producen durante el tratamiento anaerobio, tales como, butírico, propiónico y acético.

Fig. 8. 28 Eficiencia de remoción de DQO en el LFI operando a una carga de 10.4 g DQO/L·d.

Además de la disminución en la eficiencia de remoción y en el pH, en el reactor también se redujo la producción del volumen de metano y el rendimiento del mismo. Como puede observarse en la Figura 8.29, después del cuarto día de operación del reactor a una carga de 10.4 g DQO/L.d, la producción de metano empezó a disminuir y el rendimiento bajó hasta 0.182 LCH₄/gDQO_{removida}, hasta llegar a desaparecer en el noveno día de operación bajo esta carga.

Fig. 8.29 Volumen de metano producido y rendimiento de metano en el LFI a una carga de 10.4 g DQO/L.d

VIII.5.6 Recuperación de la estabilidad en la operación del LFI

Debido a los problemas presentados durante la operación del reactor a una carga de 10.4 g DQO/L.d, se suspendió la operación en continuo y se operó el reactor en batch durante un periodo de 12 días. Después de operar el reactor en batch, se reinició la operación en continuo a una carga de 4.0 g DQO/L.d, con un caudal de entrada de vinaza cruda de 0.0453 L/d y un TRH de 37.5 días. Posteriormente, se incrementó la carga a 7.0 g DQO/L.d, alimentando vinaza cruda a un flujo de 0.0883 L/d, con un TRH de 19.24 días.

En la Figura 8.30 se muestra el comportamiento de la DQO durante la operación del reactor en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d. Como puede observarse, la concentración del efluente se hizo menor a medida que avanzó en tiempo de operación del reactor en modo batch, tal como se esperaba. Al operar el reactor a una carga de 4.0 g DQO/L·d la concentración del efluente disminuyó favorablemente, sin embargo al incrementar la carga a un valor de 7.0 g DQO/L·d, la concentración del efluente presentó gran variación en los primeros días de la operación a esta carga, disminuyendo la variación en los últimos días de operación bajo esta carga.

Así mismo, en la Figura 8.31 se presentan las eficiencias de remoción del LFI operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d. Después de la operación en batch el pH del efluente alcanzó un valor cercano a 7.0 y se obtuvo una eficiencia de remoción de DQO promedio de 28%.

Durante la operación en continuo a una carga de 4.0 g DQO/L·d. entre los días 16 y 23 el sistema alcanzo cierta estabilidad sin superar el 30 % de eficiencia de remoción, pero logró un incremento entre los días 26 y 33 alcanzando una eficiencia máxima de remoción de 58%. Bajo esta condición de operación el sistema consiguió una eficiencia de remoción promedio de 50%.

Cuando la carga orgánica volumétrica se incrementó a 7.0 g DQO/L·d la eficiencia de remoción disminuyó drásticamente hasta un 10%, sin embargo a partir del día 42 la eficiencia de remoción de DQO aumenta y presenta más estabilidad manteniéndose entre 38 y 48 %. El LFI operando a esta carga orgánica volumétrica alcanzó una eficiencia de remoción promedio de 50%.

Figura 8.30 Evolución de la DQO en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d

Figura 8.31 Eficiencias de remoción en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d

Por otro lado, la producción de metano en el LFI se recuperó después de la operación del sistema en batch, obteniendo un rendimiento promedio de 0.220 $\text{LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removida}}$ y de 0.174 $\text{LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removida}}$ a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d, respectivamente. En la Figura 8.32 se muestra el volumen de metano y el rendimiento del mismo a estas cargas.

Figura 8.32 Volumen de metano y rendimiento del mismo en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando en batch y a las cargas de 4.0 g DQO/L·d y de 7.0 g DQO/L·d

VIII.6 OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO A UNA CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA DE 6.4 g DQO/L·d Y DIFERENTES TIEMPOS DE RESIDENCIA HIDRAULICA

Cuando el reactor recuperó su estabilidad, se operó a diferentes tiempos de residencia hidráulica, disminuyéndolos gradualmente y con la finalidad de optimizar su operación.

Los diferentes tiempos de residencia hidráulica de 10, 5 y 1 días se aplicaron bajo una carga promedio de 6.4 g DQO/L·d (correspondiente a una carga orgánica específica de 1.296 g DQO/m²·d) debido a que fue en ésta, en donde el LFI presentó un mejor desempeño en relación al tiempo en que alcanzó una estabilización, a pesar de que disminuyó su eficiencia de remoción con respecto a la carga de 3.3 g DQO/L·d.

Durante la operación del LFI a la carga de 6.4 g DQO/L·d se mantuvo un flujo de recirculación de 360 L/d, manteniendo una velocidad descensional de 3.9 m/h y evitando así la expulsión de soporte colonizado por la salida del efluente. En la Tabla 8.11 se muestran las condiciones a las que operó el LFI a los diferentes TRH. Así mismo, la Figura 8.33 muestra el comportamiento de la DQO y la Figura 8.34 las eficiencias de remoción bajo estas condiciones.

Tabla 8.11 Condiciones de operación del LFI a diferentes TRH y carga orgánica volumétrica de 6.4 g DQO/L·d

TRH (días)	Flujo de alimentación Influente L/d	DQO Influente g DQO/L		DQO Efluente g DQO/L		Eficiencia de remoción de DQO %	
		Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar	Promedio	Desviación estándar
10	0.17	61.81	9.47	51.14	10.78	23.65	17.26
5	0.34	32.21	1.47	22.51	7.04	41.18	16.47
1	1.7	6.54	0	3.19	0.38	51.22	5.3

Durante la operación del reactor bajo una CVA igual a 6.4 g DQO/L·d y con un tiempo residencia hidráulica de 10 días se completan tres tiempos de residencia. La menor remoción de DQO obtenida fue de 2637.44 mg DQO/L con una eficiencia de 4.10 % y la máxima remoción alcanzada fue de 28,718.24 mg DQO/L y una eficiencia de 44.56 % al final del periodo. La eficiencia de remoción promedio fue de 23.7 %. Al final de la operación bajo esta condición, fue necesario ajustar el pH diariamente.

Figura 8.33. Evolución de la DQO en el LFI operando a una carga de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH.

Cuando el reactor se operó durante un periodo de tiempo de 20 días, a un TRH de 5 días, se completaron cuatro tiempos de residencia. En este caso, durante los primeros tres TRH evaluados se presentaron menos cambios en el pH.

En el último TRH evaluado, no fue necesario ajustar el pH. La menor remoción de DQO obtenida fue de 2982.24 mg DQO/L con una eficiencia de 9.9 % y la máxima remoción alcanzada fue de 19,258.41 mg DQO/L y una eficiencia de 57.42 % al final del periodo. Así mismo, se obtuvo una eficiencia de remoción de DQO promedio de 41.2 %.

Una eficiencia promedio de 51.22 % es obtenida cuando el reactor se operó a un THR igual a un día, sin embargo se observa una tendencia a seguir disminuyendo hasta alcanzar una eficiencia de 42%, completándose diez tiempos de residencia. Se mantuvo una estabilidad en la concentración del efluente y del pH.

Figura 8.34. Eficiencia de remoción de la DQO en el LFI operando a una carga de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH.

Cuando el LFI operó a los TRH de 10, 5 y 1 días, se observó una inestabilidad en el sistema cada vez que se disminuyó el TRH, ya que la eficiencia de remoción se redujo justamente cuando se modificó el TRH a uno menor, pero se recuperó al final de cada periodo de operación a diferentes TRH, alcanzando eficiencias de remoción menos variables.

El volumen y el rendimiento de metano obtenido durante la operación del reactor a los tres diferentes tiempos de residencia y una carga de 6.4 g DQO/L·d, se muestran en la Figura 8.35.

Puede observarse que el rendimiento de metano presentó gran variación durante la operación del reactor a un tiempo de residencia hidráulica de 10 días, alcanzando el valor teórico de 0.350 LCH₄/gDQO_{removida} y disminuyendo al final de este periodo de operación hasta un valor de 0.031 LCH₄/gDQO_{removida}.

Cuando el TRH se incrementa 5 días, el rendimiento de metano aumenta nuevamente alcanzado un valor máximo de 0.237 LCH₄/gDQO_{removida}. En los

siguientes 11 días de operación del sistema a este TRH, el rendimiento de metano sigue disminuyendo hasta llegar a 0.153 LCH₄/gDQO_{removida}.

Durante la operación del reactor a un tiempo de residencia hidráulica de 1 día, el rendimiento de metano disminuyó hasta un valor de 0.097 LCH₄/gDQO_{removida}, sin embargo a partir del día 54 y hasta el 60, el rendimiento de metano presentó mayor estabilidad, manteniéndose en un rango de 0.138 a 0.159 LCH₄/gDQO_{removida}.

Puede observarse así, que cuando el TRH disminuyó de 19.24 días (operando el LFI a una carga de 7.0 g DQO/L·d con vinaza cruda) a un TRH de 10 días, el sistema presentó inestabilidad, y aunque la eficiencia de remoción de DQO y el rendimiento de metano disminuyeron al final de la operación a un TRH de 1 día, se observa menos variación en estos, considerando que el sistema alcanza estabilidad.

Figura 8.35. Volumen y rendimiento de metano en el LFI operando a una carga de 6.4 g DQO/L·d y diferentes TRH.

En la Tabla 8.12 se resumen las eficiencias de remoción alcanzadas durante la operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio a las diferentes cargas orgánicas volumétricas.

Tabla 8. 12 Eficiencias de remoción alcanzadas en el LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas.

DQO INFLUENTE (g DQO/L)		DQO EFLUENTE (g DQO/L)		DQO REMOVIDA (g DQO/L)		CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA (g DQO/L·d)		EFICIENCIA DE REMOCIÓN (%)		T. O. L.F.I. (DÍAS)	TRH (DÍAS)
Promedio	D. E.	Promedio	D. E.	Promedio	D. E.	Promedio	D. E.	Promedio	D. E.		
0.91	0.14	0.4	0.12	0.38	0.22	0.50	0.08	58.00	20.78	45	1.80
50.63	14.8	12.4	5.25	16.510	10.7	1.00	0.10	67.00	12.19	105	50.00
109.27	23.5	43.7	8.46	64.404	27.1	3.30	0.13	59.00	11.85	119	34.00
163.69	28.9	84.8	24.2	80.970	22.9	6.80	0.27	50.00	7.56	45	20.00
218.51	0.0	153.0	15.3	65.48	15.3	10.4	0.0	29.97	21.22	14	26.00

D. E.: Desviación Estándar

T. O.: Tiempo de Operación del Reactor de Lecho Fluidizado Inverso (Días).

Así mismo, la Figura 8.36 muestra una comparación del comportamiento del LFI a lo largo del tiempo en el que se operó, en relación a las eficiencias de remoción alcanzadas. En la figura puede observarse que después del incremento de carga, las eficiencias de remoción disminuyen, y al final de cada carga, aunque presentan menor porcentaje de eficiencia de remoción, alcanzan cierta estabilidad.

Los resultados de remoción de DQO obtenidos en este trabajo, operando el LFI anaerobio a diferentes cargas orgánicas volumétricas, pueden ser comparados con estudios previos en donde emplearon como influente vinazas.

Figura 8.36. Eficiencias de remoción obtenidas en el LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas.

Buffière *et al.* (1995), reportaron eficiencias de remoción de carbono entre 75 y 92 % a cargas orgánicas desde 2 hasta 18 g DQO/L·d trabajando con un lecho fluidizado (flujo ascendente) usando partículas de puzolana de 385 μm .

Por otro lado, García *et al.* (1998), en un lecho fluidizado inverso, usando pelita como soporte, llevaron a cabo incrementos de carga orgánica volumétrica desde 3 hasta 15 g DQO/L·d, pero el reactor fue desestabilizado y la remoción de carbono fue solamente de 55 % al final del experimento y la carga del influente tuvo que ser disminuida.

Así mismo, Buffière *et al.* (2000); en un reactor similar, un lecho turbulento inverso con una corriente de gas ascendente, usando Extendspher® como soporte, aplicó

incrementos de carga desde 2 hasta 23 g DQO/L·d con una eficiencia de remoción de carbono de 77 %.

Pérez *et al.* (2001) trataron aguas residuales de destilería en un reactor de lecho fluidizado anaerobio (ascendente) termofílico. La remoción de DQO disminuyó desde 96.6 a 81.5 % a tiempos de residencia hidráulica de 60.0 y 11.0 h, respectivamente, y cargas orgánicas volumétricas de 5.7 y 32 g DQO/L·d usando como soporte partículas de cristal poroso. Al aplicar una sobrecarga, el pH disminuyó y la remoción del sustrato bajó hasta 35 %.

Algunos otros estudios han reportado el tratamiento de aguas residuales de destilería usando diferentes procesos anaerobios, tales como filtros anaerobios y reactores UASB alcanzando eficiencias de remoción cercanas a 80 % con cargas orgánicas de 12 g DQO/L·d y TRH de 1-2 días (Craveiro *et al.* 1996).

De igual manera, investigaciones anteriores han reportado diferentes eficiencias de remoción de DQO en LFI. Thaiyalnayaki y Sowmeyan (2012), alcanzaron una eficiencia de remoción de DQO de 55% al operar un reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio a una carga máxima de 15 Kg de DQO/m³·d, tratando aguas residuales de alta carga.

Por otro lado, Alvarado *et al.* (2008), obtuvieron eficiencias de remoción superiores a 80 % con cargas volumétricas de hasta 30 g DQO/L·d en un LFI tratando aguas residuales de industria cervecera.

En el presente trabajo, el valor de DQO del agua residual cruda en estudio, empleada como influente en la carga orgánica volumétrica de 10.4 g DQO/L·d, fue, en promedio, 218.51 g DQO/L, la más alta con respecto a los valores de concentración de DQO de la vinaza empleada en las diferentes cargas evaluadas.

Es importante considerar que las vinazas provenientes de la producción de etanol contienen compuestos recalcitrantes tales como compuestos orgánicos poliaromáticos, polifenólicos, productos de lignina, taninos y ácidos húmicos (Zayas *et al.* 2010), mismos que impiden una considerable disminución de la DQO al no ser removidos.

La presencia de sustancias inhibitorias en las vinazas, tales como los compuestos fenólicos, dificulta el proceso de digestión anaerobia. Es conocido que estos compuestos son tóxicos e interfieren en la actividad de microorganismos metanogénicos. Además, la alta salinidad de estos efluentes, observada en sus altos valores de conductividad (en algunos casos de hasta 40 mS/cm) pueden causar problemas de presión osmótica a los microorganismos responsables de la digestión anaerobia (Jiménez *et al.* 2006). Las anteriores consideraciones podrían ser la causa de la desestabilización del sistema al operarlo con la carga de 10.4 g DQO/L·d.

Los valores del rendimiento de metano y su comportamiento durante la operación del reactor a diferentes cargas orgánicas volumétricas, se muestran en la Tabla 8.13 y Figura 8.37 respectivamente.

Puede observarse que durante la operación del LFI en Batch y en continuo a una carga de 0.5 g DQO/L·d, no hubo generación de metano, iniciándose la producción del mismo hasta los 110 días de operación del sistema a una carga de 1.0 g DQO/L·d. Se observa una variación considerable del rendimiento de metano al inicio de su producción, pero se estabiliza al final de la etapa operando a esta carga.

En las cargas de 3.3 y 6.8 g DQO/L·d, la producción de biogás presentó comportamientos similares: se observa claramente que al incrementar las cargas, el rendimiento de metano disminuye, pero al final de la operación a estas dos cargas orgánicas volumétricas, la cantidad de metano aumenta manteniendo valores con menos variación.

Tabla 8.13. Rendimiento de metano obtenido a diferentes cargas orgánicas volumétricas en el LFI.

TIEMPO DE OPERACIÓN (Días)	CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA g DQO/L·d		RENDIMIENTO DE CH ₄ , Y (LCH ₄ /g DQO removida) Promedio	
	Promedio	Desviación Estándar	Promedio	Desviación Estándar
51	Operación en Batch			*
45	0.50	0.08	0.0	*
105	1.00	0.10	0.3076	0.052
119	3.30	0.13	0.3156	0.046
45	6.80	0.27	0.2383	0.059
14	10.40	0.0	0.1819	0.0
3	Operación en Batch			*
17	4.0	0.22	0.2201	0.016
18	7.0	0.55	0.1736	0.050
30	6.4	0	0.2123	0.014
20	6.4	0	0.1922	0.042
10	6.4	0	0.1488	0.021

*No hubo generación de CH₄

El sistema alcanza valores de rendimiento de metano promedio de 0.32 y 0.24 LCH₄/gDQO_{removida} para las cargas de 3.3 y 6.8 g DQO/L·d respectivamente. Al operar el reactor a una carga de 10.4 g DQO/L·d, el rendimiento de metano empieza a disminuir hasta desaparecer, mostrando un desequilibrio en el LFI, indicando una máxima carga bajo la cual ya no podía ser operado.

Figura. 8.37 Rendimiento de CH₄ en el LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas.

Una posterior operación del sistema en batch y con cargas de 4.0 y 7.0 g DQO/L·d, permitieron un nuevo incremento en el rendimiento de metano. Después de estos eventos, el reactor es operado con una carga de 6.4 g DQO/L·d y a diferentes tiempos de residencia.

El mismo comportamiento observado con el incremento de cargas se manifiesta al disminuir los tiempos de residencia: al inicio de cada etapa para los diferentes TRH de 10, 5 y 1 día el rendimiento de metano es bajo y va aumentando al final de las mismas. El comportamiento del sistema al final del TRH de 1 día permite observar que la variación del rendimiento disminuye y alcanza un valor promedio de 0.1488 LCH₄/gDQO_{removida}.

El análisis del comportamiento del rendimiento de metano a las diferentes cargas y TRH permite obtener información valiosa del momento en el que el sistema puede alcanzar la estabilidad.

Michaud *et al.* (2005) y Houbroun (2012), indican que el rendimiento de metano, definido como la cantidad de metano producido para una cantidad dada de materia orgánica removida, es el resultado de la actividad del consorcio anaerobio de bacterias. Esto es, el valor del rendimiento de metano es constante cuando el ecosistema anaerobio usa carbono para crecer y mantenerse solamente. Alcanzando el valor teórico del rendimiento de metano ($0.351 \text{ LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removida}}$) podría considerarse que todo el carbono puede ser utilizado por la biopelícula para la respiración anaerobia, creciendo y manteniéndose únicamente.

Los valores promedio de producción específica de metano obtenidos en este estudio son cercanos o en algunos casos iguales al valor teórico estequiométrico de $0.35 \text{ LCH}_4/\text{gDQO}_{\text{removida}}$, típico de un sistema anaerobio. Así mismo, estos resultados son similares a los obtenidos por otros autores, quienes argumentan que la síntesis de biopelícula es el motivo de la desviación de la relación teórica.

VIII.7 SEGUIMIENTO DE LOS SÓLIDOS SUSPENDIDOS VOLÁTILES Y COLONIZACIÓN DEL SOPORTE A LAS DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS

Durante la operación del reactor de Lecho Fluidizado Inverso Anaerobio a diferentes cargas orgánicas volumétricas, se presentaron diversos eventos relacionados con el crecimiento de la biopelícula adherida al soporte y la expansión del lecho.

A continuación, se presentan los resultados obtenidos en el seguimiento de los Sólidos Suspendidos Volátiles. Así mismo, se describen las condiciones de la biopelícula colonizando el soporte a las diferentes cargas orgánicas volumétricas,

analizadas mediante observaciones al microscopio y la determinación de los Sólidos Volátiles Adheridos al soporte relacionando estos eventos con la expansión del lecho.

VIII.7.1 Seguimiento de los sólidos a las diferentes cargas orgánicas volumétricas

Durante la operación del LFI en continuo a las cargas orgánicas volumétricas de 0.5, 1.0, 3.3, 6.8 y 10.4 gDQO/L·d, se dio seguimiento a los sólidos. La Figura 8.38 muestra el comportamiento de los sólidos a lo largo de la operación del reactor a las diferentes cargas.

Como puede observarse en la Figura 8.38, existe una gran variación en la concentración de sólidos totales en la vinaza empleada como influente, encontrándose valores desde 59.14 g ST/L hasta 156.16 g ST/L, mientras que los sólidos totales volátiles se encontraron con valores desde 13.29 g ST/L hasta 107.15 g ST/L.

Los sólidos totales del efluente son considerados como la suma de los sólidos correspondientes a materia orgánica e inorgánica componente de la vinaza que no son removidos en el sistema más la biomasa que pudiera ser arrastrada en el efluente. Estos sólidos totales del efluente siguen un patrón de remoción en relación a la concentración de los sólidos totales de influente, de tal manera que cuando la concentración de ST es mayor en la vinaza cruda, también lo es en el efluente.

Los sólidos totales volátiles del influente presentaron variaciones considerables en relación a su concentración, pero también guardan relación directa con la concentración de los sólidos totales de dicho influente. Aunque la concentración de los sólidos totales volátiles del efluente no puede ser comparada con la de los sólidos totales volátiles del influente, ya que los primeros pueden contener biomasa

arrastrada, se observa que sí se encuentran en menor concentración a lo largo de la operación del LFI bajo las diferentes cargas orgánicas volumétricas.

En la Figura 8.38, se presenta también el comportamiento de los sólidos suspendidos en el efluente a lo largo de la operación del reactor a las diferentes cargas. Como puede observarse, la mayor concentración de sólidos suspendidos está dada por los sólidos suspendidos volátiles.

Es importante considerar el incremento de los sólidos suspendidos que se presenta al final de la operación del reactor a la carga de 3.3 g DQO/L·d, así como durante la operación a la carga de 6.8 g DQO/L·d. Este coincide con un aumento en el volumen del lecho, así como con la salida de soporte con biomasa por la salida de la recirculación. Y en el caso de la carga de 6.8 g DQO/L·d y de 10.4 g DQO/L·d, llegó a presentarse expulsión del soporte por la salida del efluente, de tal manera que fue necesario modificar el flujo de recirculación para bajar la velocidad descensional y evitar la pérdida de soporte colonizado.

Una característica muy importante para la calidad de los efluentes, es la concentración de los sólidos suspendidos volátiles. Los valores obtenidos en este trabajo (2.86 g SSV/L en promedio) pueden ser comparados con los obtenidos en otros trabajos en reactores de lecho fluidizado inverso y lecho turbulento inverso. Arnaiz *et al.* (2007) reporta una concentración de 1.46 g/L de sólidos suspendidos volátiles.

Fig. 8.38 Comportamiento de los sólidos en el LFI operando a diferentes cargas orgánicas volumétricas.

Una de las mayores ventajas de los reactores de lecho fluidizado anaerobio sobre los reactores de lodos suspendidos es la baja concentración de sólidos suspendidos en el efluente, aun a condiciones de operación con muy altas cargas orgánicas o hidráulicas. Sin embargo, en los reactores de lecho fluidizado de flujo ascendente o reactores de lecho fluidizado inverso, el crecimiento excesivo de biomasa y una gran producción de biogás podrían conducir a problemas operacionales tales como el lavado del soporte o problemas en la fluidización tal como la intensa salida de gas o contracción del lecho.

VIII.7.2 Porcentajes de colonización del soporte del LFI a las diferentes cargas orgánicas volumétricas

Cuando el LFI se operó a las cargas de 3.3, 6.8 y 10.4 g DQO/L·d y se presentaron eventos de incremento en el volumen del lecho o salida del soporte en el efluente, se determinó el porcentaje de colonización del soporte Extendsphere®. Para lo anterior, se tomaron 30 muestras de la parte superior, 30 de la parte intermedia y 30 de la parte inferior del reactor (para cada carga). Se realizaron las observaciones al microscopio y se contó, en cada muestra, el número de esferas de soporte colonizadas, considerando como el 100% al número de esferas observadas en el campo de cada muestra.

Durante las observaciones al microscopio, se pudo observar que todas las esferas de Extendsphere®, en todas las muestras de la parte superior, media e inferior del reactor, y para todas las cargas, se encontraban colonizadas, por lo que se puede considerar que el 100 % del soporte estuvo colonizado durante la operación del LFI a todas las cargas evaluadas.

Las Figuras 8.39, 8.40 y 8.41 muestran observaciones al microscopio de soporte tomado de la parte superior del reactor para la carga de 3.3 g DQO/L·d, de la parte media para la carga de 6.8 g DQO/L·d y de la parte inferior para la carga de 10.4 g DQO/L·d respectivamente.

Es importante mencionar que aun cuando todas las esferas de soporte se encontraban colonizadas, no todas presentaban la misma cantidad de biomasa adherida al soporte, de tal manera que se encontraban partículas de soporte de tamaño considerable, con hasta 0.45 mm de longitud (en su parte más ancha) y partículas con mucha menos biomasa adherida, con un tamaño de 0.097 mm (en la parte más ancha de la partícula).

Así mismo, durante las observaciones al microscopio de las muestras de soporte del reactor operando a una carga de 3.3 g DQO/L·d, se observó que en las muestras de soporte tomadas en la parte superior y media del reactor se encontraba mayor cantidad de partículas con menor tamaño, de tal manera que se tomaron 10 muestras de la parte superior, media e inferior, y se contaron y midieron únicamente las partículas más pequeñas de soporte colonizado.

Es importante aclarar que las partículas de soporte colonizado más pequeñas que se midieron, resultaron tener un tamaño incluso menor al tamaño promedio del soporte sin colonizar, esto puede ser posible debido a pudo tratarse de partículas de soporte que tenían un tamaño menor al promedio antes de ser colonizadas (Figuras 8.39, 8.40 y 8.41).

Figura 8.39 Extendsphere® colonizado durante la operación LFI a una carga de 3.3 g DQO/L·d, muestra tomada en la parte superior del reactor.

Figura 8.40 Observación al microscopio de soporte tomado de la parte media del lecho del LFI operando a una carga orgánica volumétrica de 6.8 g DQO/L.d.

Se encontró que para la parte superior, en promedio, un 38 % de las partículas tenían un tamaño promedio de 0.171 mm. En la parte media se encontró que en promedio el 31 % de las partículas tenía un tamaño promedio de 0.176 mm, muy similares en tamaño a las partículas de la parte superior y en la parte inferior el 20 % de las partículas tenían un tamaño promedio de 0.187 mm.

Figura 8.41 Observación al microscopio de soporte tomado de la parte inferior del lecho del LFI operando a una carga orgánica volumétrica de 10.4 g DQO/L.d. 80

VIII.7.3 Seguimiento de los Sólidos Volátiles Adheridos al soporte a las diferentes cargas orgánicas volumétricas.

La determinación de la cantidad de Sólidos Volátiles Adheridos al soporte por gramo de soporte ($g_{SVA}/g_{SOPORTE}$), se realizó a partir de la operación del reactor en continuo a una carga de 3.3 g DQO/L·d y para todas las cargas posteriores, considerando que se había conseguido estabilidad en la operación del reactor en esta carga y que habría suficiente biomasa colonizando el soporte para poder ser cuantificada por este método.

La Figura 8.42 muestra la cantidad, en gramos, de sólidos volátiles adheridos al Extendosphere® por cada gramo de soporte. En la Figura puede observarse que a una carga de 3.3 g DQO/L·d la cantidad máxima de sólidos volátiles adheridos al soporte fue de 0.15 $g_{SVA}/g_{SOPORTE}$.

El valor de los sólidos se incrementó durante la operación de LFI a una carga de 6.8 g DQO/L·d hasta un valor de 0.25 $g_{SVA}/g_{SOPORTE}$.

Fig. 8.42 Cantidad de Sólidos Volátiles Adheridos al soporte ($g_{SVA}/g_{SOPORTE}$) del LFI a diferentes cargas orgánicas volumétricas

Durante el periodo de operación a una carga de 10.4 g DQO/L·d, la cantidad de sólidos volátiles adheridos al soporte disminuyó hasta un valor de 0.11 g_{SVA}/g_{SOPORTE}, lo anterior coincide con la disminución en el pH en el sistema hasta un valor de 5, así como con la disminución del rendimiento de metano.

Al operar el sistema en batch, la cantidad de sólidos empezó a recuperarse hasta alcanzar un valor de 0.135 al final de la carga de 4.0 g DQO/L·d.

Cuando el LFI operó a una carga de 7.0 g DQO/L·d, la cantidad de sólidos volátiles adheridos se incrementó hasta alcanzar un valor de 0.20 g_{SVA}/g_{SOPORTE}.

Al inicio de la operación del LFI a una carga de 6.4 g DQO/L·d, la cantidad de sólidos volátiles adheridos disminuyó a 0.17 g_{SVA}/g_{SOPORTE}, sin embargo se recupera durante la operación a esta carga, manteniéndose en una rango de 0.213 g_{SVA}/g_{SOPORTE} a 0.287 g_{SVA}/g_{SOPORTE}.

El valor promedio fue de 0.20 g_{SVA}/g_{SOPORTE}. Los valores de biomasa adherida al Extendosphere® en el LFI durante las diferentes cargas volumétricas a las que operó, son semejantes a los reportados por Thaiyalnayaki y Sowmeyan (2006) al emplear un reactor de lecho fluidizado inverso, utilizando como soporte esferas de vidrio para tratar aguas residuales de destilería.

VIII.7.4 Expansión del lecho durante la operación del LFI a las diferentes cargas orgánicas volumétricas

Una de las variables controladas durante la operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio fue la velocidad descensional del líquido, definida como la relación del flujo del líquido entre el área transversal de la columna. La importancia

de esta variable radica en el hecho de que está relacionada directamente con la expansión del lecho.

Al arranque del sistema, se adicionó al reactor un volumen de 0.247 L de soporte seco, correspondiente a una altura estática del soporte de 0.063 m. Con este volumen de soporte, la tasa de relleno o porcentaje de soporte (definido como la relación del volumen de soporte seco entre el volumen útil del reactor) alcanzado, fue de 14.53%. Así mismo, la velocidad descensional alcanzada fue de 7.73 m/h, con un caudal de recirculación de 714.25 L/d, misma que permitió una expansión del lecho de 0.063 m a 0.42 m, correspondiente a un porcentaje de expansión de 65%. Con lo anterior, se logró una máxima expansión del lecho en la columna del reactor sin que el soporte fuera expulsado por la salida de la recirculación o por la salida del efluente del sistema.

Considerando que la colonización del soporte ocasiona un incremento en el volumen y en la altura del lecho, se controló el caudal de recirculación durante la operación del LFI en modo batch y a las diferentes cargas orgánicas volumétricas. El valor de flujo de entrada (que a su vez determinó la velocidad descensional e influyó en la expansión del lecho) se estableció al inicio de la operación del LFI a cada carga orgánica volumétrica, previendo que el lecho expandido a la velocidad fijada no alcanzara la salida de la recirculación.

Las alturas del lecho colonizado estático y su volumen, así como las alturas del lecho colonizado expandido al final de la operación a cada carga, se muestran en la Tabla 8.14. A partir de estos datos, fueron calculados los datos de tasa de relleno o porcentaje de soporte, la expansión relativa del soporte y el porcentaje de expansión del lecho.

En la Tabla 8.15 se muestran los valores del caudal de entrada del influente y la velocidad descensional alcanzada a dichos caudales para cada carga. Es importante mencionar que en el caso de la carga de 6.8 gDQO/L.d, el valor del

caudal de entrada es un valor promedio, ya que se disminuyó en dos ocasiones el valor de la recirculación por el incremento en el volumen del soporte, de tal manera que éste quedaba expuesto a ser expulsado por la salida de la recirculación.

Así mismo, se muestra el valor de la tasa de relleno o porcentaje de soporte para el Extendospher® seco. Aunque este parámetro es normalmente determinado para el soporte seco, en la Tabla 8.15 se indica también el porcentaje de soporte que se alcanzó a cada carga orgánica volumétrica con el soporte colonizado, midiendo su volumen en estado estático. Lo anterior se hizo con la finalidad de observar si existía un incremento en el volumen del soporte a cada carga establecida.

El valor de la expansión relativa del soporte, definida como la relación de la altura del lecho entre la altura de la columna también se muestra en la Tabla 8.15. La altura del lecho considerada para el cálculo es la altura alcanzada al final de la operación del LFI para cada carga. Como en este caso sí se presentó un incremento en la altura del lecho durante la operación a cada carga, se tuvo precaución en controlar el caudal de recirculación para evitar la expulsión de soporte colonizado por la salida de la recirculación. En cada caso se mantuvo un margen de 0.05 m aproximadamente entre el lecho expandido y la salida de recirculación.

El porcentaje de expansión del lecho, considerado como la relación de la diferencia del lecho expandido y el lecho no expandido entre la altura de la columna, se muestra también en la Tabla 8.15. Estos valores se presentan para cada carga orgánica volumétrica, y fueron calculados con las alturas alcanzadas por el lecho expandido al final de cada operación.

Tabla 8.14. Altura y volumen de lecho estático y altura del lecho expandido a diferentes cargas orgánicas volumétricas en el LFI.

Carga orgánica volumétrica g DQO/L·d	Altura del soporte colonizado estático m	Volumen del soporte colonizado estático L	Altura del lecho colonizado expandido m
Operación en Batch	0.071	0.276	0.405
0.5	0.075	0.296	0.410
1.0	0.09	0.355	0.420
3.3	0.12	0.473	0.425
6.8	0.172	0.670	0.440
10.4	0.158	0.630	0.420
6.4	0.165	0.650	0.425

Durante la operación del LFI en este estudio, se consideró importante controlar el nivel de fluidización del lecho. Se sabe que los reactores anaerobios de lecho fijo presentan grandes ventajas. Sin embargo, existen dos inconvenientes principales que dificultan el desarrollo de los procesos a gran escala. Uno de ellos es el largo tiempo necesario para el periodo de arranque, atribuido a la formación inicial de una biopelícula estable sobre el soporte sólido (Lauwers 1989, Pérez 1997). El otro inconveniente está relacionado con el difícil control de la formación de la biopelícula en el reactor.

8.15 Condiciones de expansión del lecho en el reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio operando a diferentes cargas orgánicas volumétricas.

Carga orgánica volumétrica g DQO/L·d	Q Influyente L/d	Velocidad descendencial m/h	Tasa de relleno o porcentaje de soporte %	Expansión relativa del lecho	Porcentaje de expansión del lecho %
Operación en Batch	677.72	7.33	16.24	0.74	60.91
0.5	677.72	7.33	17.41	0.75	60.91
1.0	676.88	7.32	20.88	0.76	60.00
3.3	576.05	6.23	27.82	0.77	55.45
6.8	475.27	5.14	39.41	0.8	45.45
10.4	360.08	3.90	37.10	0.77	50.91
6.4	360.25	3.90	38.24	0.76	47.27
6.4	360.42	3.90	38.24	0.77	47.27
6.4	361.78	3.92	38.24	0.77	47.27

En efecto, un gran crecimiento de la biomasa adherida en un reactor implica algunos problemas. En los procesos de lecho fluidizado, una elevada colonización del soporte provoca aglutinación y modifica la densidad de las biopartículas, induciendo a la estratificación del lecho (Buffière 1998, Michaud 2003). Estos fenómenos implican un ajuste progresivo de las condiciones hidrodinámicas aplicadas al reactor para mantener la fluidización de todas las partículas de soporte y para evitar el lavado de partículas colonizadas. Además, en los reactores de lecho fijo la acumulación excesiva de biomasa fija provoca una progresiva disminución de la actividad específica de la biopelícula asociada con limitaciones en la transferencia de masa (Myska 1994).

En la Tabla 8.14 puede observarse el incremento en la altura del lecho colonizado estático (y como consecuencia su volumen), derivado del crecimiento de biomasa

sobre el soporte. Debido a este incremento, y a que se mantenía controlada la altura del soporte expandido (con la disminución de la velocidad descendencial) para que no alcanzara la salida de recirculación, el porcentaje de expansión del lecho disminuyó desde 61% al inicio de operación del LFI hasta 47% al final de su operación (Tabla 8.15).

Bajo las condiciones de operación del reactor, a simple vista parecía no existir una aglutinación del soporte, pues aparentemente se observaba una adecuada fluidización del mismo. Sin embargo, las observaciones al microscopio indicaron ciertas condiciones en la formación de la biopelícula que podrían estar relacionadas con la estratificación del lecho, la eficiencia de remoción del sistema y el rendimiento del metano.

Diversas muestras de soporte colonizado tomadas de la parte superior, media e inferior del lecho, al ser observadas al microscopio, mostraron partículas de soporte con biomasa adherida de diferentes tamaños. Las muestras tomadas de las partes media e inferior (a las cargas de 3.3, 6.8, 10.4 y 6.4 g DQO/L·d) presentaban mayor cantidad de partículas con más cantidad de biomasa adherida que las muestras tomadas en la parte superior del lecho (Figuras 8.39, 8.40, 8.41, 8.43 a y b, 8.44 a y b, 8.45 a y b.) lo anterior indicaba una respuesta de estratificación del soporte.

8.43 a y b Muestra de soporte colonizado tomado de la parte superior del lecho.

8.44 a y b Muestra de soporte colonizado tomado de la parte media del lecho.

8.45 Muestra de soporte colonizado tomado de la parte inferior del lecho.

Otra característica importante de la biopelícula fue la forma en que ésta se desarrolló sobre el soporte. En las Figuras 8.44, 8.45 y 8.46 a, b y c, puede observarse que en varias partículas, el crecimiento de la biomasa está orientado hacia uno de los extremos del soporte.

Fig. 8. 46 a, b y c Partículas de soporte con crecimiento de biomasa en un extremo.

Lo anterior puede ser comparado con los resultados obtenidos en un trabajo encaminado a evaluar los efectos de los incrementos en la carga orgánica volumétrica, en un reactor de lecho turbulento inverso, tratando aguas residuales de destilería, desarrollado por Arnaiz *et al.* (2007), quienes observaron al microscopio biopartículas que confirmaban la presencia de biomasa en el soporte como colonias creciendo de manera localizada, es decir, a un lado del soporte sin cubrirlo de manera uniforme. Ellos señalan que no siempre hay una relación entre la concentración de biomasa y el desempeño de un reactor. Aun cuando queda claro que en un sistema en donde la materia orgánica es degradada sólo y exclusivamente por la acción de microorganismos, la velocidad de consumo de sustrato y el crecimiento o velocidad de producción de masa celular microbiana se debe relacionar directamente, existen algunos factores que podrían hacer esta relación no proporcional.

Es necesario tomar en cuenta que los microorganismos tienen la capacidad de adaptación, y puede ocurrir un desplazamiento de la población. Esta fuerte

selección suele presentarse en reactores alimentados con aguas residuales industriales, en los cuales sustratos poco comunes pueden seleccionar grupos muy específicos de bacterias, progresivamente más activos.

Los efectos de fricción debidos a la alta turbulencia y esfuerzos de corte de los reactores de lecho fluidizado podrían favorecer el crecimiento de biopelículas delgadas y activas (Buffière 2000, Pérez *et al.* 2001, Arnaiz *et al.* 2003); sin embargo, de acuerdo a los resultados obtenidos por Arnaiz *et al.* (2007) en el trabajo antes citado, ellos concluyen que el tipo de crecimiento adherido o morfología colonial (capa homogénea o en forma de racimo) es una característica del estrés bacteriano y podría influir considerablemente en la distribución espacial de las células. En relación a lo anterior, consideran también que la concentración de biomasa adherida activa dentro de un reactor de lecho fluidizado, podría ser una consecuencia tanto de la turbulencia y elevados esfuerzos de corte como de una progresiva selección biológica.

Por otro lado, y en relación a las velocidades descensionales aplicadas al lecho en el presente trabajo, cabe resaltar que diversos investigadores han evaluado la influencia de las condiciones hidrodinámicas sobre el desarrollo de las biopelículas en reactores de lecho fluidizado o lechos turbulentos tratando aguas residuales de destilerías o aguas residuales sintéticas (Michaud *et al.* 2003, Cresson *et al.* 2006, Arnaiz *et al.* 2007, Fernández *et al.* 2008).

Fernández *et al.* (2008) estudiaron la influencia de la expansión del lecho y de las cargas volumétricas aplicadas sobre la remoción de DQO y el rendimiento de metano. Un aumento en el porcentaje de fluidización del lecho de 20% a 40% y un incremento en las cargas volumétricas en un rango de 2 a 20 g DQO/L·d, demostraron tener una ligera influencia sobre la remoción de DQO pero un gran efecto sobre el rendimiento de metano.

En el caso particular de este trabajo, a la carga de 1 g DQO/L·d, en donde se aplicó un mayor caudal de recirculación y por lo tanto una mayor velocidad descensional, se obtuvo una eficiencia de remoción de DQO superior a la obtenida en las otras cargas volumétricas aplicadas (superior a 85%), esto ocurrió al principio de la operación del sistema a esta carga, entre los días 83 y 100 aproximadamente. Sin embargo después del día 100 y hasta el final de la operación del reactor a esta carga (día 192), la eficiencia empezó a disminuir hasta alcanzar eficiencias más estables pero cercanas a 60%.

El comportamiento en las posteriores cargas orgánicas volumétricas evaluadas, en donde el caudal de recirculación fue disminuido y por lo tanto también la velocidad descensional, fue semejante al presentado en la primera carga. Un incremento en la remoción de DQO se presentaba inmediatamente al aumentar la carga volumétrica, sin embargo al final de la operación a cada carga, aunque el sistema presentaba menos variación en las eficiencias de remoción y parecía tener estabilidad, estas eficiencias fueron cada vez menores.

De acuerdo a Fernández *et al.* (2008), el incremento en la carga orgánica a un valor constante de TRH (caso particular de este trabajo) determina un incremento en el gradiente de concentración entre el líquido y la biopelícula.

Por otro lado, el incremento en la expansión del lecho determina el contacto entre los microorganismos adheridos al soporte y el sustrato teniendo como consecuencia un mejor desempeño del sistema. En el presente trabajo, el crecimiento de la biopelícula aumentó el volumen del soporte, de tal manera que para evitar que éste fuera expulsado de la columna por la recirculación, no fue posible mantener constante la velocidad descensional, y por el contrario, fue necesario disminuirla.

Por otro lado, es importante considerar que aunque una expansión del lecho puede favorecer la eficiencia de remoción de DQO, valores altos de la velocidad

descensional que causen alteraciones hidrodinámicas en el sistema, pueden tener efectos adversos en su desempeño.

Algunos investigadores resaltan la importancia de ciertos aspectos relacionados con la concentración de los sólidos volátiles adheridos al soporte, indicando que no siempre una elevada concentración de estos sólidos implica una alta concentración de biomasa activa.

Cresson *et al.* (2006), observaron que durante la colonización de un soporte, más que el crecimiento de células inmovilizadas, la adhesión de células planctónicas fue ciertamente el principal mecanismo responsable de altos valores de sólidos volátiles adheridos. Indican que esta adhesión podría haber sido alta debido a la gran superficie específica del soporte disponible en el reactor, favoreciendo una gran adhesión fisicoquímica de microorganismos. Como consecuencia de esta adhesión, se presentó una inmediata multiplicación celular y la producción asociada de polímeros extracelulares.

Michaud *et al.* (2003), indica que en reactores de lecho turbulento inverso, un incremento en la velocidad de recirculación del gas tiene como respuesta una biopelícula con una elevada concentración de exopolímeros como una respuesta biológica a la intensidad de mezclado y esfuerzos hidrodinámicos.

Arnaiz *et al.* (2007), comentan que aunque muchos investigadores miden los sólidos volátiles como un índice de biomasa adherida, el índice también cuantifica materia orgánica inerte como metabolitos secundarios y biomasa no relacionada directamente a la actividad de remoción de DQO (en este sentido recomiendan determinar la biomasa activa midiendo la concentración de fosfolípidos).

De acuerdo a lo presentado anteriormente, es posible que en este trabajo, el caudal de recirculación aplicado al inicio de la operación del LFI favoreciera el crecimiento de una biopelícula con una alta proporción de exopolímeros y poca biomasa activa,

aun cuando existiera una concentración adecuada de sólidos volátiles adheridos al soporte, considerando que se obtuvieron concentraciones semejantes a las obtenidas en trabajos realizados por diversos investigadores (Thaiyalnayaki y Sowmeyan (2006). Así mismo, el posterior crecimiento de la biopelícula y la disminución en la expansión del lecho en la operación del LFI a las diferentes cargas orgánicas volumétricas, pudieron inducir a la acumulación excesiva de biomasa adherida, provocando una aglutinación y una disminución en la actividad de la biopelícula asociada con limitaciones de transferencia de masa, teniendo como consecuencia un baja eficiencia de remoción de DQO.

La evaluación de la capacidad de respuesta de un sistema de tratamiento de aguas residuales a cambios súbitos en su operación es muy importante. Con la finalidad de que sea eficiente, un reactor de lecho fluidizado inverso debe ser tolerante de fluctuaciones en los parámetros de operación, tales como demanda química de oxígeno o carga orgánica volumétrica. Cualquier planta de tratamiento debe ser capaz de encontrar la carga promedio para operar un sistema sin causarle afectaciones y alcanzando una máxima eficiencia. La estabilidad y respuesta de un reactor puede ser cuantitativamente evaluada tanto por el desempeño global del sistema como por la concentración de productos intermedios o finales. Si la remoción de DQO y la concentración de los sólidos volátiles adheridos se mantienen en niveles aceptables después de los transitorios cambios en la carga orgánica, se considera que el sistema es adecuado para el tratamiento con variaciones de carga en el influente. Sin embargo, para una máxima eficiencia de remoción de sustrato a escala industrial, es mejor el empleo de alguna forma de igualación de cargas. La capacidad de carga y la tolerancia a las fluctuaciones en un sistema, y el subsecuente rendimiento en la depuración del agua residual, están dictados por la cantidad de biomasa activa disponible para crecer en función de la fracción biodegradable del influente. Por lo tanto, con la finalidad de evaluar la eficiencia de tratamiento de un sistema, la concentración de biomasa es una muy básica y necesaria información.

IX. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Del trabajo desarrollado se derivan las siguientes conclusiones:

En relación a los diferentes parámetros evaluados durante la caracterización de las vinazas:

- El efluente en estudio, vinaza proveniente del proceso de producción de etanol a partir de melaza de caña de azúcar presenta elevados valores de DQO, ST y bajo pH, características particulares en este tipo de aguas residuales industriales.

Con respecto a la evaluación de la biodegradabilidad anaerobia:

- En la prueba de biodegradabilidad anaerobia de vinaza, la consideración de factores tales como la caracterización de la vinaza, el ajuste del pH de la vinaza antes de alimentar al reactor, el empleo de la solución de nutrientes, así como las características, origen y la determinación de la actividad metanogénica específica del lodo, permitieron un buen desarrollo del ensayo.
- Se logra un porcentaje de biodegradabilidad anaerobia de la vinaza de 54 % y una k igual a 0.039h^{-1} , con una tasa de consumo de sustrato de 0.053 g DQO/h .

En relación a la operación del reactor de lecho fluidizado inverso anaerobio se encuentra que:

- El LFI empleado en este trabajo permitió el tratamiento de vinazas crudas con características de pH cercanos a 4.0 y altas concentraciones de DQO de hasta 164 g DQO/L en promedio.
- La operación del sistema bajo una carga de 6.8 g DQO/L·d permitió una eficiencia de remoción de DQO de 50 %, considerada aceptable dentro de las eficiencias alcanzadas en el tratamiento anaerobio para efluentes de alta carga.
- A una carga de 6.8 g DQO/L·d, se obtuvo un rendimiento de metano promedio de 0.2383 LCH₄/gDQO_{removida}. Cuando el LFI se operó a esta carga, el tiempo en que alcanzó estabilidad fue menor que en las cargas anteriores. Así mismo, se considera la máxima carga de operación del sistema, ya que una carga mayor causó una inestabilidad al reactor.
- Para el tratamiento de vinaza cruda a cargas desde 3.3 hasta 6.4 g DQO/L·d, fue necesario emplear altos valores de tiempos de residencia, desde 23 hasta 50 días. Es importante considerar que la digestión anaerobia de las vinazas crudas resulta factible e incluso atractiva desde el punto de vista energético, sin embargo la presencia de compuestos inhibitorios en su composición (que han sido ampliamente estudiados), puede hacer más lenta la remoción de su contenido orgánico, haciendo necesario el empleo de altos tiempos de residencia.
- La operación del LFI a diversos TRH, permitió determinar que con un tiempo de residencia hidráulica de un día a una carga orgánica volumétrica de 6.4 g DQO/L·d, se obtuvo un rendimiento de metano promedio de 0.1488 LCH₄/g DQO_{removida} y una eficiencia de remoción de DQO promedio de 52% con una tendencia a disminuir, alcanzando una eficiencia mínima de un 40 % hasta el paro del seguimiento del sistema.

- Por otro lado, el desarrollo de la biopelícula y el rendimiento de metano constituyeron parámetros que permitieron evaluar la eficiencia del desempeño del LFI bajo diferentes Cargas Orgánicas Volumétricas y Tiempos de Residencia Hidráulica.

Además de las conclusiones presentadas anteriormente, se hacen las siguientes recomendaciones:

- En relación a las pruebas de biodegradabilidad anaerobia, se considera importante realizar cinéticas con periodos de tiempo más largos, de manera tal que se pueda observar el comportamiento de la DQO hasta el cese total de la generación de metano.
- Durante las pruebas de biodegradabilidad anaerobia es recomendable realizar un seguimiento de los AGV's generados en la biodegradación de vinaza, con la finalidad de observar la posible inhibición de la misma por la acumulación de estos productos intermediarios.
- Es importante realizar pruebas de biodegradabilidad anaerobia a la fracción soluble e insoluble de las vinazas, con la finalidad de determinar si en alguna de estas existen posibles compuestos responsables de la inhibición o difícilmente biodegradables.
- En relación al seguimiento de la colonización del soporte es importante considerar su monitoreo no solo con microscopia, sino a través de la determinación de Sólidos Volátiles Adheridos al soporte desde el arranque en batch. Así mismo, es importante el empleo de técnicas que permitan la cuantificación de la fracción de biomasa activa que forma parte de los sólidos volátiles adheridos al soporte, tal como la determinación del contenido de fosfolípidos.

- En relación a la optimización del reactor, es recomendable evaluar la operación del reactor durante periodos de tiempo mayores a los diferentes TRH ensayados.

X. OTRAS LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

Del presente trabajo desarrollado, surge una serie de áreas de oportunidad para poder profundizar en el conocimiento y la investigación. Así, algunas futuras investigaciones relacionadas con el tratamiento anaerobio de vinazas provenientes de la producción de etanol a partir de melaza de caña de azúcar, pueden ser las siguientes:

- Evaluación de los procesos de producción de etanol para su optimización empleando tecnologías limpias y de cero descargas.
- Identificación y cuantificación de compuestos difícilmente biodegradables y tóxicos en las vinazas provenientes de la producción de etanol a partir de melaza de caña de azúcar.
- Aplicación de parámetros importantes a considerar durante el desarrollo de pruebas de biodegradabilidad anaerobia para la generación de pruebas estandarizadas.
- Desarrollo de técnicas específicas para el seguimiento y monitoreo de evolución de biopelículas en reactores de lecho fluidizado.
- Evaluación del empleo de reactores de lecho turbulento inverso para el tratamiento de vinazas crudas provenientes de la producción de etanol a partir de melaza de caña de azúcar.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Abdurahman, N.H., Rosli Y.M. and Azhari N.H. (2013). The performance evaluation of anaerobic methods for Palm Oil Mill Effluent (POME) treatment: A review. INTECH. Chapter 4. 87-106. <http://dx.doi.org/10.5772/54331>.
2. Alvarado L. A., Rustrián P. E., Houbbron E. (2005). Simultaneous removal of carbon and nitrogen in an anaerobic inverse fluidized bed reactor. Water Science and Technology.
3. Andreottola G., Foladori P., Ragazzi M., Villa R. (2002). Treatment of winery wastewater in a sequencing batch biofilm reactor. Water Science and Technology 45:12, 347-354.
4. Andreottola G., Foladori P., Nardelli P. Denicolo A. (2005). Treatment of winery wastewater in a full-scale fixed bed biofilm reactor. Water Science and Technology. 51:1, 71-79.
5. Alkalay D., Guerrero L., Chamy R., Schiappacasse M. (1997). Microbial adherence studies for anaerobic filters. Bioproc. Eng. 16, 311-314.
6. Alvarado L. A. (2005). Modelación matemática de la remoción de carbono y nitrógeno en un reactor de lecho fluidizado inverso para aguas residuales. Tesis Doctoral. Instituto Tecnológico de Veracruz.
7. Alvarado L. A., Rustrián E., García A. M.A., Rodríguez J. G.C., Houbbron E. (2008). Brewery wastewater treatment using anaerobic inverse fluidized bed reactors. Bioresource Technol. 99, 3009-3015.

8. Alvarado L. A., Sandoval R. A., Flores A. M. G., Vallejo C. N. A., Méndez C. J. (2010). Strategies for the startup of methanogenic inverse fluidized-bed reactors using colonized particles. *Water Environ. Res.* 82, 387-391.
9. APHA (1995). *Standard Methods for the examination of water and wastewater*, 19th Ed. American Public Health Association, Washington, D.C. USA.
10. Arnaiz C., Buffière P., Elmaleh S., Lebrato J., Moletta R. (2003). Anaerobic digestion of dairy wastewater by inverse fluidization: the inverse fluidized bed and the inverse turbulent bed reactors. *Environ. Technol.* 24, 1431-1443.
11. Arnaiz C., Elmaleh S., Lebrato J., Moletta R. (2005). Start up of anaerobic inverse turbulent bed reactor fed with wine distillery wastewater using pre-colonised bioparticles. *Water Science and Technology*. 51:1, 153-158.
12. Arnaiz C., Buffiere P., Lebrato J., Moleta R. (2007). The effect of transient changes in organic load on the performance of an anaerobic inverse turbulent bed reactor. *Chemical Engineering and Processing*. 46, 1349-1356.
13. Balaguer M. D., Vicent M. T., Paris J. M., (1997). A comparison of different support materials in anaerobic fluidized bed reactors for the treatment of vinasses. *Environ. Technol.* 18:539-544.
14. Bandaru K. S. V. S. R., Murthy D. V. S., Krishnaiah K. (2007). Some hydrodynamic aspects of 3-phase inverse fluidized bed. *China Particuology* 5, 351-356.
15. Barba L. E. y Bolaños J. J. (1999). Estudio de la biodegradabilidad anaerobia de las aguas residuales de fique” Universidad del Valle, Facultad de Ingeniería, Departamento de Procesos Químicos y Biológicos, Sección Saneamiento Ambiental.

16. Bautista Z. F. y Duran B. M. C. (1998). Análisis del beneficio y riesgo potenciales de la aplicación al suelo de vinazas crudas y tratadas biológicamente. *Rev. Int. Contam. Ambient.* 14:1, 13-19.
17. Beltrán H. J., Domínguez J. R., Partido E. (2005). Physico-chemical treatment for the depuration of wine distillery wastewaters (vinasses). *Water Science and Technology.* 51:1, 159-165.
18. Beltrán H. J., García A. J. F., Álvarez M. P. (2005). Wine distillery wastewater degradation. One Oxidative treatment using ozone and its effect on wastewater biodegradability. *J. Agric. Food Chem.*, 47, 3911-3918.
19. Beltrán H. J., Torregrosa J., Domínguez J. R., Partido E. (2005). Degradation of wine distillery wastewater by the combination of aerobic biological treatment with chemical oxidation by Fenton's reagent. *Water Science and Technology.* 51:1, 167-174.
20. Bermudez, S. R.C.; Hoyos H. J. A.; Rodríguez P. S., 2000. Evaluación de la disminución de la carga contaminante de la vinaza de destilería por tratamiento anaerobio. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental.* Vol.16.; No.003. UNAM, D.F., México. pp. 103-107.
21. Bernal G. M., Bribiesca R. C., Hernández M. L.Y., Castro G. A., Durán B. M. C. (2002). Efecto de la temperatura en tres reactores de lecho de lodos de flujo ascendente (RALLFA) sobre la remoción de materia orgánica y la producción de metano utilizando agua residual (vinaza). Guanajuato, XII Congreso Nacional de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales FEMISCA.
22. Blonskaja V., Menert A., Vilu R. (2003). Use of two-stage anaerobic treatment for distillery waste. *Advances in Environmental Research* 7, 671-678.

23. Borja R., Banks C. J. (1994). Anaerobic digestion of palm oil mill effluent using an Up-flow Anaerobic Sludge Blanket reactor. *Biomass and Bioenergy*. 6, 381-398.
24. Buffière P., Fonade C., Moletta R. (1995). Continuous operation of a fluidized bed reactor for anaerobic digestion: residence time influence on degradation kinetics. *Biotechnology Letters* 17:8, 833-838.
25. Buffière P., Moletta R. (2000). Relations between carbon removal, biofilms size and density of a novel anaerobic reactor: the inverse turbulent bed. *Water Science and technology*. 41:4-5, 253-260.
26. Buffière P., Bergeon J., Moletta R. (2000). The inverse turbulent bed: A novel Bioreactor for anaerobic Treatment. *Water Research* 34:673-677.
27. Buitrón G. (1997). Influence of So/Xo ratio and medium composition on anaerobic biodegradability test. *Environmental Bioprocesses Department Institute of Engineering*. 52nd Purdue Industrial Waste Conference proceedings.
28. Buitrón G., Moreno A., Cruz A. (1999). Influence of So/Xo ratio on anaerobic activity test. *Water Science and technology* 40:8, 9-15.
29. Bustamante M. A., Paredes, C., Moral C. R., Pérez E. A., Pérez M. M. D. (2005). Uses of winery and distillery effluents in agriculture: characterisation of nutrient and hazardous components. *Water Science and technology* 51:1, 154-151.
30. Brucculeri M., Bolzonella D., Battistoni P., Cecchi F. (2005). Treatment of mixed municipal and winery wastewater in a conventional activated sludge process: a case study.
31. Campos G.T., Ríos M. A. y Durán B. C. (1995). La caña de azúcar, su entorno ambiental. Parte 1. Tratamiento de Vinazas en una planta piloto en México

mediante un reactor de Biodiscos. Informe Técnico VIN-01-95. Facultad de Química, UNAM. México, D.F.

32. Carvajal L. A. y Daniel M. G. A. (2000). Estudio del efecto de algunos contaminantes de la eficiencia del tratamiento de vinazas en un reactor UASB. Pasantia Jabonerias Hada, Universidad Nacional De Colombia.
33. Castilla P. M., Meraz O., Monroy O., Noyola A. (2000). Anaerobic treatment of low concentration wastewater in an inverse fluidized bed. Water Sci. Technol. 41:4, 245-251.
34. Cervantes (2000). Uso de aguas residuales que contienen vinaza en riego de caña de azúcar, Ingenio. 45, CNIAA, 19-21.
35. Colin T., Bories A., Sire Y., Perrin R. (2005). Treatment and valorisation of winery wastewater by a new biophysical process (ECCF®). Water Science and technology 51:1, 99-106.
36. COLPOS (2010). "Bases técnicas para el fomento a la producción de biocombustibles en el país a partir de caña de azúcar". Colegio de Posgraduados. Servicio de Información Agroalimentaria y Pesquera. Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación. Documento Informativo. Distrito Federal, México. 119 pp.
37. Comte M. P., Bastoul D., Hebrard, G., Roustan M., Lazarova V. (1997). Hydrodynamics of a three-phase fluidised bed: The inverse turbulent bed. Chem. Eng. Sci. 52:21-22, 3971-3977.
38. CNIAA (2006). Consejo Nacional de la Industria Agroquímica Azucarera (CNIAA), 2006. México.

39. Creeson R., Carrère H., Delgenès J.P., Bernet N. (2006). Biofilm formation during the start-up period of an anaerobic biofilm reactor- Impact of nutrient complementation. *Biochemical Engineering Journal*. 30, 55-62.
40. Creeson R., Carrère H., Delgenès J.P. (2007). Influence of hydrodynamic conditions on the start-up of methanogenic inverse turbulent bed reactors. *Water Res.* 41, 603-612.
41. Chang H., Rittmann B., Amar D., Heim R., Ehlinger F., Lesty Y. (1991). Biofilm detachment mechanisms in a liquid fluidised bed. *Biotech. Bioeng.* 38, 499-506.
42. Chen S. J., Li C. T., Shieh W. K. (1998). Anaerobic fluidized bed treatment of an industrial wastewater. *J. Wat. Pollut. Cont. Fed.* 60, 1826-1832.
43. Chen J. (1999). *Manual de Azúcar de caña*, 2ª reimpresión, Ed. Limusa, Mexico.
44. Chern S., Muroyama K., Fan L. (1982). Hydrodynamics considerations of constrained inverse fluidization and semifluidization in a gas-liquid-solid system. *Chem. Eng. Sci.* 38, 1167-1174.
45. Choudhury S. y Sahoo A. (2012). Waste water treatment by inverse fluidization process: an overview. *International Journal of Advanced Engineering Technology* Vol.III, 08-16.
46. Chrobak R., Ryder R. (2005). Comparison of anaerobic treatment alternatives for brandy distillery process water. *Water Science and Technology* 51:1, 175-181.
47. Delgenes J. P., Moletta R. (2002). Gestion des problèmes environnementaux dans les industries agroalimentaires. C.14 Collection Sciences et techniques agroalimentaires, Edition Techniques et documentation pp 425 – 428.

48. Diez B. V., García E. P., Fernández P. F. (1995). Effect of biofilm growth, gas, liquid velocities on the expansion of an anaerobic fluidized bed reactor. *Water Research* 29:7, 1649-1654.
49. Diez V., García P. A., Fernández P. F. (1999). Evaluation of methanogenic kinetics in an anaerobic fluidized bed reactors (AFBR). *Process Biochem.* 34, 213-219.
50. Driessen W., Tielbard M., Vereijken T. (1994). Experience on anaerobic treatment of distillery effluent with the UASB process. Oral Papers Preprints; VII International Symposium on Anaerobic Digestion, 23-27 January, Cape Town R.S.A. pp. 253-262.
51. Duran B. C., Poggi V. H., Cabrero M. A. (1991). Vinasses biological treatment by anaerobic processes: Laboratory and pilot-plant test. *Bioresource Technology.* 35:1, 87-92.
52. Duran B. C., Noyola A., Poggi V. H., Zedillo L. E. (1991). Uso del agua y la energía en Ingenios azucareros-alcoholeros. IMPA-Azúcar, S.A. – GEPLACEA, México.
53. Fan L. S., Muroyama K., Chern, S. H., (1982). Hydrodynamics characteristics of inverse fluidisation in liquid-solid and gas-liquid-solid systems. *Chem. Eng. Journal* 24, 143-150.
54. Fernández N., Montalvo S., Borja R., Guerrero L., Sánchez E., Cortés I., Colmenarejo M. F., Travieso L., Raposo F. (2008). Performance evaluation of an anaerobic fluidized bed reactor with natural zeolite as support material when treating high-strength distillery wastewater. *Renawable Energy* 33:11, 2458-2466.

55. García C. D., Buffière P., Moletta R., Elmaleh S. (1996). Comparison of three granular support materials for anaerobic fluidized bed systems. *Biotech. Lett.* 18, 731-736.
56. García C. D., Buffière P., Moletta R. (1998). Anaerobic Digestion of wine distillery wastewater in down-flow fluidized bed. *Wat. Res.* 32:12, 3593-3600.
57. García B. D. P., Buffière P., Moletta R. (1998). Application of the down-flow fluidized bed to the anaerobic treatment of wine distillery wastewater. *Water Sci. Tech.* 38:8-9, 393-399.
58. García C. D., Buffière P., Moletta R., Elmaleh S. (1998). Influence of Biomass Accumulation on Bed Expansion Characteristics of a Down-Flow Anaerobic Fluidized-Bed Reactor. *Biotechnology and Bioengineering* 57:2, 136-144.
59. GEPLACEA (1988). La industria alcohol química en América latina y el caribe serie: Diversificación, GEPLACEA/PNUD.
60. Guevara L. M. R. (2011). Biodegradabilidad y tratabilidad anaerobia de efluentes de destilería. Tesis profesional de Licenciatura. Universidad Veracruzana, facultad de Ciencias Químicas de Orizaba, Veracruz.
61. Hernández M. A. (1998). "Depuración de aguas residuales". Colegio de Ingenieros de Caminos, Canales y Puertos. Madrid, España.
62. Heppner B., Zellner G., Diekmann H. (1992). Start-up and operation of a propionate –degrading fluidized-bed reactor. *Appl. Microbiol. Biotechnol* 36, 810-816.
63. Humbert, R. P. (1982). El cultivo de la caña de azúcar. Ed. Continental, México. p. 719.

64. Houbron E. (1995). Ensayos anaerobios para la determinación de las actividades de un lodo. Reporte Posdoctoral. Facultad de Ciencias de Valladolid, España.
65. Houbron E., Larrinaga A., Rustrián E. (2003). Liquefaction and methanization of solid and liquid coffee wastes by two phase anaerobic digestion process. *Water Science and Technology*, 48:6, 255-262.
66. Houbron E., Alvarado L. A., Ramirez J. C., E. Rustrian E. (2004). Anaerobic biofilm behavior on glass and polyethylene supports during the startup of inverse fluidized bed reactors. *Proceedings of X World Congress anaerobic digestion*, Montreal Canada. 4, 1924-1928.
67. Houbron E., Alvarado L. A., Zepeda A., Rustrián E. (2012). Methane yield and microscopic observation as monitoring biofilm behaviour parameters, during start-up phase of anaerobic inverse fluidized bed reactor. *African Journal of Biotechnology* 11:78, 14342-14398.
68. Ibrahim Y. A. A., Briens C. L., Margaritis A., Bergongnou, M.A., (1996). Hydrodynamic characteristic of a 3-phase inverse fluidized bed column. *AIChE Journal*. 42, 1889-1900.
69. ICIDCA (1990). Instituto Cubano de Investigaciones de los Derivados de la Caña de Azúcar.
70. Ik S. S., Sung M. S., Yong K., Suk H. K., Sang D. K. (2007). Phase Holdup Characteristics of Viscous Three-Phase Inverse Fluidized Beds. *J. Ind. Eng. Chem.* 13:6, 971-978.
71. Iza J. (1991). Fluidized bed reactors for anaerobic wastewater treatment. *Water Sci Technol.* 24, 109-132.

72. Jiménez M. A., Borja D. Martín A. (2003). Aerobic-Anaerobic biodegradation of beet molasses alcoholic fermentation. *Wastewater, Process, Biochem*, 38, 1275-1284.
73. Jiménez A. M., Borja R., Martín A., Raposo F. (2006). Kinetic analysis of the anaerobic digestion of untreated vinasses and vinasses previously treated with *Penicillium decumbens*. *Journal of Environmental Management* 80, 303-310.
74. Karamanev D. G., L. N. Nikolov. (1992). Bed expansion of liquid-solid inverse fluidization, *AIChE J.* 38, 1916.
75. Karamanev D. G., L. N. Nikolov. (1996). Application of inverse fluidization in wastewater treatment: from laboratory to full scale bioreactors. *Environ. Prog.* 3, 194-196.
76. Kawahara K., Yakabe Y. (1999). Evaluation of laboratory-made sludge for anaerobic biodegradability test and its use for assessment of 13 chemicals. *Chemosphere*, 39: 12, 2007-2018.
77. Kleerebezem R., Macarie H. (2003). Treating Industrial Wastewater: Anaerobic Digestion Comes of Age. *Chemical Engineering*. 110:4.
78. Kopsahelis N., Agouridis N., Bekatorou A., Kanellaki M. (2007). Comparative study of spent grains and delignified as yeast supports for alcohol production from molasses. *Bioresource Technology* 97, 1440-1447.
79. Laval, Cia. (1982). Producción de etanol por proceso denominado: "Biostil" Rev. Brasil Azucarero. Año L Vol. c. No 6.
80. Leal G. I., Chirinos E., Leal M., Morán H. y Barrera W. (2003). Caracterización físicoquímica de la vinaza del agave cocui y su posible uso agroindustrial. *Multiciencias*. Vol.3. No. 002. Universidad de Zulia, Punto Fijo, Venezuela.

81. Lettinga G., Hulshoff L.W. (1991). UASB-process design for various types of wastewaters. *Water Science and Technology*, 24:8, 87-90.
82. Lettinga, G.; Jim Field, R. Sierra-Alvarez. 1991, *Ensayos anaerobios*. Department of water pollution.
83. Lorenzo A. Y., Doménech L. F., Eng S. F., Almazán D. O., Chanfón C. J. M. (2015). Tratamiento industrial de vinazas de destilería en reactores UASB. *Revista de Tecnología Química* 35 :1, 32-45.
84. Lauwers A. M., Heinen W., Gorris L.G.M., van der Drift C. (1990). Early stage in biofilm development in methanogenic fluidized bed reactors. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* 33:352-358.
85. Macarie H., Le Mer J. (2006). Overview of the biological processes available for the treatment of sugarcane mill wastewater. *International Sugar Journal*.
86. Marín P. (1997). Diseño y puesta en marcha de un sistema anaerobio de lecho fluidizado para el tratamiento de aguas residuales. Memoria de Ingeniería Química. Dept. Ingeniería Química, Universidad Técnica Federico Santa María, Chile.
87. Marín P., Alcalay D., Guerrero L., Chamy R., Schiappacasse M.C. (1999). Design and startup of an anaerobic fluidised bed reactor. *Water Science and Technology*. 40. 326-331.
88. Martínez C., Houbroun E. (2002). Desarrollo de una prueba de biodegradabilidad anaerobia utilizando un prototipo automatizado. Tesis para obtención de grado. Instituto Tecnológico de Orizaba. Veracruz, México.

89. Martínez A., Moreno G., Buitrón G. (2010). Methane co-production from effluent of a hydrogen fermentation reactor treating tequila vinasses. 12th World Congress on anaerobic digestion. October 31th-November 4th. Guadalajara Jalisco, México.
90. Michaud S., Bernet N., Roustan M., Moletta R. (2002). Methane yield as a monitoring parameter for the start-up of anaerobic fixed film reactors. *Water Res.* 36: 1385-1391.
91. Michaud S., Bernet N., Buffiere P., Moletta R. (2003). Influence of hydrodynamic conditions on biofilm behavior in a methanogenic inverse turbulent bed reactor. *Biotechnol. Prog.* 19 :3, 858-863.
92. Michaud S., Bernet N., Buffiere P., Delgenès J.P. (2005). Use of the methane yield to indicate the metabolic behaviour of methanogenic biofilms. *Process Biochem.* 40:2751-2755.
93. Monroy, O., G. Fama, M. Meraz, L. Montoya y H. Macarie. 2000. Anaerobic Digestion for wastewater in México: state of the technology. *Water Res.* **34**(6):1803-1816.
94. Monroy, H.O. 1998. Modelamiento y control de un sistema de digestión anaerobia en dos etapas. Tesis doctoral. UNAM. México D. F.
95. Moletta R. (2005). Winery and distillery wastewater treatment by anaerobic digestion. *Water Science and Technology.* 51:1, 137-144.
96. Moreno A. I., Buitrón G. (2002). Influencia del origen del inóculo sobre la prueba de biodegradabilidad. XIII Congreso Nacional de la Federación Mexicana de Ingeniería Sanitaria y Ciencias Ambientales. México.

97. Moreno A. I., Buitrón G. (2002). Cuantificación de los grupos bacterianos de cinco inóculos usados en la prueba de biodegradabilidad anaerobia. Congreso Interamericano de Ingeniería Sanitaria y Ambiental. Cancún, México.
98. Moreno A. I., Buitrón G. (2004). Influence of the origin of the inoculum on the anaerobic biodegradability test. *Water Science and technology* 49:1, 53-59.
99. Naranjo A. R. (2005). Alcohol orgánico: otra alternativa de diversificación. Centro Universitario José Martí.
100. Navarro P., Sarasa J., Sierra D., Esteban S., Ovelleiro J. L. (2005). Degradation of wine industry wastewater by photocatalytic advanced oxidation. *Water Science and technology* 51:1, 113-120.
101. Noyola R. A., Moreno R. G., Espinoza F. A., Briones M. R., H.J. Ramos (1993). Tratamiento anaerobio de aguas residuales. Vol. I. Instituto de Ingeniería de la UNAM. México. D.F.
102. Nikolov L., Karamaney D.G. (1987). Experimental study of the inverse fluidized bed biofilm reactor. *Can. J. Chem. Eng.* 65, 214-217.
103. Nikolov L., Karamaney D.G. (1990). The inverse fluidized bed biofilm reactor: a new laboratory scale apparatus for biofilm research. *J. Ferm. Bioeng.* 69, 265-267.
104. Nikolov L., Karamaney D.G. (1991). The inverse fluidization: A new approach to biofilm reactor design to aerobic wastewater treatment. *Stud. Environ.* 42, 177-182.
105. Ocampo A. (2004). Alcohol carburante: actualidad tecnológica. *Revista EIA. (Escuela de Ingeniería de Antioquía)*. 1, 39-46.

106. Osée M. N. Y., Momba M. N. B., Cloete T. E. (1998). Biological methods for the treatment wastewater.
107. Otero, M. A. (1990). Efecto inhibitorio de las melanoidinas sobre el crecimiento de la *Candida utilis*. II Seminario Internacional de Azúcar y Derivados de la caña. Abril 10-13. La Habana.
108. Ottenbrite R. M., Albertsson A. C. (1992). Discussion on degradation terminology. Vert M, Feijen J, Albertsson A, Scott G, Chiellini E (Eds.) Biodegradable Polymers and Plastics. The Royal Society of Chemistry. Cambridge, RU. pp. 73-92.
109. Ospina C. y Collazos C.J. (2007). Biodegradabilidad anaerobia del efluente del proceso de curtido al tanino. Universidad Nacional de Colombia. Sede Bogotá. Facultad de Ingeniería.
110. Pagga U., Beimbom D. B. (1993). Anaerobic Biodegradation test for organic compounds. Chemosphere 27: 8, 1499-1509.
111. Pandiyan T., Durán B. C., Ilangovan K., Noyola A. (1999). C¹³ NMR studies on vinasses effluent treated with iron. Wat. Res. 33:1, 189-195.
112. Papirio S. (2012). Fluidized-bed bioreactor applications for the treatment of metal-sulfate and nitrate-contaminated mine waters. Thesis for the Ph. D. degree in Civil Engineering. Università degli Studi di Cassino e de Lazio Meridionale. Italy. 174 pp.
113. Parnaudeau V., Condom N., Oliver R., Cazevieille P., Recous S. (2008) Vinasse organic matter quality and mineralization potential, as influenced by raw material, fermentation and concentration processes. Bioresource Technology 99, 1553-1562.

114. Pérez M., Romero L. I., Sales D. (1996). Comparación de los procesos de arranque y re arranque de filtros anaerobios en el tratamiento anaerobio termofílico de vertidos de alta carga orgánica. *Tecnología del Agua*. 149, 20-28.
115. Pérez M., Romero L. I., Sales D. (1998). Comparative performance of high rate anaerobic thermophilic technologies treating industrial wastewater. *Water Research* 32, 559-564.
116. Pérez M., Romero L. I., Sales D. (1999). Anaerobic thermophilic fluidized bed treatment of industrial wastewater. Effect of F:M relationship. *Chemosphere*, 38:14, 3443-3461.
117. Pérez G. M., Romero G. L. I., Rodríguez C. R., Sales M. D. (2005). High rate anaerobic thermophilic technologies for distillery wastewater treatment. *Water Science and Technology* 51:1. 191-196.
118. Pérez G. M., Rodríguez C. R., Romero G. L. I., Sales M. D. (2007). Performance of anaerobic thermophilic fluidized bed in the treatment of cutting-oil wastewater. *Bioresource Technology* 98, 3456-3463.
119. Petruccioli M., Cardoso D. J., Eusebio A., Federici F. (2002). Anaerobic treatment of winery wastewater using a jet-loop activated sludge reactor. *Process Biochem*. 73, 821-829.
120. Ponce Cid R. (2003). Situación actual de la gestión y control de los desechos de la industria azucarera. Monografía de licenciatura, FCQ Orizaba, Universidad Veracruzana. México.
121. Poggi V. H. M. (1992). A comparison of treatment for high strenhgth distillery slops the sugar cane industry. 47th Purdue Industrial Waste Conference

Proceedings, Lewis Publishers, Inc. Chelsea, Michigan 48118. Printed in U.S.A.

122. Preeti C. S., Aniruddha B. P. (2005). Enhancement in biodegradability of distillery wastewater using enzymatic pretreatment. *Journal of Environmental Management* 78, 77-85.
123. Quintero R. (1981). *Ingeniería Bioquímica. Teoría y aplicaciones*. Alhambra Mexicana. 322 p.
124. Rodríguez P. S., Pérez S. R., Fernández, B. M., (2000). Estudio de la biodegradabilidad anaerobia de las aguas residuales del beneficio húmedo de café. *Interciencia* 25: 008, 386-390.
125. Sánchez O., Michaud S., Escudiè R., Delgenès J.P., Bernet N. (2005). Liquid mixing and gas-liquid mass transfer in a three-phase inverse turbulent bed reactor. *Chemical Engineering Journal* 114, 1-7.
126. Sánchez E., Borja R., Travieso L., Martin A., Colmenarejo M. F. (2005). Effect of organic loading rate on the stability, operational parameters and performance of a secondary upflow anaerobic sludge bed reactor treating piggery waste. *Bioresource Technology* 96, 335-344.
127. Santos H. R., Domínguez E. R., Pedraza G. J., González S. E. (2003). Impacto de las mezclas de sustratos azucarados en la agresividad de los residuales durante la producción de etanol y de levadura torula. *Centro Azúcar* 30:2, 62-64.
128. Secretaría de Agricultura, Ganadería, Desarrollo Rural, Pesca y Alimentación, SAGARPA. (2010). Bases técnicas para el fomento a la producción de biocombustibles en el país a partir de caña de azúcar en 2010. México.

129. Shimodaira C., Yushina Y. (1983). Biological wastewater treatment with down-flow fluidized bed reactor. Proc. Of the 3rd Pacific Chemical Engineering congress. 237-242, Seoul.
130. Sowmeyan R., Swaminathan G. (2008). Performance of inverse anaerobic fluidized bed reactor for treating high strength organic wastewater during start-up phase. *Bioresour. Technol.* 99, 6280-6284.
131. Sowmeyan R., Swaminathan G. (2008). Evaluation of inverse anaerobic fluidized bed reactor for treating high strength organic waste water. *Bioresource Technology* 99, 3877-3880.
132. Thaiyalnayaki D., Sowmeyan R. (2012). Effect of carrier materials in inverse anaerobic fluidized bed reactor for treating high strength organic waste water. *J. Environment Analytic Toxicol.* 2:3. <http://doi.org/10.4172/2161-0525.1000134> 14/01/2014.
133. Travieso L., Sánchez E., Borja R., Benítez F., Raposo F., Rincón B., Jiménez A. M. (2006). Evaluation of a laboratory-scale stabilization pond for tertiary treatment of distillery waste previously treated by a combined anaerobic filter-aerobic trickling system. *Ecological Engineering* 27, 100-108.
134. Van der Berg L., Kennedy K. J. (1986). Potential use of anaerobic processes for industrial waste treatment. *Biotechnol. Lett.* 3, 165.
135. Van Lier J. B. Mahmoud N., Zeeman G. (2011). *Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design*. Edited by M. Henze, M.C.M. van Loosdrecht G. A. IWA Publishing.
136. Vavilin V. A., Rytov S. V., Pavlostathis S. G., Jokela J., Rintala J. (2003). A distributed model of solid waste anaerobic digestion: sensitivity analysis. *Water Science & Technology* 48:4, 147–154.

137. Viñas, M. (1994). Criterios de diseño y escalado de reactores anaerobios. III Seminario Latinoamericano de Tratamiento Anaerobio de Aguas Residuales. Montevideo, Uruguay. Pp 113-114.
138. Vlyssides A. G., Barampounti E. M. (2005). Wastewater characteristics from Greek wineries and distilleries. *Water Science and Technology*. 51:1, 53-60.
139. Wolmarans B., Villiers G. H. (2002). Star-up of a UASB effluent treatment plant on distillery wastewater. *Water SA* 28:1, 63-68.
140. Yongsheng L., (2008). Optimisation d'un réacteur biologique séquentiel à lit fluidisé pour le traitement des eaux. Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Limoges.
141. Zamudio F. (1993). Utilizacao agrícola dos resíduos da agroindústria canavieira. Simposio sobre Fertilizantes na Agricultura Brasileira. Brasília, Brasil. 451- 475.
142. Zayas T., Romero V., Meraz M., Salgado L. (2010). Tratamiento de agua residual con alta carga orgánica y color provenientes del proceso de vinaza. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. México. Memorias. XII Congreso Internacional de Ciencias Ambientales. 11-14 Abril. Quintana Roo, México.

ANEXO A

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO OPERADO EN BATCH. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

REACTOR DE LFI OPERANDO EN BATCH				
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	REMOCIÓN DE DQO %	pH
0	0.595			
13	0.533	0.215	63.87	7.40
20	0.520	0.062	88.31	7.60
31	0.520	0.106	79.52	7.20
41	0.557	0.066	87.23	7.22
51		0.065	88.29	7.20

ANEXO B

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 0.5 g DQO/L·d					
FLUJO DE ALIMENTACIÓN: 0.9216 L/d					
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h					
TRH: 1.8 días					
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	pH
52	0.554	1.021	0.177	82.67	6.94
55	0.497	0.917	0.299	67.20	7.24
57	0.497	0.917	0.144	84.31	6.65
59	0.528	0.974	0.327	66.47	7.10
62	0.484	0.893	0.294	67.15	7.20
64	0.484	0.893	0.215	76.45	6.89

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 0.5 g DQO/L·d					
FLUJO DE ALIMENTACIÓN: 0.9216 L/d CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h TRH: 1.8 días					
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	pH
66	0.338	0.623	0.426	31.65	5.86
69	0.338	0.623	0.299	51.76	7.30
71	0.338	0.623	0.411	34.02	7.40
73	0.390	0.720	0.469	34.87	6.64
78	0.470	0.867	0.505	41.70	7.02
80	0.364	0.671	0.524	21.97	7.24
83	0.482	0.889	0.384	56.43	7.24

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 1.0 g DQO/L·d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
87	1.147	0.034	57.3472	1.27314	97.82	50	7.40
90	1.147	0.034	57.3472	5.04062	91.19	50	8.43
92	1.147	0.034	57.3472	4.03106	92.94	50	7.91
94	1.147	0.034	57.3472	6.08174	89.36	50	7.98
97	1.147	0.034	57.3472	4.72513	91.72	50	7.74
99	1.034	0.034	51.68003	0.7313	98.55	50	7.53
101	1.034	0.034	51.68003	1.0073	98.07	50	7.31
106	1.119	0.034	55.95322	10.42618	81.32	50	7.74

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 1.0 g DQO/L·d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
108	1.119	0.034	55.95322	12.59514	77.48	50	7.12
111	1.119	0.034	63.51171	13.44958	78.82	50	6.96
113	0.900	0.034	42.62049	8.91607	80.22	50	8.15
115	0.900	0.034	42.62049	8.97124	80	50	8.12
118	0.900	0.034	42.62049	4.004243	88.89	50	7.69
120	0.900	0.034	46.81706	5.659908	88.89	50	7.76
122	1.300	0.034	63.111484	7.646706	88.46	50	7.92
125	1.300	0.034	63.111484	12.26418	80.77	50	8.04
127	1.300	0.034	63.111484	12.43281	80.77	50	7.81
129	1.200	0.034	58.475622	12.80643	78.33	50	7.62
132	1.200	0.034	58.475622	13.75734	79.67	50	7.76
134	1.200	0.034	58.475622	14.00569	76.67	50	8.15
136	1.200	0.034	61.786952	15.16466	75	50	7.86
139	1.200	0.034	61.786952	17.16495	71.66	50	7.89
141	1.200	0.034	61.786952	18.48948	69.17	50	7.94
143	1.030	0.034	51.52471	17.74667	65.28	50	7.96
146	1.030	0.034	51.52471	17.74667	65.28	50	7.94
148	1.030	0.034	51.52471	17.35153	66.31	50	7.89
150	1.030	0.034	51.38691	17.61496	65.82	50	7.72
153	1.030	0.034	51.38691	17.21982	66.6	50	7.93

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 1.0 g DQO/L-d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L-d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
155	1.000	0.0461	49.59403	17.61496	64.8	37	8.31
157	1.000	0.0461	49.59403	17.40116	65.2	37	8.12
160	1.000	0.0461	49.59403	17.63877	64.7	37	8.10
162	1.000	0.0461	49.59403	16.96231	66.1	37	8.07
164	1.100	0.0461	57.13743	16.1386	70.64	37	8.03
167	1.111	0.0461	40.98012	14.23774	65.26	37	7.98
169	1.111	0.0461	40.98012	15.5003	62.12	37	8.37
171	1.111	0.0461	40.98012	16.45073	59.85	37	8.00
174	1.064	0.0461	39.23767	14.93472	61.94	37	7.93
176	1.064	0.0461	39.23767	15.55777	60.34	37	8.18
178	1.064	0.0461	39.23767	14.76242	62.41	37	7.84
181	1.056	0.0461	35.97465	15.50663	60	37	8.13
183	1.056	0.0461	35.97465	15.25084	60.79	37	7.99
185	1.056	0.0461	35.97465	15.92008	60	37	7.79
188	1.152	0.0461	42.51166	16.08546	62.16	37	7.63
190	1.152	0.0461	42.51166	16.33353	61.58	37	7.86
192	0.945	0.0461	131.99124	15.09318	88.57	37	7.89

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 3.3 g DQO/L·d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 24.0 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
195	3.28	0.04224	131.99124	20.63341	84.37	40.3	7.86
197	3.28	0.04224	131.99124	25.00748	81.05	40.3	7.69
199	3.091	0.04224	124.38878	29.51035	77.64	40.3	7.34
202	3.091	0.04224	124.38878	32.90209	73.55	40.3	7.83
204	3.091	0.04224	124.38878	34.4438	72.31	40.3	7.84
206	3.253	0.04608	120.07202	36.29383	70.82	36.9	7.79
209	3.253	0.04608	120.07202	43.23634	64	36.9	7.89
211	3.253	0.04608	120.07202	44.38875	63.03	36.9	8.50
213	3.135	0.04608	115.65412	46.0973	61.61	36.9	7.86
216	3.135	0.04608	115.65412	48.96808	57.66	36.9	7.97
218	3.135	0.04608	115.65412	50.25408	56.55	36.9	8.30
220	3.135	0.04608	115.65412	50.91206	55.98	36.9	8.46
223	3.135	0.04608	115.65412	55.67308	51.86	36.9	8.12
225	3.234	0.04608	119.29808	57.96645	49.88	36.9	7.96
227	3.234	0.04608	119.29808	60.26516	49.5	36.9	7.87
230	3.234	0.04608	119.29808	61.13212	48.76	36.9	7.87
232	3.216	0.073	74.93744	61.80546	48.19	23.3	7.92
234	3.216	0.073	74.93744	46.71052	37.67	23.3	7.58
237	3.216	0.073	74.93744	45.89325	38.76	23.3	7.82
239	3.59	0.073	83.67772	44.24604	40.96	23.3	7.80
241	3.59	0.073	83.67772	47.01858	43.81	23.3	7.91

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 3.3 g DQO/L·d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
244	3.59	0.073	83.67772	44.72008	46.56	23.3	7.42
246	3.142	0.06144	86.9162	42.691	48.98	27.7	7.82
248	3.142	0.06144	86.9162	47.5168	45.33	27.7	7.45
251	3.142	0.06144	86.9162	49.585	42.95	27.7	7.84
253	3.138	0.06144	86.8126	51.6836	40.54	27.7	7.96
255	3.138	0.06144	86.8126	51.6532	40.5	27.7	8.16
258	3.138	0.06144	86.8126	44.0698	49.24	27.7	8.21
260	3.14	0.073	73.10027	46.60911	46.31	23.3	7.98
262	3.14	0.073	73.10027	39.65004	45.75	23.3	7.95
265	3.14	0.073	73.10027	39.34594	46.18	23.3	7.98
267	3.115	0.06144	86.17626	39.65004	45.76	27.7	8.31
269	3.115	0.06144	86.17626	35.69683	58.58	27.7	7.78
272	3.115	0.06144	86.17626	34.78455	59.64	27.7	7.83
274	3.049	0.06144	84.35171	34.78455	59.64	27.7	7.70
276	3.049	0.06144	84.35171	39.04185	53.72	27.7	7.93
279	3.049	0.06144	84.35171	38.12957	54.8	27.7	8.14
281	3.416	0.04608	126.01245	36.8947	56.26	36.9	8.09
283	3.416	0.04608	126.01245		71.43	36.9	8.14
286	3.416	0.04608	126.01245	35.39273	71.91	36.9	8.09
288	3.32	0.04608	122.48128	38.12957	69.74	36.9	7.95
290	3.32	0.04608	122.48128			36.9	
293	3.32	0.04608	122.48128	40.16306	67.21	36.9	7.96

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 3.3 g DQO/L-d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 28.2 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L-d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
294	3.1318	0.04608	122.48128	48.85085	60.12	36.9	7.86
295	3.162	0.0384	140.17534	44.34607	63.79	44.27	8.11
297	3.162	0.0384	140.17534	43.70253	68.83	44.27	7.99
300	3.162	0.0384	140.17534	45.95492	67.22	44.27	8.11
302	3.108	0.0384	137.60118	47.88554	65.84	44.27	8.02
304	3.108	0.0384	137.60118	46.59846	66.14	44.27	7.98
307	3.108	0.0384	137.60118			44.27	
309	3.23	0.0384	142.8255	47.25315	66.92	44.27	8.60
311	3.23	0.0384	142.8255	47.5887	66.68	44.27	8.40
314	3.019	0.0384	142.8255	47.25315	66.92	44.27	8.55

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 6.8 g DQO/L-d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 19.8 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L-d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
315	6.167	0.08064	133.4301			21.08	
316	6.167	0.08064	133.4301	55.6419	58.3	21.08	8.20
318	6.167	0.08064	133.4301	64.3662	51.76	21.08	8.67
321	6.167	0.08064	133.4301	53.96415	59.56	21.08	7.70

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 6.8 g DQO/L-d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 19.8 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L-d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
323	6.17	0.08064	130.0746			21.08	8.12
325	6.17	0.08064	130.0746	57.99075	55.42	21.08	7.69
328	6.17	0.08064	130.0746	53.96415	58.51	21.08	7.91
330	6.839	0.08064	144.1677	67.65263	48	21.08	7.56
332	6.839	0.08064	144.1677	62.79908	56.44	21.08	7.47
335	6.839	0.08064	144.1677	75.74188	47.5	21.08	7.29
337	6.528	0.06528	176.72222	79.62472	44.77	26.04	7.33
339	6.528	0.06528	176.72222	108.0989	38.83	26.04	7.23
342	6.528	0.06528	176.72222	95.15608	46.15	26.04	7.32
344	6.109	0.06528	185.13504	66.68192	63.98	26.04	7.03
346	6.109	0.06528	185.13504	99.36242	46.33	26.04	7.32
349	6.109	0.06528	185.13504	118.3374	36.08	26.04	7.75
351	6.634	0.06528	206.62472	122.5305	40.7	26.04	7.96
353	6.634	0.06528	206.62472	107.855	47.81	26.04	7.73
356	6.634	0.06528	206.62472	105.7583	48.82	26.04	7.63
358	6.21	0.06528	187.75604	108.2042	47.63	26.04	7.03
360	6.21	0.06528	187.75604	107.0729	42.97	26.04	7.42

ANEXO B (Continuación)

DATOS DE SEGUIMIENTO DE LA OPERACIÓN DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO. EFICIENCIAS DE REMOCIÓN DE DQO.

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 10.4 g DQO/L·d							
CAUDAL RECIRCULACIÓN: 15.0 L/h							
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Carga Orgánica Volumétrica g DQO/L·d	Flujo de alimentación L/d	DQO influente g DQO/L	DQO Efluente g DQO/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	TRH Días	pH
363	10.4	0.081	218.505	135.809	37.85	26	6.87
365	10.4	0.081	218.505	156.774	28.25		6.70
367	10.4	0.081	218.505	140.7003	35.61		6.36
370	10.4	0.081	218.505	172.1481	21.22		5.97
372	10.4	0.081	218.505	168.6539	22.81		6.08
374	10.4	0.081	218.505	136.5073	37.53		5.94
377	10.4	0.081	218.505	160.6172	26.49		6.04

ANEXO C

VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS

CARGA ORGÁNICA VOLUMETRICA: 1.0 g DQO/L·d		
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Volumen de CH ₄ LCH ₄	Rendimiento de CH ₄ LCH ₄ /g DQO _{removida}
192	0.365	0.350

ANEXO C (Continuación)

VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS

CARGA ORGÁNICA VOLUMETRICA: 3.3 g DQO/L·d		
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Volumen de CH ₄ LCH ₄	Rendimiento de CH ₄ LCH ₄ /g DQO _{removida}
199	0.875	0.198
206	0.920	0.226
213	1.037	0.298
220	1.027	0.34
227	0.940	0.346
234	1.190	0.34
241	0.873	0.346
248	0.717	0.32
255	0.8	0.366
262	0.947	0.334
269	0.843	0.35
276	0.903	0.298
283	1.030	0.359
290	1.353	0.324
297	1.04	0.328
304	1.230	0.335
311	1.000	0.273

ANEXO C (Continuación)

VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS

CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 6.8 g DQO/L·d		
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	Volumen de CH ₄ LCH ₄	Rendimiento de CH ₄ LCH ₄ /g DQO _{removida}
315	1.0	0.273
318	1.230	0.189
325	1.19	0.195
332	1.253	0.212
339	1.300	0.296
346	1.83	0.294
353	1.680	0.309
360	1.600	0.300
363	1.05	0.172
367	0.88	0.182
372	0	0
377	0	0

ANEXO D

EFICIENCIAS DE REMOCIÓN, VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS.

TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	VOLUMEN DE METANO LCH ₄	RENDIMIENTO DE METANO LCH ₄ /gDQO removida
OPERACIÓN EN BATCH					
379	160.62	126.99641	20.93	0.0	0.0
381		122.76392		0.0	0.0
386		121.43478		0.0	0.0
388		118.83166		0.0	0.0
391		117.17332		0.0	0.0

ANEXO D (Continuación)

EFICIENCIAS DE REMOCIÓN, VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A DIFERENTES CARGAS ORGÁNICAS VOLUMÉTRICAS.

TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	VOLUMEN DE METANO L _{CH₄}	RENDIMIENTO DE METANO L _{CH₄} /gDQO removida
CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 4.0 g DQO/L.d					
393	154.88564	114.60159		0.0	0.0
395	154.88564	111.02230	28.32	0.415	0.209
398	154.88564	110.11044	28.91		
400	154.88564	111.41220	28.10		
402	139.39554	111.46782	20.03	0.420	0.239
405	139.39554	70.02238	49.77		
407	139.39554	66.96718	51.96		
409	139.39554	68.80030	50.64	0.680	0.212
CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA: 7.0 g DQO/L.d					
412	128.46500	54.13534	57.86		
414	128.46500	106.01544	17.48		
416	128.46500	107.29582	16.49	0.725	0.209
419	150.43244	136.37852	9.32		
421	150.43244	93.53608	37.82		
423	150.43244	89.87916	40.25	0.760	0.196
426	128.41352	86.88428	42.24		
428	128.41352	66.64548	48.06	0.757	0.116
430	128.41352	68.77936	46.44		

ANEXO E

EFICIENCIAS DE REMOCIÓN, VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA DE 6.4 g DQO/L·d Y DIFERENTES TRH.

TRH 10 DÍAS						
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA gDQO/L·d	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	VOLUMEN DE METANO LCH ₄	RENDIMIENTO DE METANO LCH ₄ /gDQO removida
433	6.720	67.25516	60.30356	45.25	0.757	0.116
435	6.720	67.25516	62.25204	7.44		
437	6.720	67.25516			0.186	0.350
440	6.720	67.25516	60.72784	9.71		
442	5.994	59.93900	57.01004	17.09		
444	5.994	59.93900	53.59708	10.58	0.33	0.252
447	5.994	59.93900	55.97608	6.61		
449	6.470	64.37306	61.73562	4.10		
451	6.470	64.37306	57.44978	10.76	0.275	0.359
454	6.470	64.37306	50.42786	21.66		
456	6.470	64.37306	37.33930	42.00		
458	6.470	64.37306	35.69090	44.56	0.225	0.057
461	6.470	64.37306	36.67994	43.02		
463	6.044	30.22099	35.65482	44.61	0.299	0.031

TRH 5 DÍAS						
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA gDQO/L·d	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	VOLUMEN DE METANO LCH ₄	RENDIMIENTO DE METANO LCH ₄ /gDQO removida
465	6.044	30.22099	32.77187		0.295	
468	6.044	30.22099	32.44770			
470	6.044	30.22099	30.85371			
472	6.309	31.54643	28.56419	9.90	0.24	0.237
475	6.309	31.54643	24.58787	22.06		

ANEXO E

EFICIENCIAS DE REMOCIÓN, VOLUMEN Y RENDIMIENTO DE METANO EN EL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO OPERADO A CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA DE 6.4 g DQO/L·d Y DIFERENTES TRH.

TRH 5 DÍAS						
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA gDQO/L·d	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	VOLUMEN DE METANO LCH ₄	RENDIMIENTO DE METANO LCH ₄ /gDQO removida
477	6.309	31.54643	20.28019	35.71		
478	6.706	33.53459	20.24658	39.62		
479	6.706	33.53459	19.08682	43.08	0.73	0.187
480	6.706	33.53459	15.93890	52.47		
481	6.706	33.53459	15.60754	53.46		
482	6.706	33.53459	14.44778	56.91		
483	6.706	33.53459	15.27618	57.42	0.96	0.153

TRH 1 DÍA						
TIEMPO ACUMULADO (DÍAS)	CARGA ORGÁNICA VOLUMÉTRICA gDQO/L·d	DQO INFLUENTE g/L	DQO EFLUENTE g/L	EFICIENCIA DE REMOCIÓN %	VOLUMEN DE METANO LCH ₄	RENDIMIENTO DE METANO LCH ₄ /gDQO removida
484	6.535	6.5346	3.14000	51.89	0.817	0.142
485	6.535	6.5346	2.81300	56.96	0.614	0.097
486	6.535	6.5346	2.85380	56.33	0.626	0.100
487	6.535	6.5346	3.47400	56.84	0.717	0.138
488	6.535	6.5346	3.59430	55.00	0.723	0.145
489	6.535	6.5346	3.57100	55.35	0.697	0.136
490	6.535	6.5346	3.41500	47.75	0.702	0.132
491	6.535	6.5346	3.53200	45.95	0.734	0.144
492	6.535	6.5346	3.98200	49.06	0.689	0.159
493	6.535	6.5346	3.80300	41.81	0.715	0.154

ANEXO F

DATOS DE CONCENTRACIÓN DE SÓLIDOS EN SUS DIFERENTES FORMAS EN EL INFLUENTE Y EFLUENTE DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO

TIEMPO ACUMULADO	ST Influente	STV Efluente	ST Efluente	STV Efluente	SST Efluente	SSV Efluente	SDT Efluente	SDV Efluente
153	41.81	24.87	16.81	7.65	1.05	0.85	15.76	6.80
155	44.41	22.96	16.40	7.57	1.00	0.63	15.40	6.93
157			17.11	9.47	1.00	0.81	16.11	8.67
160			16.80	4.91	1.00	0.73	15.80	4.18
167	34.57	20.67	13.92	7.97	3.33	0.50	10.59	7.47
174	32.25	17.03	14.00	6.22	3.00	0.60	11.00	5.62
181	35.52	19.43	14.10	6.53	2.51	0.62	11.60	5.91
188	23.67	13.29	15.61	7.69	1.19	0.50	14.43	7.19
195	106.87	59.14	25.47	8.06	1.41	0.90	24.07	7.16
202	114.23	77.12	35.51	15.27	2.03	1.72	33.48	13.55
209	108.69	71.61	44.86	14.79	2.35	1.65	42.51	13.14
216	108.17	51.53	51.34	20.82	6.37	4.11	44.97	16.71
223	108.17	51.53	55.33	27.41	3.25	2.47	52.08	24.94
230	111.23	54.07	51.48	18.65	4.51	2.83	46.97	15.82
237	64.16	35.76	42.35	17.77	2.77	2.00	39.58	15.77
244	69.09	46.25	45.29	17.5	2.25	1.66	43.04	15.84
251	72.49	47.11	38.36	20.22	3.08	2.4	35.28	17.82
258	68.39	48.13	40.24	18.23	2.93	2.16	37.31	16.07
265	62.48	33.29	43.62	20.31	2.60	2.10	41.02	18.21
272	69.03	46.12	42.74	20.74	2.47	1.67	40.27	19.07

ANEXO F

DATOS DE CONCENTRACIÓN DE SÓLIDOS EN SUS DIFERENTES FORMAS EN EL INFLUENTE Y EFLUENTE DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO

TIEMPO ACUMULADO	ST Influente	STV Efluente	ST Efluente	STV Efluente	SST Efluente	SSV Efluente	SDT Efluente	SDV Efluente	SVA
279	58.71	31.10	42.00	22.92	2.70	1.97	39.30	20.95	
286	93.10	64.41	44.49	23.39	6.87	4.51	37.62	18.88	0.1398
293	71.35	46.40	44.55	40.45	2.30	1.97	42.25	38.48	
300	92.83	65.00	50.72	28.24	3.41	2.05	47.31	26.19	0.1470
307	104.69	64.28	51.29	27.9	25.65	22.50	25.64	5.40	
314	98.51	68.43	51.28	28.85	27.56	26.35	23.72	2.50	0.183
321	89.80	62.56	44.66	25.87	4.08	2.85	40.58	23.02	
328	99.12	70.77	51.23	29.71	3.18	2.41	48.05	27.30	
335	134.09	96.35	78.36	46.71	38.49	35.80	39.87	10.91	0.22
342	156.16	88.75	83.42	56.66	34.76	32.85	48.66	23.81	
349	140.85	107.15	83.56	37.1	3.78	2.61	79.78	34.49	0.2525
356	135.16	91.96	69.32	31.39	5.41	3.82	63.91	27.57	
363	135.40	80.10	96.43	51.41	3.98	3.10	92.45	48.31	
365									0.192
370	118.14	73.10	93.41	50.47	3.89	3.00	89.52	47.47	
372									
374									0.11
377	99.30	47.91	89.32	44.62	18.76	12.91	70.56	31.71	
384									0.1

ANEXO F

DATOS DE CONCENTRACIÓN DE SÓLIDOS EN SUS DIFERENTES FORMAS EN EL INFLUENTE Y EFLUENTE DEL REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO INVERSO ANAEROBIO

TIEMPO ACUMULADO	ST Influente	STV Efluente	ST Efluente	STV Efluente	SST Efluente	SSV Efluente	SDT Efluente	SDV Efluente	SVA
398	85.90	40.56	79.58	35.10	8.67	6.41	70.91	28.69	0.124
405	101.49	52.28	90.50	45.41	7.67	4.03	82.83	41.38	0.13
412	94.50	54.90	87.40	42.10	9.87	6.87	77.53	35.23	0.1354
419	85.43	38.20	82.13	33.41	9.56	4.40	72.57	29.01	0.2004
426	97.71	51.27	97.56	49.90	7.50	5.40	90.06	44.50	0.2035
433	47.90	23.96	77.10	37.42	3.85	2.34	73.25	35.08	0.1653
440	55.11	33.75	77.12	36.72	6.45	3.50	70.67	33.22	0.2570
447	39.15	26.25	55.83	28.75	4.70	3.30	51.13	25.45	
454	39.28	22.47	46.64	23.73	3.10	2.23	43.54	21.50	0.2130
461	41.5	24.17	41.68	20.87	3.43	2.30	38.25	18.57	0.2245
468	18.28	10.49	23.89	12.11	1.61	1.28	22.28	10.83	
475	18.26	10.68	20.86	10.40	1.85	0.940	19.01	9.46	0.2767
482	22.92	13.88	19.57	9.72	1.07	0.833	18.50	8.89	0.2872
486	9.2	5.2	4.8						0.215
489	9.1	5.4							0.234
493	10.5	4.5							0.262