



Universidad de Oviedo

## **ESCUELA POLITÉCNICA DE INGENIERÍA DE GIJÓN**

**GRADO EN INGENIERÍA QUÍMICA INDUSTRIAL  
(INGENIERÍA AMBIENTAL Y SOSTENIBILIDAD)**

**MEJORA DE LA CIRCULARIDAD DE LAS PLANTAS DE  
TRATAMIENTO DE RESIDUOS: APROVECHAMIENTO DE  
CORRIENTES RESIDUALES EN PROCESOS ANAEROBIOS  
PARA LA OBTENCIÓN DE BIOGÁS**

**DEVA RODRÍGUEZ JOVE**

**TUTOR: YOLANDA FERNÁNDEZ NAVA**

**ÁREA DE TECNOLOGÍAS DEL MEDIO AMBIENTE**

**Junio 2024**

# ÍNDICE

RESUMEN .....	3
ABSTRACT .....	4
ÍNDICE DE TABLAS .....	5
ÍNDICE DE FIGURAS .....	5
1. ALCANCE Y OBJETIVOS .....	8
1.1. ALCANCE.....	8
1.2. OBJETIVO .....	9
2. ANTECEDENTES .....	10
2.1. GESTIÓN DE RESIDUOS MEDIANTE VERTIDO CONTROLADO .....	10
2.2. LA DIGESTIÓN ANAEROBIA.....	12
2.2.1. Etapas de la digestión anaerobia para la producción del biogás .....	13
2.2.2. Parámetros de interés en la digestión anaerobia.....	15
2.3. EL CONCEPTO DE ECONOMÍA CIRCULA Y LA RECUPERACIÓN ENERGÉTICA .....	20
3. METODOLOGÍA E INSTRUMENTACIÓN.....	23
3.1. INÓCULO Y SUSTRATOS EMPLEADOS .....	23
3.1.1. Inóculo mesofílico .....	23
3.1.2. Sustratos empleados .....	23
3.2. ANÁLISIS DE CARACTERIZACIÓN Y SEGUIMIENTO.....	24
3.2.1. pH y conductividad.....	24
3.2.2. DQO total y DQO soluble.....	24
3.2.3. Sólidos totales (ST) y sólidos volátiles (SV).....	26
3.2.4. Alcalinidad (TAC) y acidez volátil (AC).....	27
3.2.5. Demanda biológica de oxígeno .....	29
3.2.6. Concentración de nitrógeno amoniacal .....	30
3.3. CENTRIFUGACIÓN DE LAS MUESTRAS DEL REACTOR.....	31
3.4. MEDIDA DE LA COMPOSICIÓN DEL BIOGÁS POR MEDIO DE CROMATOGRAFÍA DE GASES .....	32
3.5. ENSAYOS DE BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA.....	33
3.6. ESTUDIO EN CONTINUO DE LA DIGESTIÓN ANAEROBIA EN RANGO TERMOFÍLICO .....	35
3.7. APLICACIÓN DE ULTRASONIDOS COMO PRETRATAMIENTO DE EFLUENTES.....	37
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	39
4.1. CARACTERIZACIÓN DEL INÓCULO Y LOS SUSTRATOS EMPLEADOS.....	39
4.1.1. Caracterización del inóculo .....	39
4.1.2. Caracterización de los sustratos .....	41



4.2. POTENCIAL DE PRODUCCIÓN DE METANO DEL INÓCULO EN RANGO TERMOFÍLICO.....	47
4.3. RESULTADOS DEL ESTUDIO EN CONTINUO DE LA FASE DE ARRANQUE DE UN REACTOR ANAEROBIO PARA EL TRATAMIENTO DE LIXIVIADOS DE VERTEDERO EN RANGO TERMOFÍLICO .....	50
4.4. APLICACIÓN DE ULTRASONIDOS COMO PRETRATAMIENTO DE EFLUENTES.....	56
4. CONCLUSIONES .....	60
5. TRABAJOS FUTUROS.....	61
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	62

## RESUMEN

La investigación desarrollada en este TFG se enmarca dentro del proyecto LIFE INFUSION, en el cual participa COGERSA. Entre las tareas a abordar por COGERSA en dicho proyecto se encuentra la puesta en marcha de un digestor anaerobio a escala piloto en condiciones termófilas, en el que se estudiará la viabilidad del proceso anaerobio en la valorización de efluentes residuales generados en las instalaciones del complejo, principalmente lixiviado y digestato de fracción orgánica (FORM) de recogida selectiva. Para la puesta en marcha de dicha planta, es recomendable la realización de pruebas a escala laboratorio que permitan obtener información sobre las mejores condiciones de operación durante la fase de arranque del proceso anaerobio, que permitan obtener un inóculo lo suficientemente activo como para poder alcanzar una producción elevada de biogás rico en metano.

Para el trabajo se dispuso de cuatro efluentes diferentes generados en COGERSA, que pueden ser susceptibles de ser empleados en un proceso de digestión anaerobia. Estos efluentes son: lixiviado del vertedero de residuos no peligrosos, efluente de salida (digestato) de la planta de biometanización de la FORM de recogida selectiva, licor recogido en la zona de acopio de residuos de la nueva planta de clasificación de la bolsa negra y efluente procedente de la planta de tratamiento de lixiviados basada en el proceso BIOMEMBRAT. Además, se contó también con inóculo procedente de la planta de digestión anaerobia de COGERSA, en la que se trata la fracción orgánica de residuo urbano en rango mesofílico.

Se realizó la caracterización de todos los efluentes residuales y del inóculo. De los cuatro efluentes caracterizados el que presenta una mayor carga orgánica biodegradable es el licor recogido en la zona de acopio de residuos de la nueva planta de clasificación de la bolsa negra.

Mediante ensayos de biodegradabilidad anaerobia con celulosa microcristalina se pudo comprobar que el paso directo de condiciones mesófilas a termófilas no afecta la actividad del inóculo empleado, por lo que la planta piloto del proyecto LIFE INFUSION podría cargarse con el inóculo generado en las propias instalaciones de COGERSA, evitando así transportar inóculo de otra planta en funcionamiento. En el ensayo realizado se obtuvo un valor del potencial de producción de metano de 272,2 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV para la celulosa microcristalina, valor que se encuentra dentro del rango de valores que permiten verificar la aptitud del inóculo empleado (entre 251 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV y 419 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV, según la norma UNI TS11703).

El estudio de la fase de arranque del reactor en rango termofílico con el inóculo mesofílico, alimentado con lixiviado de vertedero concluyó que el lixiviado, empleado como único sustrato no es adecuado para alcanzar un inóculo fuerte capaz de generar biogás. La mezcla de lixiviado con el efluente "Lodos BIOMEMBRAT" permite alcanzar una pequeña mejoría en el contenido de metano del biogás acumulado en el reactor. Sin embargo, el bajo contenido en SV del inóculo, unido al tipo de reactor empleado (un CSTR) hace que, con las velocidades de carga orgánica empleadas los tiempos de retención celular del proceso sean muy pequeños para un proceso de digestión anaerobia.

Se ha estudiado también la aplicación de ultrasonidos (sonicación) como pretratamiento de ambos efluentes (lixiviado y lodos BIOMEMBRAT). Aunque los resultados obtenidos muestran un aumento en el contenido de DQO soluble y de los SV de los residuos, no se ha podido comprobar si estos cambios podrían mejorar la producción de biogás.

## ABSTRACT

The research developed in this TFG is framed within the LIFE INFUSION project, in which COGERSA participates. Among the tasks to be addressed by COGERSA in this project is the implementation of a pilot-scale anaerobic digester under thermophilic conditions, in which the feasibility of the anaerobic process in the recovery of waste effluents generated in the facilities of the complex will be studied, mainly leachate and organic fraction digestate (FORM) from selective collection. For the start-up of this plant, it is advisable to carry out laboratory-scale tests to obtain information on the best operating conditions during the start-up phase of the anaerobic process, in order to obtain a sufficiently active inoculum to achieve a high production of methane-rich biogas.

Four different effluents generated in COGERSA, which can be susceptible to be used in an anaerobic digestion process, were available for the work. These effluents are: leachate from the non-hazardous waste landfill, output effluent (digestate) from the biomethanization plant of the selective collection FORM, liquor collected in the waste collection area of the new black bag sorting plant and effluent from the leachate treatment plant based on the BIOMEMBRAT process. In addition, inoculum from COGERSA's anaerobic digestion plant, which treats the organic fraction of urban waste in mesophilic range, was also used.

The characterization of all the waste effluents and the inoculum was carried out. Of the four effluents characterized, the one with the highest biodegradable organic load is the liquor collected in the waste collection area of the new black bag sorting plant.

By means of anaerobic biodegradability tests with microcrystalline cellulose it was possible to verify that the direct passage from mesophilic to thermophilic conditions does not affect the activity of the inoculum used, so that the pilot plant of the LIFE INFUSION project could be loaded with the inoculum generated in COGERSA's own facilities, thus avoiding the transport of inoculum from another plant in operation. In the test carried out, a methane production potential value of 272.2 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV was obtained for microcrystalline cellulose, which is within the range of values that allow verifying the suitability of the inoculum used (between 251 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV and 419 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV, according to the UNI TS11703 standard).

The study of the start-up phase of the reactor in thermophilic range with the mesophilic inoculum, fed with landfill leachate, concluded that the leachate, used as the only substrate, is not adequate to achieve a strong inoculum capable of generating biogas. Mixing leachate with the effluent "BIOMEMBRAT sludge" allows to achieve a small improvement in the methane content of the biogas accumulated in the reactor. However, the low SV content of the inoculum, together with the type of reactor used (a CSTR) means that, with the organic loading rates used, the cell retention times of the process are very small for an anaerobic digestion process.

The application of ultrasound (sonication) as pretreatment of both effluents (leachate and BIOMEMBRAT sludge) has also been studied. Although the results obtained show an increase in the soluble COD and SV content of the residues, it has not been possible to verify whether these changes could improve biogas production.



## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Composición de los lixiviados de vertedero según su edad [24] .....	20
Tabla 2. Caracterización de inóculo bruto .....	39
Tabla 3. Caracterización del inóculo tamizado .....	40
Tabla 4. Caracterización del inóculo tamizado concentrado .....	40
Tabla 5. Caracterización físico-química del efluente “Lixiviado” .....	42
Tabla 6. Caracterización físico-química del efluente “Biometanización Licor DA” .....	43
Tabla 7. Caracterización físico-química del efluente “Ecurrido TMB” .....	45
Tabla 8. Caracterización físico-química del efluente “Lodos BIOMEMBRAT” .....	46
Tabla 9. Caracterización del digestato obtenido tras el ensayo de biodegradabilidad .....	50
Tabla 10. Condiciones experimentales en la fase de arranque .....	51
Tabla 11. Resultados obtenidos en la caracterización de las muestras tras la sonicación .....	56

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Planta de tratamiento de residuos [2].....	8
Figura 2. Vertedero de residuos sólidos de COGERSA [5] .....	11
Figura 3. Esquema de las cuatro etapas en las que se desarrolla la digestión anaerobia [11] ...	13
Figura 4. Reactor continuo de tanque agitado [20].....	17
Figura 5. Reactor de flujo ascendente UASB [23].....	18
Figura 6. Configuraciones de sistemas AnMBR: (a) con membrana sumergida, (b) con membrana sumergida externa, (c) con membrana de flujo cruzado externa [24] .....	18
Figura 7. Planta piloto del proyecto LIFE INFUSION (LIFE19 ENV/ES/000283) en las instalaciones de COGERSA .....	19
Figura 8. Esquema del modelo de economía circular [26] .....	20
Figura 9. Energía del biogás en billones de metros cúbicos - Verde // Energía del biometano en billones de metros cúbicos – Azul [9].....	22
Figura 10. Medidor HACH, electrodo PHC745 y sonda CDC401.....	24
Figura 11. Bloque calefactor HACH DRB200 para el análisis de la DQO.....	25
Figura 12. Espectrofotómetro HACH DR3900 para la medida de las concentraciones de DQO...	25
Figura 13. Estufa con crisoles para la determinación de sólidos totales.....	26
Figura 14. Horno mufla para la determinación de sólidos volátiles.....	27
Figura 15. Montaje experimental para la obtención de los parámetros de alcalinidad y acidez volátil mediante valoraciones ácido-base .....	28
Figura 16. Botellas y base magnética para el ensayo de DBO <sub>5</sub> .....	29
Figura 17. Copa de silicona para introducir las pastillas de hidróxido potásico y cierre del tapón hermético .....	30
Figura 18. Montaje de electrodo selectivo conectado al medidor de concentración y agitador magnético.....	31
Figura 19. Máquina centrífuga modelo Multifuge 3L.....	31
Figura 20. Muestras contenidas en los recipientes debidamente tapados y posicionadas en el interior de la máquina centrífuga.....	32
Figura 21. Columnas empacadas del interior del cromatógrafo e inyector para introducir la muestra .....	33
Figura 22. Montaje experimental para el ensayo de biodegradabilidad.....	34
Figura 23. Botellas llenas con inóculo tamizado utilizadas en el ensayo de biodegradabilidad .	34
Figura 24. Sistema de desplazamiento para medir el volumen de biogás generado .....	35
Figura 25. Reactor anaerobio de 5L conectado al sistema de desplazamiento .....	36
Figura 26. Sistema de desplazamiento para la medida del volumen del biogás generado en el reactor .....	36
Figura 27. Reactor anaerobio Scharlb de 2L conectado a un baño termizado.....	37
Figura 28. Equipo de sonicación y sonotrodo H22 .....	38
Figura 29. Biodegradabilidad del efluente “Lixiviado” a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO <sub>5</sub> .....	42
Figura 30. Biodegradabilidad del efluente “Biometanización Licor DA” a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO <sub>5</sub> .....	44
Figura 31. Biodegradabilidad del efluente “Ecurrido TMB” a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO <sub>5</sub> .....	45
Figura 32. Biodegradabilidad del efluente “Lodos BIOMEMBRAT” a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO <sub>5</sub> .....	47
Figura 33. Producción específica del metano generado por el inóculo tamizado .....	48



Figura 34. Imágenes del aspecto de la mezcla inóculo-Celulosa Microcristalina sometida a biodegradabilidad anaerobia. (a y b) día 10 del ensayo, (c) día 16 del ensayo..... 49

Figura 35. DQO soluble del sustrato alimentado al reactor y de las muestras extraídas ..... 52

Figura 36. Concentración de sólidos totales y sólidos volátiles en el reactor anaerobio..... 53

Figura 37. Alcalinidad, acidez volátil y ratio (eje secundario) en el reactor anaerobio..... 54

Figura 38. Concentración de  $N-NH_4^+$  en el reactor anaerobio..... 55

Figura 39. % de  $CH_4$  obtenido en el análisis del gas extraído del reactor..... 55

Figura 40. Biodegradabilidad del efluente “Lixiviado” antes y después de la sonicación..... 57

Figura 41. Biodegradabilidad del efluente “Lodos BIOMEMBRAT” antes y después de la sonicación..... 57

Figura 42. Diagrama comparativo para el efluente “Lixiviado” de los parámetros DQO soluble,  $DBO_5$  y SV ..... 58

Figura 43. Diagrama comparativo para el efluente “Lodos BIOMENBRAT” de los parámetros DQO soluble,  $DBO_5$  y SV ..... 58



# 1. ALCANCE Y OBJETIVOS

## 1.1. ALCANCE

El biogás es una de las fuentes de energía renovable con más potencial en España, tal como se recoge en la Hoja de Ruta del Biogás publicada por el Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico (MITECO) en 2022. La obtención de biogás a partir de materiales residuales ayuda a mejorar la sostenibilidad de la gestión de residuos, aprovechando al máximo el potencial de los biorresiduos y contribuyendo a la descarbonización de la economía. El biogás, además de utilizarse directamente como fuente de energía renovable para uso térmico y/o eléctrico, puede transformarse en biometano, que es un buen combustible para el transporte, y, además, a partir tanto de biogás como de biometano es posible obtener H<sub>2</sub>.

Los biorresiduos contenidos en los residuos municipales constituyen un sustrato para la obtención de biogás mediante digestión anaerobia. Los residuos municipales se gestionan en centros de gestión de residuos, en los que estos pasan por diferentes etapas. Los residuos llegan al centro en camiones donde se descargan para posteriormente ser sometidos a un pretratamiento (Figura 1). En él, se abren las bolsas y se hace una clasificación primaria, en la cual se someten a varias operaciones de separación, como separaciones neumáticas, magnéticas, ópticas o manuales, entre otras. Tras la separación, se obtienen diferentes fracciones valorizables, como la fracción orgánica, plástica, metálica o el papel y el cartón. Estas últimas se almacenan y se prensan para poder ser transportado con más facilidad. El residuo que no se considera útil para el reciclaje es considerado la fracción de “rechazo”. Esta fracción es trasladada al vertedero o a una instalación de valorización energética [1].



Figura 1. Planta de tratamiento de residuos [2]

Además de la fracción orgánica separada de los residuos urbanos en las plantas de clasificación, los centros de gestión de residuos generan otras corrientes residuales con una elevada carga orgánica. Entre estas corrientes está el lixiviado de vertedero, o también otras corrientes residuales generadas como subproductos de tratamientos. Aquí se incluye el digestato procedente de una digestión anaerobia realizada en una plata de biometanización o los fangos generados en el tratamiento de los lixiviados de vertedero. Otra corriente con una carga orgánica muy elevada es el licor generado por los residuos en la zona de almacenamiento de los mismos a la entrada de las plantas de clasificación. Todas estas corrientes pueden ser valorizadas mediante un proceso de digestión anaerobia.

COGERSA, el Consorcio para la Gestión de Residuos Sólidos de Asturias, genera, en su centro de tratamiento, todas estas corrientes y participa en diferentes proyectos de investigación para mejorar en el tratamiento y valorización de residuos. Uno de estos proyectos es el LIFE INFUSION (LIFE19 ENV/ES/000283), cuyo principal objetivo es la recuperación de energía, nutrientes y agua del lixiviado del vertedero y del digestato líquido generado en la biometanización de la fracción orgánica de residuos sólidos municipales (FORM) de recogida selectiva. Esta recuperación energética se realizará mediante un proceso de digestión anaerobia empleando un reactor anaerobio de membrana (AnMBR).

El trabajo desarrollado en este TFG se enmarca dentro del LIFE INFUSION. En él se realizó una caracterización de diferentes efluentes generados en COGERSA, susceptible de ser empleados en un proceso de digestión anaerobia. Se estudió también la fase de arranque del proceso de digestión anaerobia en rango termofílico, empleando como inóculo el procedente de la planta de digestión anaerobia de COGERSA, en la que se trata la fracción orgánica de residuo urbano en rango mesofílico. También, se estudió la aplicación de ultrasonidos como pretratamiento de posibles sustratos para el proceso.

## 1.2. OBJETIVO

El objetivo general de este TFG es contribuir a una mejora de la circularidad de los complejos de gestión de residuos, mediante el aprovechamiento de las corrientes residuales generadas en los mismos en procesos de digestión anaerobia que permitan la obtención de biogás. Este objetivo global se desglosa en los siguientes objetivos parciales:

1. Caracterizar diferentes efluentes generados en COGERSA susceptibles de ser empleados como sustratos en procesos de digestión anaerobia por vía termofílica.
2. Comprobar la viabilidad del digestato procedente de la planta de biometanización de fracción orgánica de residuos municipales de COGERSA como inóculo en un proceso termofílico de digestión anaerobia.
3. Estudiar el comportamiento de dicho inóculo en la fase de arranque de un reactor termofílico de digestión anaerobia empleado para el tratamiento efluentes residuales generados en el centro de tratamiento de residuos de COGERSA.

## 2. ANTECEDENTES

### 2.1. GESTIÓN DE RESIDUOS MEDIANTE VERTIDO CONTROLADO

De acuerdo con la política de gestión de residuos de la Unión Europea, las administraciones competentes harán uso de los instrumentos económicos o de otras medidas para incentivar la aplicación del principio de jerarquía de residuos. Según el artículo 4 del Real Decreto 646/2020 por el cual se regula en la actualidad la eliminación de residuos mediante depósito en vertedero, se mantiene el depósito en vertederos como la opción de gestión de residuos menos deseable. Los vertederos se clasifican en tres tipos (artículo 5):

- Vertederos para residuos peligrosos
- Vertederos para residuos no peligrosos
- Vertederos para residuos inertes

El artículo 8 del citado Real Decreto presentan los objetivos de vertido para la próxima década, y establece que en el 2035 la cantidad en peso de residuos municipales vertidos se reducirá al 10% o menos del total de residuos generados. Con el fin de alcanzar este objetivo cada comunidad autónoma será responsable de los residuos generados en su territorio, y las entidades locales adoptarán las medidas que permitan dar cumplimiento a los objetivos de vertido. Para ello se ha fijado que la cantidad total (en peso) de residuos municipales biodegradables destinados a vertedero no superará el 35% de la cantidad total de residuos municipales biodegradables generados en 1995 [3]. Aun así, debido a las diferentes posibilidades económicas de diversos países y a las condiciones técnicas, la tecnología más aplicada para tratar los residuos sólidos orgánicos en países en vías de desarrollo son los vertederos, seguida de la incineración aplicada en algunos países desarrollados [4].

En los vertederos clasificados como vertederos de residuos no peligrosos se generan principalmente dos corrientes debido a la acumulación de residuos: el lixiviado y los gases de vertedero.

Se denomina “lixiviado” a cualquier líquido residual que percole a través de los residuos depositados y que sea emitido o esté contenido en un vertedero. Estos lixiviados, que en muchas ocasiones son altamente tóxicos, se forman debido a la descomposición de la materia orgánica acumulada en los vertederos cuando la filtración del agua procedente de la lluvia circula entre los residuos, arrastrando compuestos químicos y materiales biológicos. Para llevar a cabo un control de estos efluentes tóxicos se tomarán las medidas oportunas con respecto a las características del vertedero y a las condiciones meteorológicas. Principalmente se deberá controlar la entrada de agua procedente tanto de precipitaciones como de aguas subterráneas, además de recoger y tratar las aguas contaminadas y lixiviados recogidos del vertedero [3].

Los “gases de vertedero” se refieren a los gases generados durante la descomposición de las sustancias orgánicas presentes en los residuos depositados en el vertedero. Estos gases se componen principalmente de metano, dióxido de carbono y nitrógeno. Según la legislación vigente, en todos los vertederos que reciban residuos biodegradables se recogerán los gases de vertedero, se tratarán y se aprovecharán. Si el gas recogido no puede ser aprovechado para ser inyectado en la red gasista, como combustible vehicular o para producir energía, se deberá oxidar mediante antorchas u otros sistemas de oxidación pasiva en aquellos vertederos que

presenten tasas marginales de generación de biogás que hagan técnicamente inviable el funcionamiento de las antorchas (por ejemplo, cubiertas oxidativas) [3].

En la Figura 2 se muestra una imagen del vertedero de residuos de COGERSA.



Figura 2. Vertedero de residuos sólidos de COGERSA [5]

Los vertederos son el método más utilizado para la eliminación de residuos estimándose que este porcentaje llega a un 95% frente a otros métodos como la incineración o el compostaje [6]. Esto es debido a su sencillez en cuanto a instalaciones y la competitividad de su bajo coste. Una vez que los residuos son eliminados en vertederos quedan expuestos a la degradación que se produce debido al paso del tiempo y las condiciones climatológicas, formándose así lixiviados con diferentes y complejas características, en función de la edad y la situación geográfica de cada vertedero. Por otro lado, los vertederos suponen una preocupación para el medio ambiente debido, por un lado, a las emisiones de gases efecto invernadero y, por otro, a que estos lixiviados son una amenaza para la calidad del suelo y las aguas subterráneas, pudiendo llegar incluso a interferir en los estándares del agua potable.

Siendo la gestión de residuos sólidos urbanos uno de los principales problemas medioambientales a escala mundial, y el depósito de dichos residuos en vertederos una práctica tan común globalmente, resulta interesante la búsqueda de medidas de aprovechamiento económicas que permitan utilizar como recursos los subproductos procedentes de este método de gestión de residuos y frenar así las amenazas que los lixiviados suponen al medio ambiente. De este modo, se presenta la alternativa del tratamiento biológico para tratar los lixiviados, con eficacia demostrada en eliminación de contaminantes y reducción de toxicidad en el lixiviado. Las tecnologías biológicas para el tratamiento de residuos sólidos orgánicos en la actualidad son seriamente consideradas en todo el mundo debido a las características del bajo consumo de



energía, bajo coste e inversión, alta tasa de eliminación orgánica y cumplimiento de la exigencia de economía circular. Es por ello, que se considera la digestión anaerobia una tecnología ampliamente aceptable para mejorar la eficiencia de la energía y otros productos de base biológica de alto valor [4].

## 2.2. LA DIGESTIÓN ANAEROBIA

La historia del proceso de la digestión anaerobia comienza en el año 1776, cuando el italiano Alessandro Volta descubrió que el aire inflamable emanado de los pantanos era en realidad un gas, el metano, que provenía de la materia vegetal y animal en descomposición. Pasaron unos 100 años antes de que se plantearan procesos anaerobios para el tratamiento de aguas residuales y lodos. El desarrollo de digestores anaerobios de alta velocidad para el tratamiento de aguas residuales y aguas residuales industriales no se llevó a cabo hasta los años setenta y para los residuos sólidos hasta los años ochenta [7].

La digestión anaerobia consiste en la descomposición microbiana de materia orgánica en ausencia de oxígeno. De este proceso se puede obtener un producto rico en energía, el biogás, compuesto principalmente por metano (50%-75%) y dióxido de carbono (25%-50%), cantidades menores de otros gases, como el sulfuro de hidrógeno o el amoníaco, y vapor de agua [8]. El contenido de energía que puede obtenerse del biogás está directamente relacionado con el contenido de metano. Si se consigue un biogás con una buena composición puede jugar un papel importante en el escenario del futuro suministro energético sostenible, ya que puede utilizarse como fuente renovable de electricidad y calor cuando sea necesario, y puede almacenarse, lo cual ayudará a reducir el uso de combustibles fósiles y con ello las emisiones de CO<sub>2</sub>. Sometiendo el biogás a una purificación se obtiene lo que se denomina “biometano”. En esta purificación se le eliminan del biogás el CO<sub>2</sub> y otros componentes no deseados para obtener un producto con una alta riqueza en metano, que puede ser inyectado a la red de gaseoductos y utilizado como sustituto del gas natural.

También resulta interesante tener en cuenta además del aprovechamiento energético, el uso del digestato obtenido en el proceso de producción de biogás como biofertilizante para ayudar a devolver materia orgánica estabilizada al suelo y reducir la demanda de producción intensiva de fertilizantes minerales [9]. Además, otra ventaja que supone es que debido a la simpleza de sus instalaciones, hace de su producción una tarea asequible y flexible en comparación con otro tipo de energías renovables que muestran más complicaciones a la hora de su obtención, por lo que puede ser un método de aprovechamiento energético para llevar a cabo en países en vías de desarrollo [10].

Para optimizar el proceso de digestión anaeróbica y obtener un biogás de calidad, es importante tener un conocimiento y una comprensión en profundidad de los microorganismos anaerobios. Deben de estudiarse tanto las capacidades metabólicas de los microorganismos, como el grado de redundancia funcional dentro de la comunidad y los mecanismos para las interacciones interespecies [10].

### 2.2.1. Etapas de la digestión anaerobia para la producción del biogás

A continuación, se muestra en la Figura 3 un esquema que explica el funcionamiento de una digestión anaerobia y se exponen las cuatro etapas en las que se lleva a cabo la producción del biogás.

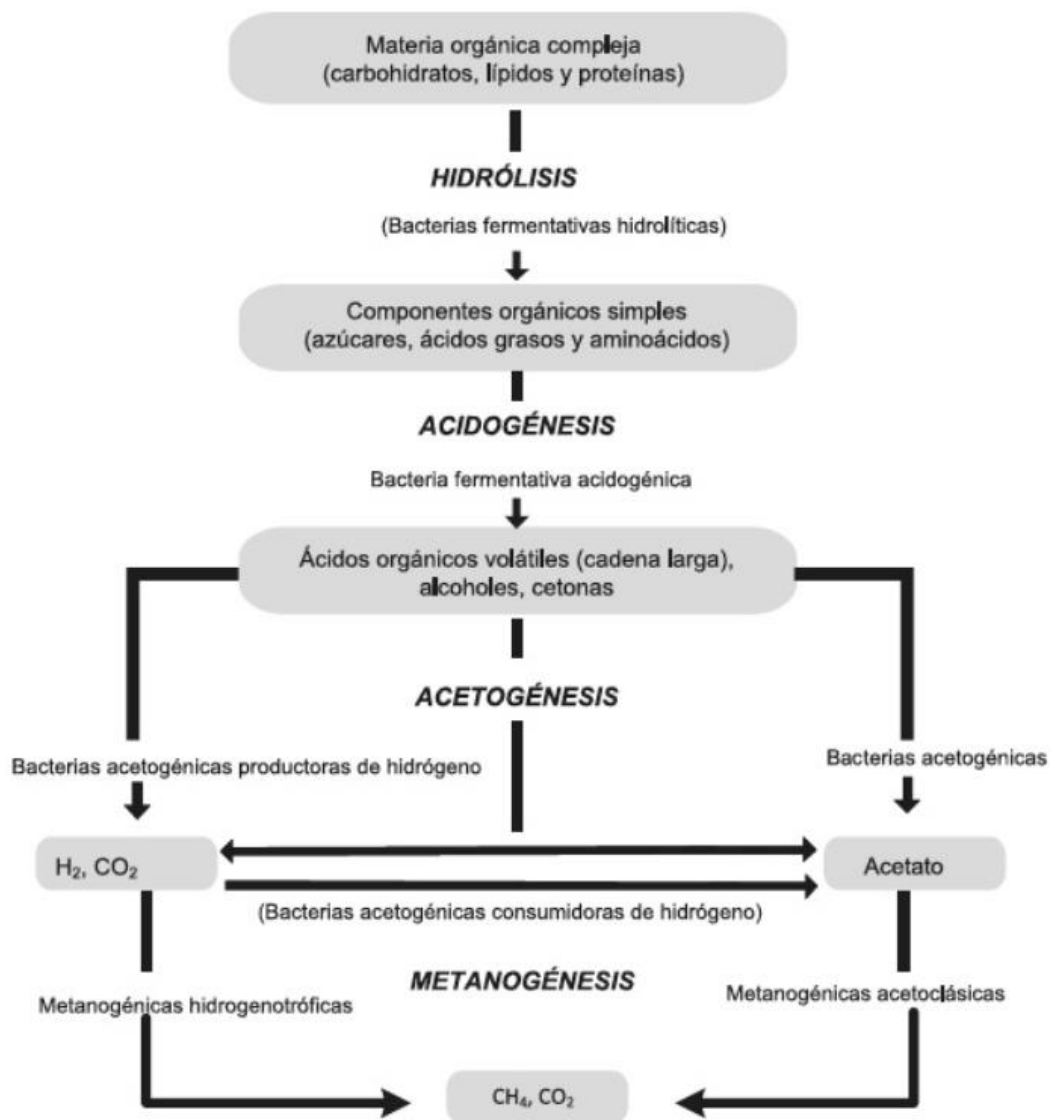


Figura 3. Esquema de las cuatro etapas en las que se desarrolla la digestión anaerobia [11]

- **ETAPA I: HIDRÓLISIS**

El objetivo de esta etapa es descomponer largas cadenas de materia orgánica en otras más cortas para que puedan ser digeridas por los microorganismos. Esta descomposición es llevada a cabo por las enzimas generadas por las bacterias hidrolíticas, encargadas de hidrolizar las moléculas solubles en agua, para así romper los enlaces complejos de largas cadenas y descomponerlas en otras más simples [8,12].

La velocidad de la degradación de la materia orgánica depende del número de bacterias presentes. La abundancia de estas bacterias depende del tipo de incóculo y las condiciones de funcionamiento del proceso, en concreto la temperatura. Por otro lado, estudios han demostrado que un alto contenido en ácidos grasos volátiles (AGV), una elevada presión parcial del hidrógeno o un alto contenido de ácido húmico pueden llegar a producir la inhibición [13].

- ETAPA II: ACIDOGÉNESIS

Durante esta etapa las cadenas simples de materia orgánica que han sido degradadas en la etapa de hidrólisis son ahora convertidas por las bacterias acidogénicas o fermentativas (*Firmicutes*, *Bacteroidetes*, *Proteobacteria* y *Actinobacteria*) en ácidos grasos volátiles de cadena corta (ácido propiónico, ácido butírico, ácido acético y acetato), alcoholes, dióxido de carbono e hidrógeno. La concentración de este último como producto intermedio liberado durante esta fase influye en el tipo de producto final obtenido tras la fermentación.

Al igual que ocurre con las bacterias hidrolíticas, la abundancia de las bacterias acidogénicas depende de condiciones del funcionamiento del proceso, como la temperatura o el tipo de digester, y principalmente del tipo de sustrato [8].

- ETAPA III: ACETOGÉNESIS

En la etapa de la acetogénesis las bacterias acetogénicas degradan los ácidos grasos volátiles y los alcoholes que se han obtenido en la etapa de acidogénesis y son transformados en ácido acético, liberando dióxido de carbono e hidrógeno. A su vez, estas bacterias también reducen la cantidad de hidrógeno presente convirtiéndolo junto con el dióxido de carbono en más acetato.

Es importante controlar la liberación de hidrógeno, debido a que una acumulación de hidrógeno y aumento de la presión parcial del mismo podría llegar a inhibir la actividad de las bacterias. El hidrógeno y el dióxido de carbono que aún queden presentes tras esta fase serán transformados en metano en la siguiente por acción de los metanógenos hidrogenotróficos [8].

- ETAPA IV: METANOGÉNESIS

Durante esta última fase de la digestión anaerobia se obtiene el propio biogás, por medio de la transformación de los productos obtenidos en la fase acetogénica en metano. Las bacterias metanogénicas o metanógenos (*Methanobacteriales*, *Methanococcales*, *Metanomicrobianos*, *Metanosarcinales* y *Metanopirales*) son microorganismos de crecimiento lento y de naturaleza estrictamente anaerobia, por lo que son muy sensibles a mínimas cantidad de O<sub>2</sub> [8].

En función del sustrato utilizado estas bacterias se dividen en tres grupos diferentes, los metilotróficos, los acetoclásticos y los hidrogenotróficos. Los metanógenos metilotróficos utilizan metilo y otros compuestos de un solo carbono como la trimetilamina, la dimetilamina, el tetrametilamonio o el metanol, entre otros. Los metanógenos acetoclásticos toman el acetato procedente de la fase acetogénica y lo dividen en metano y dióxido de carbono. Finalmente, los metanógenos hidrogenotróficos oxidan el hidrógeno y reducen el dióxido de carbono para formar metano, estos últimos son los que presentan mayor resistencia frente a condiciones

extremas [14, 15]. El porcentaje más alto de la producción de metano es conseguido por los metanógenos acetoclásticos, seguido por los metanógenos hidrogenotróficos, y por último por los metanógenos metilotróficos que son los que menor porcentaje suponen en la producción.

### 2.2.2. Parámetros de interés en la digestión anaerobia

- TEMPERATURA DEL PROCESO

La temperatura es uno de los parámetros más importantes en la digestión anaerobia, esto se debe a que muchos microorganismos son altamente sensibles a las fluctuaciones de temperatura llegando algunos incluso a inhibir su actividad biológica en casos extremos. Por ello es muy importante que en todo momento se tenga un control preciso de esta variable. Por lo general, la digestión anaerobia se puede llevar a cabo en dos rangos de temperaturas: rango mesofílico (30°C-40°C) o rango termofílico (50°C-60°C). El rango termofílico presenta la ventaja de obtener altas tasas de crecimiento metabólico, alto rendimiento de biogás, desactivación de los patógenos y un arranque del proceso más rápido, aunque presenta el inconveniente de que a temperaturas elevadas se inhibe la actividad formadora de metano, pasando justo al contrario en el mesofílico. Dependiendo de cada situación se utiliza uno u otro [8, 16].

- pH y AGV

El pH es una medida de la intensidad de la condición básica o ácida del sustrato. Para que la digestión tenga lugar el pH debe encontrarse en un rango entre 6 y 9, si permanece durante un largo período de tiempo fuera de este rango parte de la biomasa puede inhibirse y eso producirá un decrecimiento del rendimiento del proceso. El pH desempeña un papel importante, ya que está asociado a la ocurrencia de fenómenos de acidificación, que afectan negativamente el proceso [11]. Estudios han concluido que la manera más óptima de llevar a cabo este proceso es con un pH próximo al neutro, entre 7 y 8 [16].

Además, en cada fase del proceso el rango óptimo en el que trabajan las bacterias es diferente, y se ha demostrado que los metanógenos trabajan mejor en el rango 6,5-8 [11].

La presencia de ácidos grasos volátiles (AGV) es de gran importancia en el proceso que se estudia, ya que constituye el precursor principal de la metanogénesis. El conocimiento de la concentración de AGV en el proceso es muy importante para conocer si éste está marchando de forma adecuada. Una cantidad excesiva de AGV en el sistema puede ser provocada por la presencia de una carga orgánica muy elevada, por una caída en la temperatura o por la acumulación de mucha espuma, fundamentalmente [17].

- VELOCIDAD DE CARGA ORGÁNICA

La velocidad de carga orgánica es la cantidad de materia orgánica (medida como sólidos volátiles o DQO) presente en el sustrato que se alimenta al digestor cada día. Un aumento de este parámetro, por lo tanto, supone un aumento de los sólidos digeribles y de la producción de biogás, aunque se ha de tener en cuenta que este aumento debe llevar asociado un aumento del tiempo de retención celular para poder garantizar una buena eficiencia del proceso.



Generalmente es deseable que el contenido de sólidos volátiles se encuentre entre el 8% y el 10%, aunque dependiendo del tipo de sustrato a tratar este porcentaje puede incrementarse [8].

- TIEMPO DE RETENCIÓN CELULAR

Este parámetro se refiere al tiempo que los microorganismos son retenidos en el digestor antes de ser retirados. Se debe de garantizar una buena recirculación de la biomasa y evitar que se produzca un lavado del reactor, teniendo en cuenta que cuanto mayor sea este valor mayor será la reducción de sólidos volátiles y por lo tanto se producirá un aumento del rendimiento del biogás. Se recomienda para este parámetro un valor dos veces mayor que el tiempo de generación de los metanógenos, aunque puede oscilar en función de otros parámetros del proceso como la temperatura o el tipo de reactor [8].

- FORMAS DE OPERAR EN EL PROCESO DE DIGESTIÓN ANAEROBIA

El proceso de digestión anaerobia se puede llevar a cabo en una única etapa (una fase) o en varias etapas separadas. El caso más simple que se puede plantear y el que se ha utilizado en el estudio de este trabajo es un único reactor de tanque agitado (CSTR), pero hay estudios que demuestran que hay otras opciones en la disposición de varios digestores que pueden suponer mejoras en los resultados obtenidos.

Algunos autores han realizado estudios acerca de cómo se desarrollaría la digestión anaerobia en un sistema en cascada con cuatro digestores de tanque agitado (4 etapas: cada etapa del proceso de digestión anaerobia se lleva a cabo en un reactor independiente) comparado con el proceso en un único reactor (una fase), de los que se han obtenido conclusiones muy interesantes que demuestran que la disposición de uno o varios reactores influye [18]. La digestión anaerobia en el sistema de cascada llevó a un 8% más de reducción de DQO que el proceso en un único CSTR, para una Tiempo de Residencia Hidráulico (TRH) de 22 días. Además, mediante el proceso en cascada se logró reducir el TRH de 22 a 12 días sin afectar la eficiencia de eliminación de DQO. Sin embargo, esta reducción en el TRH del proceso disminuyó la eliminación de DQO en un 29% en el proceso en un único reactor. Se encontraron actividades enzimáticas más altas en el sistema de cascada en comparación con el proceso en un único CSTR, especialmente en tiempos experimentales de residencia cortos, lo que explica la tasa global de hidrólisis específica acelerada en el sistema de la cascada. El aumento de la abundancia relativa de bacterias hidrolíticas que se encuentran en los tres primeros reactores del sistema cascada y el cambio estructural de los metanógenos hidrogenotróficos a metanógenos acetoclásticos demostraron que los CSTR en cascada posiblemente impusieron presiones selectivas sobre la población microbiana, lo que contribuyó a lograr la mejora de la hidrólisis enzimática y la reducción de los lodos [18].

Las formas de operación también se clasifican atendiendo al contenido en sólidos en el proceso: digestión anaerobia por vía húmeda (se prepara una suspensión añadiendo agua previamente a la digestión) y digestión anaerobia por vía seca (el movimiento del residuo dentro del digestor se realiza por acción mecánica o mediante la recirculación del propio biogás). En el primer caso, el contenido en materia seca del residuo está por debajo del 20%, generalmente entre el 3-15% y, en el segundo, el contenido está entre el 20% y el 40% [19].

- TIPOS DE DIGESTORES

El reactor de tanque agitado (CSTR) es el modelo más simple y también el más común en la industria química. Tal y como se muestra en el esquema de la Figura 4, consiste en un tanque con un sistema de agitación continuo que favorece la mezcla del inóculo y el sustrato a tratar. En este tipo de reactores se opera en estado estacionario, introduciendo los sustratos (o residuos) por la parte superior a través de una tubería de entrada y de manera simultánea retirando los productos por la parte inferior del tanque a través de una tubería de salida [20].

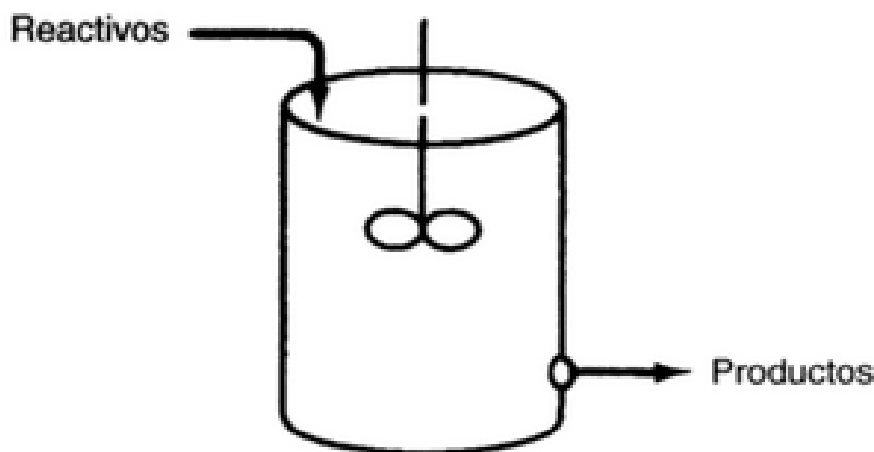


Figura 4. Reactor continuo de tanque agitado [20]

También se han realizado estudios utilizando digestores tipo secuenciales (AnSBR) y se ha visto que en este tipo de reactores con tiempos de residencia hidráulica elevados se pueden llegar a rendimientos de eliminación de DQO del 90% lo que supondría una elevada producción de biogás [21].

Otra opción para la producción de biogás son los reactores que permiten retener la biomasa microbiana. Un ejemplo es el reactor de lecho de fangos y de flujo ascendente (UASB), del cual se muestra un esquema en la Figura 5. Estos reactores tubulares operan de manera continua con flujo ascendente de manera que el efluente entra por la parte inferior y asciende a través del lecho de lodos, en el que se encuentra la población bacteriana responsable de la digestión anaerobia. Son un sistema muy apropiado para el tratamiento de corrientes residuales con bajo contenido en sólidos, como puede ser el caso de lixiviados con alta carga de materia orgánica ya que permiten obtener elevadas eficiencias de eliminación de materia orgánica, superiores al 90%, por lo que con TRH cortos se logran grandes producciones de biogás que aumentan a medida que aumenta el TRH. Se recomienda que este tipo de digestores se utilicen en rango mesofílico, debido a que a otras temperaturas se observa un aumento del valor del nitrógeno amoniacal en el efluente [6, 22].

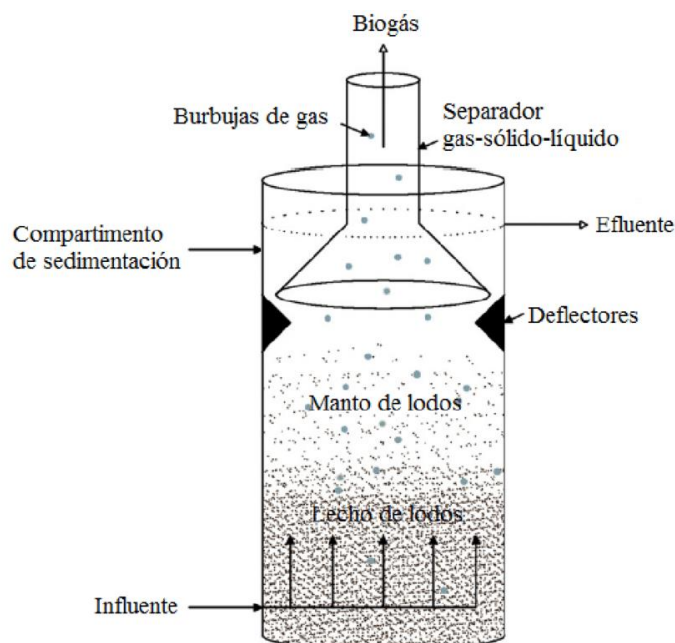


Figura 5. Reactor de flujo ascendente UASB [23]

Una variante del UASB sería el reactor de lecho granular expandido (EGSB), cuya característica es que permite una elevada velocidad de flujo, que puede ser debida a una expansión de la altura o a una recirculación del efluente. Al igual que el UASB presenta buenas eficacias en la eliminación de DQO y por tanto en la producción de biogás [6].

Por otro lado, en los últimos años están ganando gran popularidad en el sector industrial y de investigación los biorreactores anaerobios con membranas (AnMBR). Esto es debido a la combinación de la tecnología de filtración de membranas con los beneficios de un proceso anaerobio. Los estudios de investigación sugieren que los AnMBR son una buena técnica de tratamiento para los diferentes tipos de aguas residuales, incluidos los lixiviados, debido a su alta probabilidad de recuperación energética. La producción de metano observada suele estar en el rango de 0,23-0,33 L CH<sub>4</sub>/g de eliminación de DQO y algunos estudios demuestran que se ha llegado a lograr hasta un 90% de eliminación de DQO con este sistema [24]. Se muestran en la Figura 6 tres tipos de configuraciones para sistemas AnMBR.

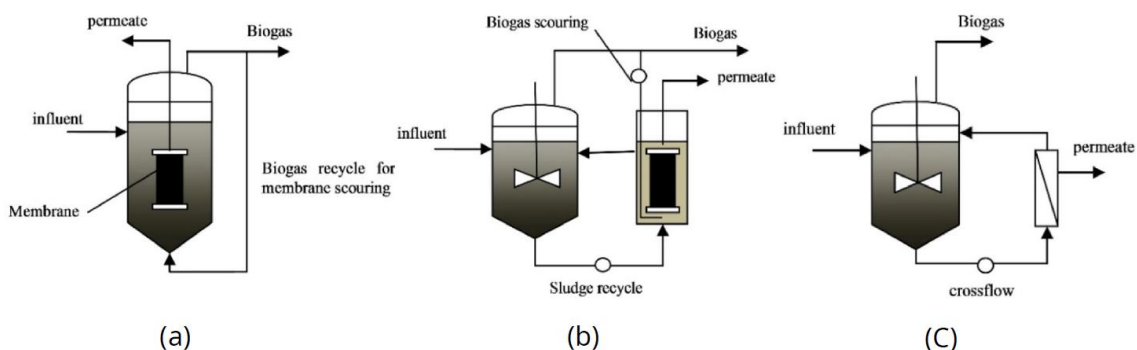


Figura 6. Configuraciones de sistemas AnMBR: (a) con membrana sumergida, (b) con membrana sumergida externa, (c) con membrana de flujo cruzado externa [24]

En el proyecto LIFE INFUSION, mencionado anteriormente, el tratamiento anaerobio de los lixiviados se llevará a cabo en una planta piloto cuyo reactor es del tipo AnMBR. En la Figura 7 se muestra el estado de las obras de construcción de la planta piloto empleada en este proyecto, que se estima empiece a operar en septiembre de este año.



Figura 7. Planta piloto del proyecto LIFE INFUSION (LIFE19 ENV/ES/000283) en las instalaciones de COGERSA

#### ▪ TIPO DE SUSTRATO

Los sustratos tratados mediante digestión anaerobia pueden ser muy variados, entre otros se encuentran los residuos vegetales y alimentarios, estiércoles o lodos de depuradora. Estudios han demostrado que cuanto mayor sea el porcentaje de carbohidratos en este residuo mayor será la producción de biogás, siendo la proporción más óptima para carbohidratos/proteínas/celulosa de 50/45/5 [8].

Los lixiviados que pueden ser tratados mediante digestión anaerobia se componen principalmente por contaminantes orgánicos, amoníaco, metales pesados y sales inorgánicas [25]. Las características de este tipo de efluentes procedentes de vertederos se muestran en la Tabla 1, se puede observar que varían mucho en función de la cantidad de humedad presente en el residuo y la edad del propio vertedero, siendo los vertederos jóvenes de menos de 5 años los que presentan lixiviados con mayor biodegradabilidad, mayores concentraciones de DQO y de ácidos grasos volátiles, mientras que los viejos de más de 10 años presentan mayores concentraciones de nitrógeno amoniacal y valores de pH más elevados.

Tabla 1. Composición de los lixiviados de vertedero según su edad [24]

Estándares	Joven	Medio	Estabilizado
Años de edad	<5	5 a 10	>10
DQO (mg/L)	>10000	4000 a 10000	<4000
pH	<6,5	6,5 a 7,5	>7,5
Amoníaco	<400	-	>400
DBO <sub>5</sub> /DQO	>0,3	0,1 a 0,3	<0,1
Biodegradabilidad	Alta	Media	Baja
Metales pesados	Medio bajo	Bajo	bajo

Se ha demostrado que los lixiviados que presentan valores más altos en la relación DBO/DQO obtienen mejores resultados en tratamientos biológicos [6, 24, 25].

### 2.3. EL CONCEPTO DE ECONOMÍA CIRCULA Y LA RECUPERACIÓN ENERGÉTICA

El concepto de economía circular, el cual se ilustra en el esquema de la Figura 8, esta referido a un modelo de economía y consumo en el cual se busca extender el ciclo de vida de los productos. Para ello busca crear en materiales y productos un valor añadido por medio de acciones como el reciclaje, la reutilización o la reparación. Este modelo, que busca reducir los residuos al mínimo, se contrapone al modelo económico lineal tradicional el cual se basa en el concepto de “usar y tirar” que va asociado al desperdicio de grandes cantidades de materiales y energía.



Figura 8. Esquema del modelo de economía circular [26]



Este modelo presenta numerosos beneficios, entre los más importantes se encuentran los que protegen el medio ambiente. Al alargar el ciclo de vida de los productos no solo estamos reduciendo la cantidad de residuos, sino que estamos frenando el uso de recursos naturales y las emisiones que supone realizar un nuevo producto desde cero, ya que se calcula que más del 80% del impacto ambiental de un producto se determina durante la fase de producción. Otro beneficio sería frenar la dependencia de las materias primas, ya que muchas de ellas son finitas y otras tantas son importadas de otros países. La dependencia de otros países conlleva el riesgo de estar asociados a un suministro, lo que desemboca en problemas como la disponibilidad y la volatilidad de los precios. Por último, otro de los beneficios sería la creación de empleo en sectores como la reparación o el desarrollo de nuevos productos, lo que va asociado de proporcionar a los consumidores productos más duraderos e innovadores.

Con el fin de conseguir una economía circular la Unión Europea en los últimos años ha llevado a cabo numerosas acciones, como por ejemplo nuevas normas sobre el diseño y la composición de los envases para favorecer la reutilización y el reciclado o medidas que incluyen entre otros el impulso de los productos sostenibles, el empoderamiento de los consumidores para la transición verde, la revisión de la normativa sobre productos de la construcción y una estrategia sobre textiles sostenibles [26].

La producción del biogás se comienza a estudiar como una opción interesante de aprovechamiento de residuos debido a que su obtención es un proceso respetuoso con el medio ambiente, promoviendo los conceptos de economía circular que giran en torno al reciclaje y la reutilización de residuos. Implementando estas opciones se logra desviar el enfoque desde la gestión de residuos hacia la recuperación de recursos, ofreciendo una solución eficaz a la escasez de materias y abriendo camino hacia la sostenibilidad [6]. A medida que las naciones y autoridades globales se familiarizan progresivamente con el concepto de economía circular e intentan llevarlo en práctica, eliminar los desechos de una manera avanzada y sostenible valorizándolos para utilizarlos como materia prima en la producción de energías verdes podría promover un crecimiento económico con impactos ambientales reducidos al mismo tiempo [4].

La digestión anaerobia como alternativa a la gestión de residuos ya se ha llevado a la práctica con éxito en numerosos países, algunos datos proporcionados por la Asociación Europea del Biogás (EBA) informan del aumento en la producción de energías limpias como el biogás o el biometano a partir de la purificación del biogás. En la Figura 9 se muestra una gráfica en la cual se representa el aumento en la generación de estos dos gases en Europa a lo largo de los últimos años [9].

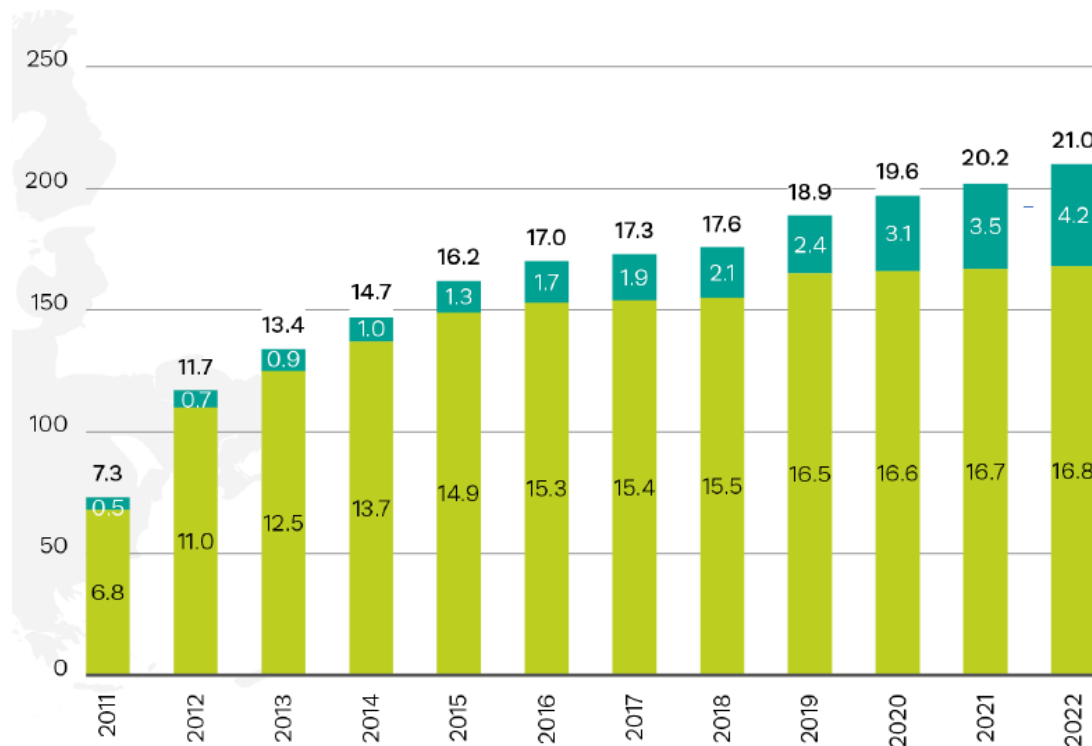


Figura 9. Energía del biogás en billones de metros cúbicos - Verde // Energía del biometano en billones de metros cúbicos – Azul [9]

La EBA estima para el año 2040 un potencial de 74 billones de metros cúbicos de biogás y biometano. Para entonces, la materia orgánica procedente de residuos y utilizada como materia prima en las digestiones anaerobias para la producción de energías verdes, procederá en su mayoría de Alemania, Italia, España, Polonia y Francia. También se ha calculado que su composición será un 43% residuos forestales, 39% agricultura y ganadería, 11% aguas residuales y el 7% restante fangos y biorresiduo [9].

Según datos proporcionados por el Instituto para la Diversificación y Ahorro de la Energía (IDAE) en España hay 146 instalaciones de biogás con una producción energética de 2,74 TWh. De las plantas operativas, 46 están asociadas a vertederos, 34 a estaciones de depuración de aguas residuales, 13 al sector agropecuario, 7 al sector del papel y el resto al sector químico, el alimentario y otros. De todas ellas, solo una instalación convierte el biogás en biometano, dotándolo de las mismas propiedades que el gas fósil para ser inyectado en la red de gasoductos. Comparado con el resto de Europa, donde hay cerca de 19.000 instalaciones y 725 inyectan biometano a la red gasista, España se considera bastante retrasada respecto al resto de países europeos [27]. Sin embargo, posee un gran potencial y cuenta con industrias de gran tamaño en el sector agropecuario, en el agroalimentario y en la gestión de residuos, que pueden activar el mercado rápidamente y hacer de nuestro país uno de los principales en este sector, lo que concuerda con la estimación de la EBA para 2040.

## 3. METODOLOGÍA E INSTRUMENTACIÓN

### 3.1. INÓCULO Y SUSTRATOS EMPLEADOS

Tanto el inóculo como los sustratos empleados en este TFG han sido suministrados por COGERSA, ya que son generados en sus instalaciones.

#### 3.1.1. Inóculo mesofílico

Como inóculo para el proceso de digestión anaerobia en rango termofílico se empleó inóculo microbiano en rango mesofílico procedente de la planta de biometanización de COGERSA. Esta planta permite gestionar 30.000 toneladas anuales de biorresiduos seleccionados en origen, empleando la tecnología BTA: La fracción orgánica recogida en origen se clasifica en una planta de clasificación compuesta por un tromel, separadores magnéticos y separadores por corrientes de Foucault. La salida del tromel entra en un pulper en el que se mezcla con agua de proceso recirculada mediante agitación, lo que permite deshacer la fracción orgánica y separa las fracciones inertes y los impropios ligeros (plásticos). Esta mezcla, libre de fracciones inertes e impropios ligeros se alimenta al reactor anaerobio, que es un reactor de mezcla completa [28].

La muestra de inóculo se mantuvo a 55°C hasta su utilización como inóculo termofílico en el reactor.

#### 3.1.2. Sustratos empleados

Se caracterizaron cuatro efluentes procedentes de diferentes zonas de la planta, con contenidos importantes en materia orgánica y que, por tanto, podrían ser utilizados como sustratos en procesos de digestión anaerobia. Todas las muestras fueron enviadas directamente al laboratorio. El resto de efluentes se mantuvieron en nevera hasta su utilización en el estudio. Estos efluentes fueron los siguientes:

- Efluente de salida (digestato) de la planta de biometanización de COGERSA. Este efluente ha sido denominado a lo largo de este trabajo como "*Biometanización Licor DA*", el cual es centrifugado para sacar el residuo líquido utilizado en el estudio.
- Lixiviado procedente directamente del vertedero de residuos no peligrosos. Este efluente ha sido denominado a lo largo de este trabajo como "*Lixiviado*".
- Efluente recogido en la zona de acopio de residuos de la nueva planta de clasificación de la bolsa negra. Este efluente ha sido denominado a lo largo de este trabajo como "*Ecurrido de TMB*".
- Efluente procedente de la planta de tratamiento de lixiviados basada en el proceso *BIOMEMBRAT*. Este sistema de depuración se basa fundamentalmente en una depuración biológica mediante bacterias nitrificantes y desnitrificantes en reactores a presión, con una fase posterior de ultrafiltración para separar el efluente de los fangos biológicos [29]. Este efluente ha sido denominado a lo largo de este trabajo como "*Lodos BIOMEMBRAT*".



## 3.2. ANÁLISIS DE CARACTERIZACIÓN Y SEGUIMIENTO

### 3.2.1. pH y conductividad

Para la medida de pH se añadió la muestra en un vaso de precipitados y se utilizó un pH-metro de la casa comercial *HACH* con un electrodo PHC745 como el que se muestra en la Figura 10. Antes de analizar cada una de las muestras se lavó con agua destilada el electrodo, seguidamente se introdujo en la muestra y se anotó el valor cuando se obtuvo una medida estable. La medida de conductividad se realizó con el mismo medidor *HACH* y una sonda de conductividad CDC401 la cual se muestra también en la Figura 10, siguiendo un procedimiento análogo al de la medida de pH.



Figura 10. Medidor HACH, electrodo PHC745 y sonda CDC401

### 3.2.2. DQO total y DQO soluble

La demanda química de oxígeno se define como la cantidad de un oxidante específico que reacciona con la muestra en condiciones controladas. La cantidad de oxidante consumido se expresa en términos de su equivalencia de oxígeno, midiéndose la DQO en miligramos de oxígeno por litro ( $\text{mg O}_2/\text{L}$ ). Debido a sus propiedades químicas, el ion dicromato ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) es el oxidante más utilizado para medir este parámetro, que en presencia de ácido sulfúrico y un catalizador de plata actúa como oxidante hasta terminar convertido en el ion crómico ( $\text{Cr}^{3+}$ ). La demanda química de oxígeno se mide por la diferencia entre el dicromato antes y después de la oxidación. A pesar de que este método se utiliza con la finalidad de medir la concentración de materia orgánica, se ha de tener cuidado porque puede haber interferencias por la presencia de sustancias inorgánicas (nitritos, yoduros, sulfatos, etc.) que también pueden ser oxidadas [30].

El análisis de DQO total se realizó siguiendo el método colorimétrico de refluo cerrado, método 5220 D. descrito en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Cada una de las muestras se analizó por triplicado y se añadieron patrones de concentración conocida para comprobar la reproducibilidad del método. Además, debido a la alta carga orgánica de los efluentes a analizar fue necesario realizar diluciones de las muestras.

Se utilizaron tubos de digestión cerrados en los cuales, con una micropipeta se añadieron 2,5mL de la muestra, 1,5mL de disolución de dicromato potásico y 3,5mL de ácido sulfúrico, se cerró y se agitó el tubo para homogeneizar. Cuando se tuvieron todos los tubos preparados se colocaron en un bloque calefactor de la casa comercial *HACH* modelo DRB200 como el de la Figura 11, en el que las muestras permanecen durante dos horas a 150 °C.



Figura 11. Bloque calefactor HACH DRB200 para el análisis de la DQO

Pasado el tiempo se sacaron y se colocaron en una gravilla para dejarlos enfriar y poder realizar posteriormente su medida de concentración con un espectrofotómetro de la casa comercial *HACH* modelo DR3900, como el de la Figura 12.



Figura 12. Espectrofotómetro HACH DR3900 para la medida de las concentraciones de DQO

Para llevar a cabo los análisis de DQO soluble se siguió el mismo procedimiento añadiendo un filtrado de la muestra antes de introducirla en el tubo de digestión. Para la filtración se utilizó un kitasatos, que previamente se lavó y dejó secar en la estufa para evitar cualquier tipo de contaminación de la muestra, y se conectó a una bomba de vacío. Se colocó sobre el kitasatos

una placa porosa que sirve de soporte para un filtro de 45µm, encima del cual se colocó una pieza de vidrio a modo de embudo, sujetando todo con ayuda de una pinza. Se vertió la muestra y se accionó la bomba hasta que se clarificó todo el líquido, se recogió el líquido clarificado y se continuó con el procedimiento del análisis para la DQO total.

### 3.2.3. Sólidos totales (ST) y sólidos volátiles (SV)

El término ST se refiere a la cantidad de residuo sólido que queda presente en una muestra tras la evaporación de la misma durante 24 horas en una estufa a 105°C, que es la temperatura necesaria para que el agua intersticial y el agua de cristalización de las sales se evapore quedando solo residuo sólido. Se consideran SV a los sólidos que se han volatilizado tras someter el residuo de una muestra procedente de un ensayo de sólidos totales a una calcinación durante hora y media en una mufla a 550°C. Habitualmente se relaciona este parámetro con el contenido de materia orgánica [30].

En la determinación de sólidos totales y sólidos volátiles se comenzó pesando en una balanza de precisión un crisol limpio y anotando su peso (peso A). A continuación, con ayuda de una probeta se midió y anotó el volumen de muestra a analizar ( $V_{muestra}$ ), y se añadió al crisol. El crisol con la muestra se llevó a la estufa de la casa comercial *Selecta* que se muestra en la Figura 13, durante 24 horas a 105°C.



Figura 13. Estufa con crisoles para la determinación de sólidos totales

Pasadas las 24 horas con ayuda de unos guantes de protección térmica se sacó el crisol de la estufa, se dejó enfriar en el desecador hasta temperatura ambiente y se pesó nuevamente en la balanza de precisión obteniéndose el peso final (peso C). Una vez se tuvieron anotados todos los valores se obtuvieron los sólidos totales según la siguiente ecuación.

$$ST \left( \frac{g}{L} \right) = \frac{(C(g) - A(g))}{V_{muestra}(mL)} \cdot 1000$$

Una vez realizado el cálculo de los sólidos totales se tomó nuevamente el crisol con el sólido, se tapó y se llevó a un horno mufla fabricado por *Hobersal*, el cual se muestra en la Figura 14.

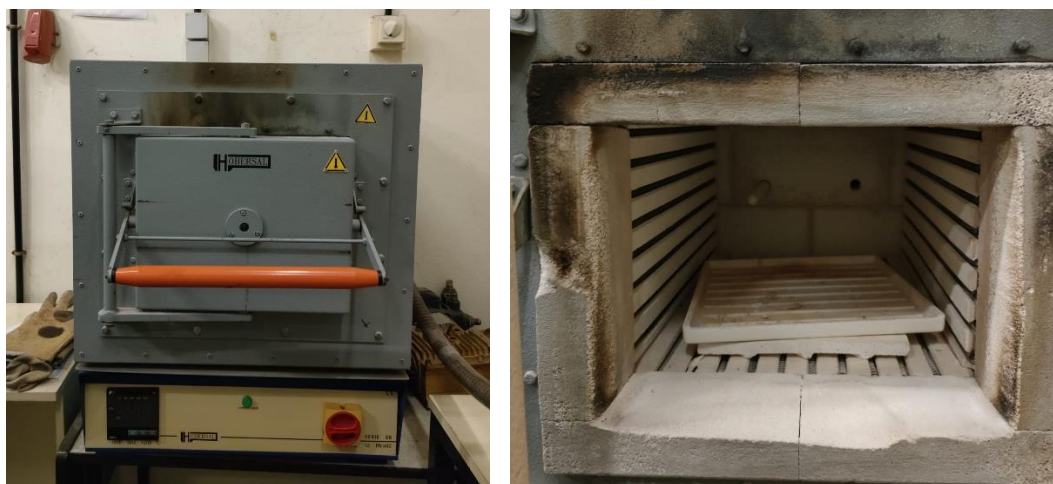


Figura 14. Horno mufla para la determinación de sólidos volátiles

Se programó el horno mufla para generar una rampa de temperatura desde la temperatura ambiente hasta llegar a los 550°C, donde se dejó durante una hora y media, para luego bajar la temperatura de nuevo hasta los 105°C y evitar así que la muestra retenga humedad. Terminado el programa, se retiró el crisol con unas pinzas y se volvió a dejar enfriar en el desecador hasta temperatura ambiente. Una vez frío se pesó en la balanza de precisión (peso D) y se obtuvieron los sólidos volátiles según la siguiente ecuación.

$$SV \left( \frac{g}{L} \right) = \frac{(C(g) - D(g))}{V_{muestra}(mL)} \cdot 1000$$

#### 3.2.4. Alcalinidad (TAC) y acidez volátil (AC)

La alcalinidad se define como la capacidad que tiene una sustancia para neutralizar un ácido. Es una medida de todas las sustancias alcalinas disueltas en agua, es decir, aquellas con pH superior a 7. Se diferencian tres tipos principales, dependiendo si se deben a bicarbonatos, carbonatos o hidróxidos. En general el compuesto que más contribuye es el bicarbonato y la alcalinidad se mide en g CaCO<sub>3</sub>/L. La acidez volátil es el parámetro que mide los ácidos volátiles, como el ácido acético, el ácido fórmico o el ácido propiónico, que pueden estar presentes en una muestra. La acidez se mide en g CH<sub>3</sub>COOH/L. Para que la digestión anaerobia sea óptima se recomienda que la relación de estos dos parámetros, AV/TAC, este en torno a 0,3.

Los análisis de alcalinidad y de acidez volátil se realizaron ambos por medio de valoraciones ácido-base. Se comenzó midiendo con una probeta una cantidad conocida de muestra ( $V_{muestra}$ ) a temperatura ambiente y se añadió a un vaso de precipitados junto con una varilla magnética. Se realizó un montaje como el de la Figura 15 en el cual se colocó el vaso con la muestra sobre



un agitador magnético y bajo dos buretas de 50 mL, una con ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,1N y otra con hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ) 0,1N.

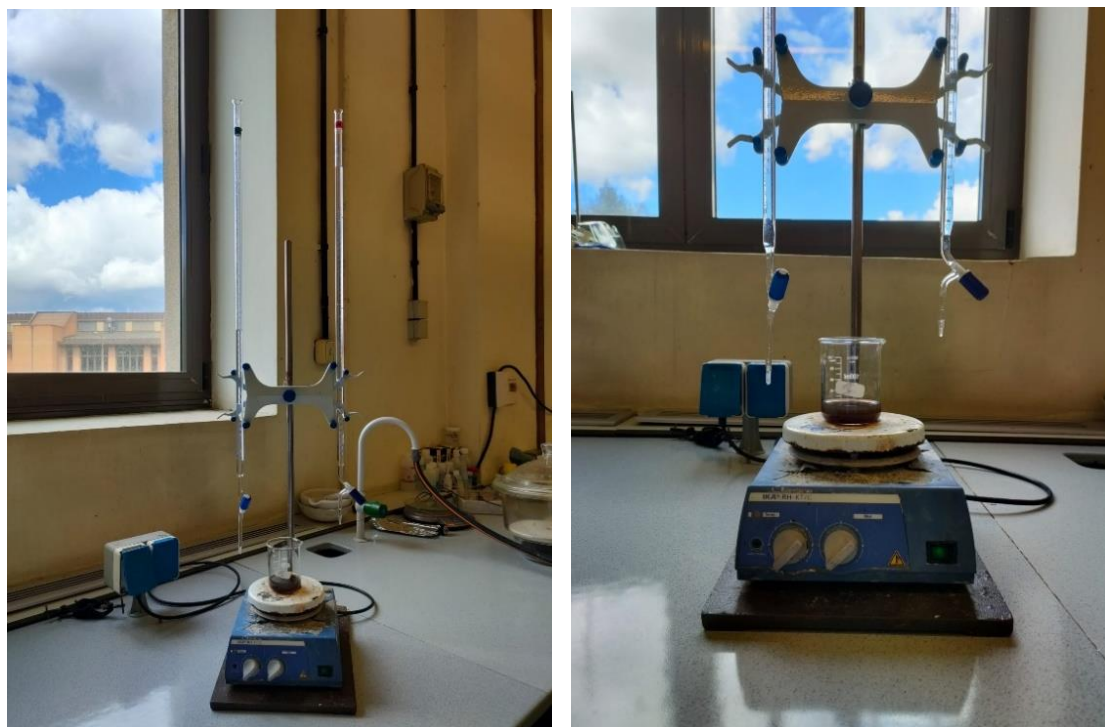


Figura 15. Montaje experimental para la obtención de los parámetros de alcalinidad y acidez volátil mediante valoraciones ácido-base

Se midió el pH inicial de la muestra con un pH-metro y a continuación se añadió con la bureta ácido sulfúrico hasta obtener pH 4, y se anotó el volumen utilizado ( $V_1$ ). Se volvió a añadir ácido sulfúrico hasta pH 3,5 y se llevó el vaso con la muestra sobre una manta calefactora hasta llegar a ebullición, una vez pasados 3 minutos de la ebullición se retiró de la manta y se dejó enfriar hasta temperatura ambiente. Cuando la muestra estuvo a temperatura ambiente se colocó de nuevo sobre el agitador magnético, se le añadió con la bureta hidróxido de sodio hasta pH 4 y se anotó el volumen necesitado ( $V_2$ ). Por último, se añadió más hidróxido de sodio hasta que la muestra llegó a pH 7 y se volvió a tomar nota del volumen ( $V_3$ ). Para realizar el cálculo de ambos parámetros se utilizaron las siguientes ecuaciones.

$$TAC\left(\frac{\text{g CaCO}_3}{\text{L}}\right) = \frac{V_1(\text{mL}) \cdot 0,1 \cdot 1000}{V_{\text{muestra}}(\text{mL})}$$

$$AC\left(\frac{\text{g CH}_3\text{COOH}}{\text{L}}\right) = \frac{(V_3(\text{mL}) - V_2(\text{mL})) \cdot 0,1 \cdot 1000}{V_{\text{muestra}}(\text{mL})}$$

### 3.2.5. Demanda biológica de oxígeno

Este parámetro mide la cantidad de oxígeno molecular utilizado durante una incubación específica para realizar la degradación biológica aerobia de la materia orgánica biodegradable en condiciones en las que se han inhibido los procesos fotosintéticos. Teóricamente este proceso de oxidación bioquímica es un proceso muy largo, por lo que en la práctica el ensayo se realiza durante 5 días ( $DBO_5$ ) a una temperatura constante de  $20^{\circ}\text{C}$ , ya que se han realizado estudios al respecto y se ha concluido que con ese tiempo es suficiente para conseguir una degradación de la materia en torno al 60-70% [30].

Para la obtención de la demanda biológica de oxígeno se siguió el método *Warbur*, el cual determina este parámetro midiendo directamente la variación de la presión en un volumen constante. Al inicio del experimento sobre cada una de las botellas existe una cantidad de aire con un contenido de oxígeno del 21%, pero a medida que avanza el tiempo las bacterias utilizan el oxígeno para oxidar la materia orgánica presente en la muestra, generando así una caída de presión en la botella que es medida por el sistema manométrico del equipo. Se utilizó el montaje que se muestra en la Figura 16, compuesto por 6 botellas opacas colocadas sobre una base con agitación magnética de la casa comercial *HACH* y cerradas con un tapón hermético que evita la entrada de más aire en el sistema y recoge la variación de presión que tiene lugar durante el proceso.

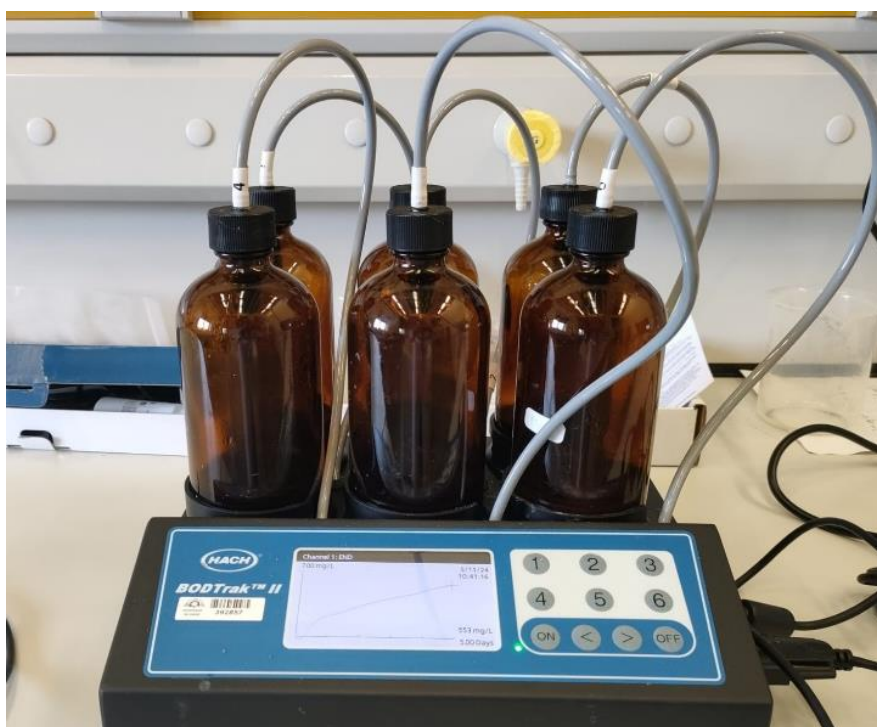


Figura 16. Botellas y base magnética para el ensayo de  $DBO_5$

Se comenzó midiendo el volumen necesario de muestra con ayuda de una probeta y se añadió la mezcla a cada una de las botellas junto con una dosis de micronutrientes. En cada botella se añadió una barra agitadora y una copa de silicona a modo de tapón, tal como se muestra en la Figura 17, en la cual se introdujeron dos pastillas de hidróxido potásico (KOH) para absorber el

CO<sub>2</sub> que se pueda generar en el interior de la botella durante la oxidación de la materia orgánica de la muestra.



Figura 17. Copa de silicona para introducir las pastillas de hidróxido potásico y cierre del tapón hermético

Se cerraron las botellas enroscando el tapón herméticamente y se colocaron sobre la base de agitación magnética para llevar el montaje a una incubadora a 20°C. Se seleccionó el programa deseado con una duración de 5 días y se mantuvo en la incubadora hasta que finalizó el ensayo. Una vez acabado se descargaron los datos y se pasaron a un documento Excel para realizar una gráfica concentración-día.

### 3.2.6. Concentración de nitrógeno amoniacal

Este parámetro determina la cantidad de nitrógeno en forma de amonio que hay presente en una muestra. Es un indicador de la presencia en el agua de contaminantes como materia orgánica en descomposición, por lo que es habitual encontrar valores elevados de esta concentración en aguas residuales y efluentes.

La concentración de nitrógeno amoniacal se realizó mediante electrodo selectivo, utilizando un analizador de iones Orion Mod 720 Aplus. con electrodo selectivo de amonio ORION 95-25, mostrado en la Figura 18.

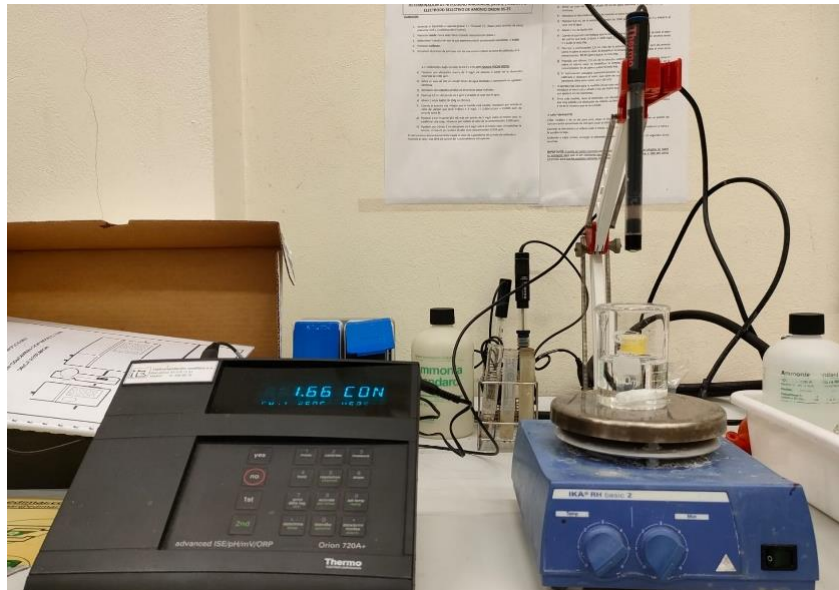


Figura 18. Montaje de electrodo selectivo conectado al medidor de concentración y agitador magnético

Para comenzar, se configuró el medidor y se realizó un calibrado sobre 50 mL de agua destilada con una solución estándar de 1000 ppm de amonio y una disolución de NaOH 5M. Con ayuda de una probeta se midieron 50 mL de muestra y se vertió junto con una barra agitadora en un vaso de precipitados de 100 mL que se colocó sobre un agitador magnético. Se introdujo el electrodo selectivo en la muestra y con una micropipeta se añadió 1 mL de la disolución de NaOH 5M. Se esperó unos segundos y se obtuvo una medida estable.

### 3.3. CENTRIFUGACIÓN DE LAS MUESTRAS DEL REACTOR

Durante el estudio se hizo necesario centrifugar las muestras del digestado extraído del reactor anaerobio. La centrifugación se llevó a cabo en una centrífuga como la que se muestra en la Figura 19, modelo Multifuge 3L, perteneciente a la casa comercial *Heraeus*.



Figura 19. Máquina centrífuga modelo Multifuge 3L



Se tomaron 4 recipientes, los cuales se rellenaron con 4 muestras de igual volumen y se taparon convenientemente para evitar fugas durante la centrifugación. Los recipientes con las muestras contenidas se colocaron enfrentados en el interior de la centrífuga, tal y como se muestra en la Figura 20, de tal manera que el peso en ambos lados quede equilibrado para favorecer que la operación de separación sea eficaz y homogénea en todos los recipientes.

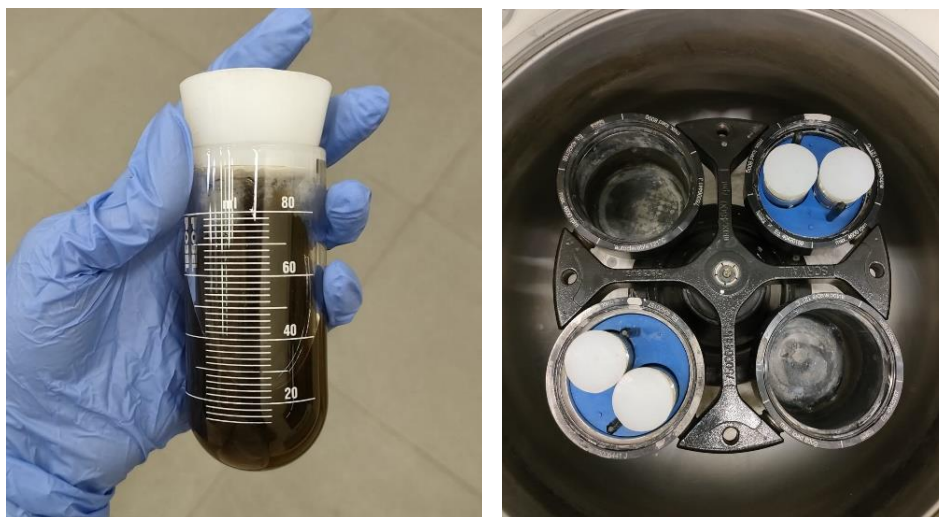


Figura 20. Muestras contenidas en los recipientes debidamente tapados y posicionadas en el interior de la máquina centrífuga

Para todas las muestras el programa de centrifugación tuvo una duración de 5 minutos a una velocidad de 2500 revoluciones por minuto.

### 3.4. MEDIDA DE LA COMPOSICIÓN DEL BIOGÁS POR MEDIO DE CROMATOGRAFÍA DE GASES

La cromatografía de gases es una técnica de separación que nos permite determinar los diferentes componentes de muestras complejas formadas por compuestos volátiles. Este método utiliza un gas inerte de alta pureza como fase móvil que suele ser helio, hidrógeno, argón o nitrógeno para evitar interferencias con la mezcla a analizar, este gas arrastra los diferentes componentes de la muestra a través de una columna sin interactuar con ellos. Durante este arrastre, se separan los componentes del gas en función de la afinidad que tengan por la fase estacionaria y a la salida de la columna son identificados por un detector. Hay varios tipos de detectores, detector de ionización de llama (FID), detector de conductividad térmica (TCD), detector de captura de electrones (ECD) o detector de fotoionización (PID), entre otros.

Esta técnica es ampliamente utilizada, pero presenta limitaciones debido a la temperatura, que juega un papel muy importante en el método. Por ello, no es recomendable para compuestos que estén en forma iónica o que presenten baja volatilidad.

Tanto el biogás obtenido en los reactores como el producido en el ensayo de biodegradabilidad se analizaron por medio de cromatografía de gases. Para este análisis se utilizó un cromatógrafo *Agilent* modelo 7890A como el que se muestra en la Figura 21, de columna empacada *Porapak*

80/100 con ID de 2mm y tamiz molecular Molsieve 13X, con un detector de conductividad térmica (TCD) y un inyector para introducir las muestras. Para la determinación de la composición el cromatógrafo utiliza helio como gas portador, nitrógeno como homogeneizador de flujo en el detector TCD y aire para el accionamiento de la válvula neumática. Además, durante el análisis el cromatógrafo alterna entre dos columnas por medio de un cambio de válvula.



Figura 21. Columnas empacadas del interior del cromatógrafo e inyector para introducir la muestra

Se tomaron 500 $\mu$ L de la muestra de gas a analizar con una jeringuilla especial para gases y se introdujeron en el cromatógrafo pinchando la muestra a través del inyector. Una vez transcurrido el tiempo necesario para que todos los componentes de la muestra analizada salgan de las columnas (unos 6 minutos), el equipo muestra el cromatograma, en el que se recoge el área de cada uno de los picos correspondientes a cada compuesto. Con la ayuda del calibrado realizado, se transforma el área de cada pico en concentración, expresada en % en volumen.

### 3.5. ENSAYOS DE BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA

Una vez recibido el inóculo en el laboratorio se tamizó a 80  $\mu$ m y se mantuvo a 55°C. Para determinar la actividad del inóculo mesofílico en condiciones termofílicas se realizaron ensayos de biodegradabilidad anaerobia a 55°C en botellas tipo ISO de vidrio borosilicatado de 1 litro de capacidad, provista de cierre con dos orificios que permiten la medida del volumen y composición del biogás generado. La temperatura de operación se mantuvo constante durante todo el ensayo mediante una estufa de la casa comercial SELECTA. El montaje utilizado en estos ensayos se muestra en la Figura 22.

El procedimiento seguido es el descrito por Holliger et al. [31] Para operar en las mismas condiciones en todos los ensayos, la cantidad de inóculo y sustrato añadida en cada botella se calculó manteniendo una relación de  $SV_{\text{sustrato}}/SV_{\text{inóculo}}=2$ . El volumen total introducido en las botellas (inóculo + sustrato) fue de 500 ml. Como el objetivo de estos ensayos era conocer la actividad del inóculo mesofílico en condiciones termofílicas, se utilizó como sustrato celulosa microcristalina, sustrato que se suele utilizar como control pues se conoce que su potencial bioquímico de CH<sub>4</sub> (BMP, en sus siglas en inglés) es de 414 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV.



Figura 22. Montaje experimental para el ensayo de biodegradabilidad

Se realizaron un total de 6 ensayos (Figura 23): 3 con celulosa microcristalina y otros 3 solo con inóculo. Una vez introducidas las cantidades necesarias en cada ensayo, que fueron calculadas con la herramienta Online Biogas App (OBA), se realizó un barrido de las mismas con  $N_2$  gas para evitar la presencia de aire durante el ensayo. Además, se aprovechó la gasificación con nitrógeno para cubrir con agua jabonosa todas las juntas del sistema y que en el caso de que hubiese alguna fuga se hiciese visible por medio de un burbujeo.

Las cantidades añadidas fueron las siguientes: En 3 de las botellas se añadieron 500 g de inóculo tamizado para utilizarlas como blanco y tener un control del biogás que puede ser producido por el propio inóculo, y en las otras 3 se añadieron los 498 g de inóculo junto con 2,08 g de celulosa microcristalina.



Figura 23. Botellas llenas con inóculo tamizado utilizadas en el ensayo de biodegradabilidad

Las botellas se agitaban una vez al día, antes de la medida del volumen de biogás producido. Esta medida se realizó mediante desplazamiento. El sistema de desplazamiento (Figura 24) consiste en unos matracos llenos de una disolución cuya composición evita la disolución del dióxido de



carbono. La mezcla se compone de cloruro de sodio, hidrogenocarbonato de sodio, naranja de metilo y ácido sulfúrico 98%. los matraces se cierran con cabezales de frascos de lavado de gases (tipo Drechsel). Si se produce biogás en las botellas, el gas pasará a través de la conexión de plástico al matraz, haciendo así que el volumen de biogás desplace exactamente la misma cantidad de volumen de líquido. Este volumen de líquido desplazado ascenderá a través de un tubo de vidrio del cabezal del matraz y mediante una conexión de silicona vierte a una probeta que permite leer los mL de líquido desplazado, con lo que podremos obtener la cantidad biogás generado. En la conexión por la cual circula el biogás, se colocó una pieza en T para poder colocar un tapón roscado con un septum en su interior para realizar las extracciones del gas y poder analizar su composición mediante cromatografía de gases.



Figura 24. Sistema de desplazamiento para medir el volumen de biogás generado

Para el cálculo de la producción de metano se sigue el procedimiento descrito por Hafner et al. 2020 [32].

### 3.6. ESTUDIO EN CONTINUO DE LA DIGESTIÓN ANAEROBIA EN RANGO TERMOFÍLICO

El estudio se limita a la fase de arranque del proceso de digestión anaerobia en rango termofílico, empleando dos reactores tipo CSTR.

En primer lugar, se utilizó un montaje compuesto por un reactor de 5 L de capacidad unido a un sistema de desplazamiento para medir el volumen de biogás generado. En la Figura 25 se muestra el reactor, el cual se mantuvo a 55°C y en constante agitación durante todo el estudio mediante un agitador de varilla. Para mantener la temperatura se empleó un encamisado con cable calefactor, conectado a un controlador de temperatura y una sonda de temperatura de superficie, de la casa comercial ISCAL.



Figura 25. Reactor anaerobio de 5L conectado al sistema de desplazamiento

Por la parte superior del se colocó un embudo para poder introducir la alimentación diariamente. También se añadió una manguera para la salida del biogás, la cual pasa en primer lugar por una ampolla de gases que contiene gel de sílice, empleado para retirar la humedad que pueda estar presente en el gas generado, y a continuación se conecta al sistema de desplazamiento. El digestato se recoge por la parte inferior del reactor, mediante una válvula conectada a un tubo de salida.

El sistema de desplazamiento que se muestra en la Figura 26 se compuso por un matraz relleno de una disolución inerte al dióxido de carbono, y su funcionamiento es análogo al sistema de desplazamiento descrito en el ensayo de biodegradabilidad.

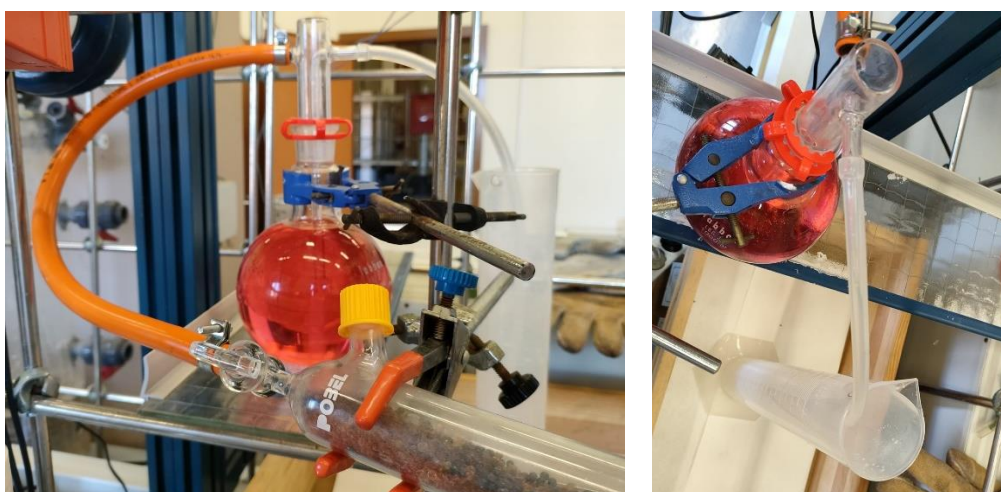


Figura 26. Sistema de desplazamiento para la medida del volumen del biogás generado en el reactor

Para la puesta en marcha el reactor se llenó añadiendo el inóculo tamizado hasta llegar al 75% de su volumen. Se arrancó el agitador y se elevó la temperatura hasta que se obtuvo un valor estable de 55°C.

El otro reactor empleado en el estudio fue un reactor de 2 L modelo Minireactor Premium MR con una tapa de vidrio de 5 bocas, perteneciente a la casa comercial *Scharlab*, con una sonda de temperatura y un encamisado de agua que se mantienen a una temperatura de 57°C mediante un baño termostizado *HAAKE K35*. En la Figura 27 se muestra el montaje de los dos equipos en funcionamiento. De igual manera que en el reactor descrito anteriormente, se colocó un agitador, un embudo para la alimentación y un sistema de desplazamiento para la medida de biogás análogo a los que ya se han explicado en otros montajes.

En este caso el reactor se llenó inicialmente con 750 mL del efluente “*Lodos BIOMEMBRAT*” y se le añadió diariamente como alimentación este mismo efluente junto con metanol, en una dosis de 1 mL/L hasta llegar a tener el reactor lleno al 75% de su capacidad, es decir, 1,5 L. Una vez se llegó al 75% de su capacidad, los sucesivos días se continuó añadiendo el mismo volumen de alimentación y de metanol, y se extrajo la misma cantidad de digesto para mantener los 1,5 L en el interior del reactor.

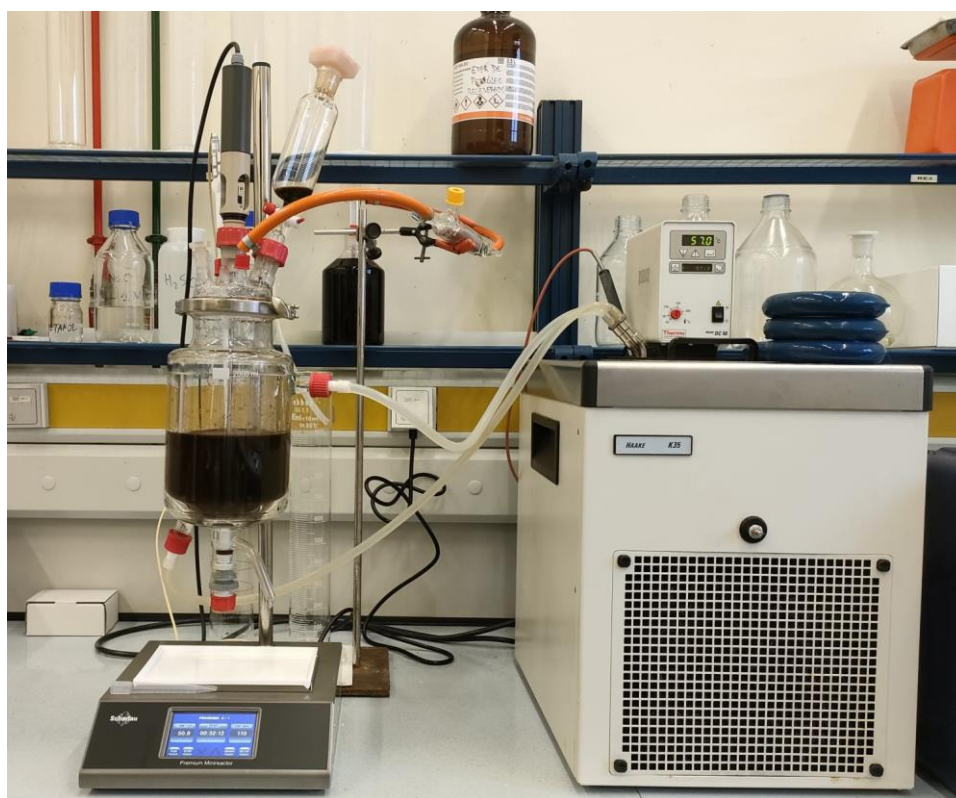


Figura 27. Reactor anaerobio Scharlab de 2L conectado a un baño termizado

### 3.7. APLICACIÓN DE ULTRASONIDOS COMO PRETRATAMIENTO DE EFLUENTES

En el caso de los efluentes “*Lodos BIOMEMBRAT*” y “*Lixiviado*”, se realizó una sonicación y se caracterizó de nuevo la muestra con el fin de observar si los parámetros sufrían variaciones significativas. El objetivo de este análisis es ver si hay una mejoría en las características de los



efluentes de cara a plantear la sonicación como un pretratamiento para futuras investigaciones, ya que en el caso de este estudio por limitaciones de tiempo no se tuvo la oportunidad de llevar a la práctica la operación del reactor con los efluentes tras la sonicación. Para la prueba se utilizó el equipo de la casa comercial *hielser* modelo UP400S que se muestra en la Figura 28, con un sonotrodo H22 de 22 mm de diámetro y 85 W/cm<sup>2</sup> de potencia acústica.

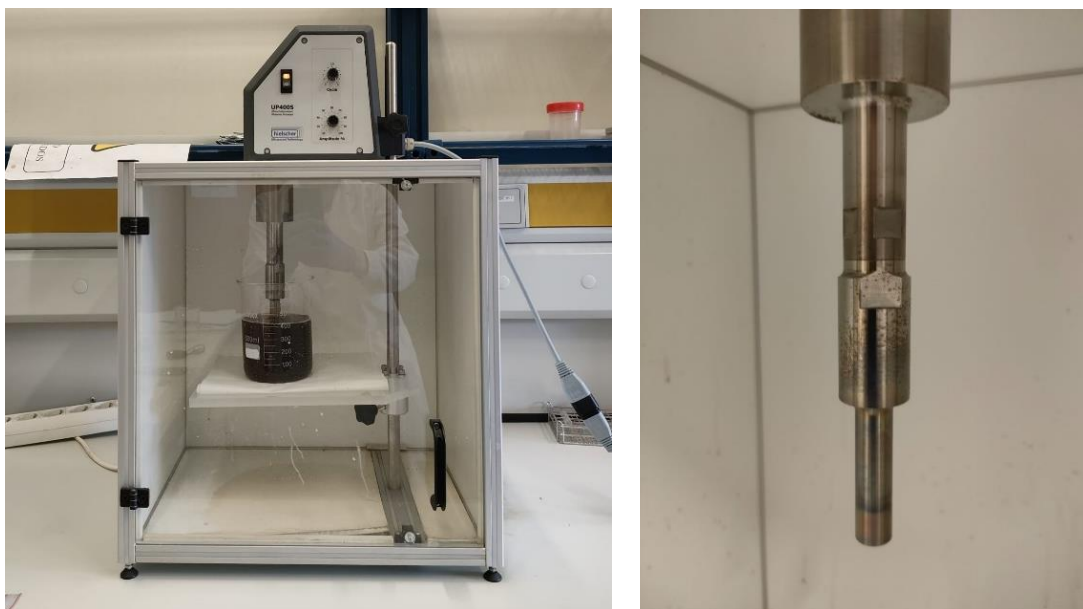


Figura 28. Equipo de sonicación y sonotrodo H22

También se utilizó un potenciómetro para medir la potencia (P) consumida por el equipo y poder realizar el cálculo de la energía específica (E<sub>s</sub>) en función del tiempo de duración de la sonicación (t), el volumen de muestra (V) y los sólidos totales (ST) según la siguiente ecuación.

$$E_s \left( \frac{J}{g} \right) = \frac{P(w) \cdot t(s)}{V(L) \cdot ST \left( \frac{g}{L} \right)}$$

Según las especificaciones del equipo y en función del tamaño del sonotrodo se decidió realizar la sonicación en muestras de un volumen de 400 mL, introduciendo el sonotrodo en la muestra un máximo de 4,5 cm. Para cada una de las muestras se realizó un único ciclo con una amplitud del 50% y una duración de 5 minutos.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1. CARACTERIZACIÓN DEL INÓCULO Y LOS SUSTRATOS EMPLEADOS

Como se ha indicado en el alcance de este TFG, la investigación llevada a cabo se enmarca dentro del proyecto LIFE INFUSION (LIFE19 ENV/ES/000283), en el que participa COGERSA. Entre las tareas a abordar por COGERSA en dicho proyecto se encuentra la puesta en marcha de un digestor anaerobio a escala piloto en condiciones termófilas, en el que se estudiará la viabilidad del proceso anaerobio en la valorización de efluentes residuales generados en las instalaciones del complejo, principalmente lixiviado y digestato procedente de la biometanización de la FORM de recogida selectiva.

#### 4.1.1. Caracterización del inóculo

En esta investigación se ha optado por utilizar como inóculo el procedente de la planta de biometanización de COGERSA, que trata la fracción orgánica de residuos municipales procedente de recogida selectiva, en rango mesofílico. El objetivo es comprobar su comportamiento al pasarlo directamente a condiciones termofílicas.

En la Tabla 2 se recogen todos los resultados obtenidos en la caracterización del inóculo proporcionado por COGERSA. Cabe destacar la baja concentración de sólidos volátiles que presenta (5,96 g/L), debido a que procede de un reactor de mezcla completa que opera por vía húmeda, no habiendo ningún sistema de retención de la biomasa. En lo que respecta a la acidez volátil, los valores son muy bajos, lo que indica la ausencia de acidificación en el reactor del que procede. Además, los valores de nitrógeno amoniacal, 1670 mg/L, están por debajo de los valores que se consideran inhibidores en para un proceso de digestión anaerobia (2500 mg/L N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>).

Tabla 2. Caracterización de inóculo bruto

Parámetro	Inóculo Bruto	Desviación estándar	Error
pH	7,43	0,00	0,00
Conductividad (mS/cm)	26,40	0,00	0,00
ST (g/L)	15,10	0,02	0,14
SV (g/L)	5,96	0,01	0,24
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	13,20	0,00	0,00
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	0,46	0,02	4,66
DQO total (mg/L)	7963,15	461,21	5,79
DQO soluble (mg/L)	4317,63	1282,63	29,71
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	1670,00	56,57	3,39



El inóculo proporcionado puede contener una cantidad importante de microplásticos, al estar estos presentes en la FORM que se alimenta al reactor. Por este motivo se tamizó con un tamiz de 80  $\mu\text{m}$  y se caracterizó de nuevo por si hubiese una variación notable en alguno de los parámetros. En la Tabla 3 se muestra esta segunda caracterización del inóculo, en la cual se puede observar que ninguno de los parámetros varía de forma significativa tras el tamizado.

Tabla 3. Caracterización del inóculo tamizado

Parámetro	Inóculo Tamizado	Desviación estándar	Error
pH	7,80	0,33	4,23
Conductividad (mS/cm)	26,00	0,00	0,00
ST (g/L)	14,58	0,54	3,71
SV (g/L)	5,83	0,37	6,27
Alcalinidad (g $\text{CaCO}_3$ /L)	12,98	0,26	2,04
Acidez volátil (g $\text{CH}_3\text{COOH}$ /L)	0,46	0,00	0,62
DQO total (mg/L)	9253,96	833,16	9,00
DQO soluble (mg/L)	4372,38	368,66	8,43
N- $\text{NH}_4^+$ (mg/L)	1275,00	7,07	0,55

De cara a realizar el estudio de biodegradabilidad anaerobia con celulosa microcristalina, para comprobar la actividad del inóculo en condiciones termofílicas, se concentró el inóculo tamizado para aumentar la concentración de sólidos volátiles y alcanzar el mínimo requerido para poder realizar el ensayo. En la Tabla 4 se muestra la caracterización de este inóculo tamizado concentrado. Como era de esperar, todos los parámetros aumentaron ligeramente su concentración.

Tabla 4. Caracterización del inóculo tamizado concentrado

Parámetro	Inóculo Tamizado Concentrado
pH	9,76
Conductividad (mS/cm)	34,21
ST (g/L)	24,35
SV (g/L)	10,27
Alcalinidad (g $\text{CaCO}_3$ /L)	17,23
Acidez volátil (g $\text{CH}_3\text{COOH}$ /L)	0,61
DQO total (mg/L)	8343,38
DQO soluble (mg/L)	4143,38
N- $\text{NH}_4^+$ (mg/L)	1677,63

#### 4.1.2. Caracterización de los sustratos

Para llevar a cabo esta investigación COGERSA proporcionó cuatro efluentes residuales orgánicos susceptibles de ser utilizados como sustrato en procesos de digestión anaerobia. Con este planteamiento se mejoraría la circularidad de las plantas de tratamiento de residuos, ya que podrían aumentar la producción de biogás empleando efluentes generados en el propio centro de tratamiento, que de otra manera no serían valorizables. Además, la puesta en marcha de la nueva planta anaerobia no requeriría transportar inóculo de otra planta en funcionamiento, pudiendo emplear directamente inóculo mesófilo en el proceso termofílico. De esta forma se está contribuyendo a disminuir las emisiones de gases efecto invernadero debidas al transporte, al no tener que introducir en el proceso de la digestión anaerobia componentes externos al centro.

Para las cuatro corrientes residuales recibidas se realizó una caracterización físico-química, cuyos resultados se presentan a continuación (Tablas 2-5). También se analizó la DBO de cada efluente, con el objetivo de determinar la materia orgánica biodegradable que contienen.

- Lixiviado de vertedero

El lixiviado es uno de los efluentes objeto de estudio en el proyecto LIFE INFUSION (LIFE19 ENV/ES/000283). Los resultados de caracterización se recogen en la Tabla 5. Como se puede observar, la carga orgánica no es elevada. La DQO presenta un valor medio de 5208 mg/L, siendo la concentración máxima obtenida de 5864 mg/L y la mínima de 4560 mg/L. La mayor parte de esta DQO es soluble (un 89%). En lo que respecta a la DBO<sub>5</sub>, presenta un valor medio de 985 mg/L, siendo el máximo de 1046 mg/L y el mínimo de 924 mg/L. La relación DBO<sub>5</sub>/DQO es de 0,19, lo que indica que la materia orgánica presente en el lixiviado es poco biodegradable. A la vista de los resultados obtenidos el lixiviado objeto de estudio se puede clasificar como un lixiviado procedente de vertederos de edad intermedia o maduro, según a bibliografía consultada [24].

En lo que respecta a los sólidos volátiles estos están en torno a los 5,5 g/L. Tanto el pH como los valores de alcalinidad y acidez volátil son adecuados para un proceso de digestión anaerobia y los valores de nitrógeno amoniacal están por debajo del nivel que puede resultar inhibitor para las bacterias anaerobias.

Tabla 5. Caracterización físico-química del efluente “Lixiviado”

Parámetro	Media	Máximo	Mínimo
pH	8,23	8,49	7,86
Conductividad (mS/cm)	21,66	22,50	20,81
ST (g/L)	14,42	20,81	10,18
SV (g/L)	5,46	10,90	2,05
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	7,43	7,65	7,22
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	0,35	0,50	0,19
DQO total (mg/L)	5208,43	5863,58	4560,00
DQO soluble (mg/L)	4651,21	5035,08	4312,42
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	985,02	1045,86	924,18
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	1645,00	1750,00	1530,00

Si la variación de la DBO se analiza en detalle (Figura 29) se observa un comportamiento típico de la cinética de la DBO, no observándose retardo en los primeros días, ni procesos de nitrificación debido a la oxidación de nitrógeno orgánico que pueda haber en el residuo.

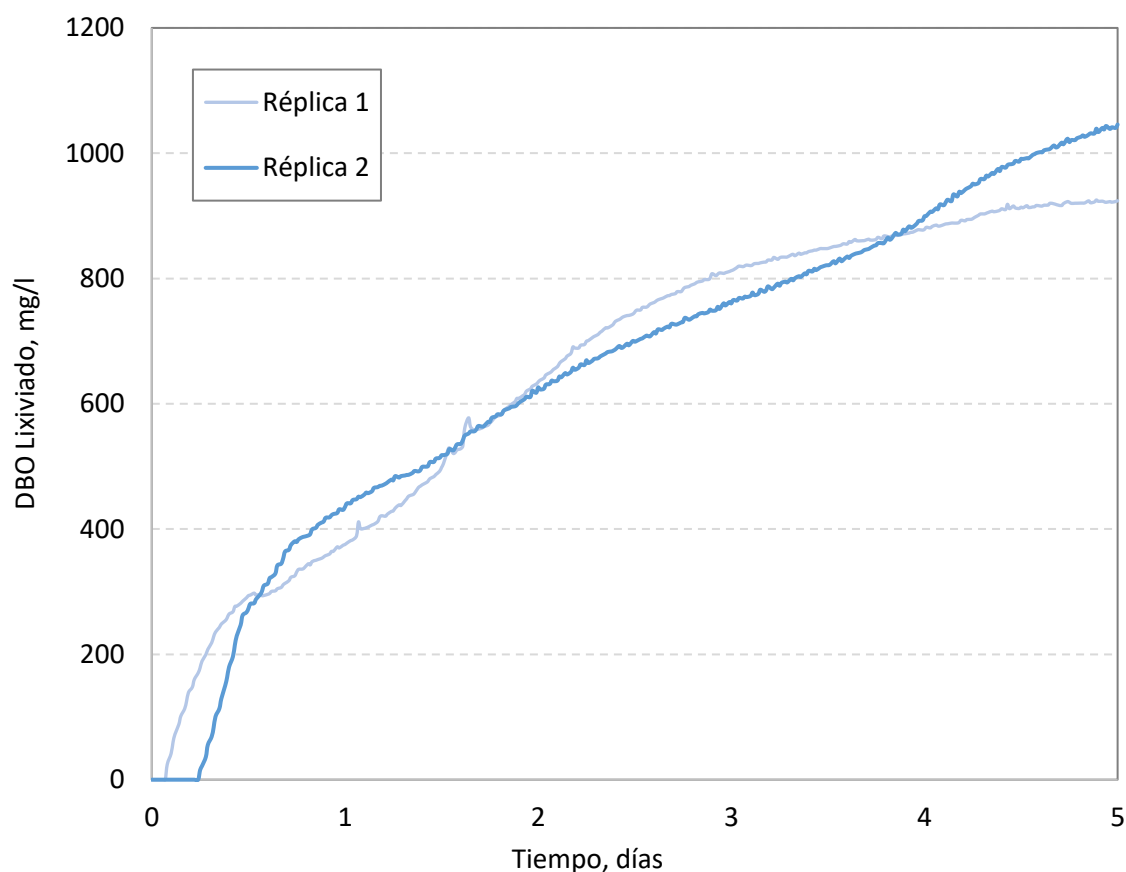


Figura 29. Biodegradabilidad del efluente “Lixiviado” a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO<sub>5</sub>

- Efluente de salida (digestato) de la planta de biometanización de la FORM de recogida selectiva

En la Tabla 6 se presentan los valores para el efluente “Biometanización Licor DA”. Para este efluente la DQO presenta un valor medio de 6389.83 mg/L, de los cuales un 64% son solubles. Para el parámetro de DBO<sub>5</sub> se presenta un valor de 799.10 mg/L, no muy elevado. La relación DBO<sub>5</sub>/DQO es de 0,13, un valor bastante bajo que indica que la materia orgánica de este efluente es muy poco biodegradable. Las concentraciones de amonio son algo elevadas con una media de 1595 mg/L N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, aunque siguen manteniéndose muy por debajo del límite de 2500 mg/L N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> a partir del cual puede causar inhibiciones en el proceso anaerobio. Para los sólidos volátiles se presenta un valor medio de 4,11 g/L. El pH, la alcalinidad y la acidez volátil están también dentro de los límites para poder llevar a cabo una buena digestión anaerobia sin inhibiciones.

Tabla 6. Caracterización físico-química del efluente “Biometanización Licor DA”

Parámetro	Biometanización Licor DA	Desviación estándar	Error
pH	7,54	0,00	0,00
Conductividad (mS/cm)	23,60	0,00	0,00
ST (g/L)	11,61	0,05	0,43
SV (g/L)	4,11	0,67	16,36
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	10,34	0,35	3,39
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	0,22	0,02	9,87
DQO total (mg/L)	6389,83	494,92	7,75
DQO soluble (mg/L)	4091,71	466,16	11,39
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	799,10	25,36	3,17
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	1595,00	7,07	0,44

La curva de la Figura 30, que representa la variación de la DBO para el efluente “Biometanización Licor DA” presenta valores de materia orgánica biodegradable no muy elevados. Además, pasados los 5 días no se observa una estabilización de la curva, sino que sigue con una pendiente bastante pronunciada, lo que podría indicar una cinética lenta de oxidación de la materia orgánica biodegradable. Como ocurría en el caso de los lixiviados, no se observa que haya retardo al comienzo del proceso de biodegradación ni tampoco la presencia de procesos de nitrificación.

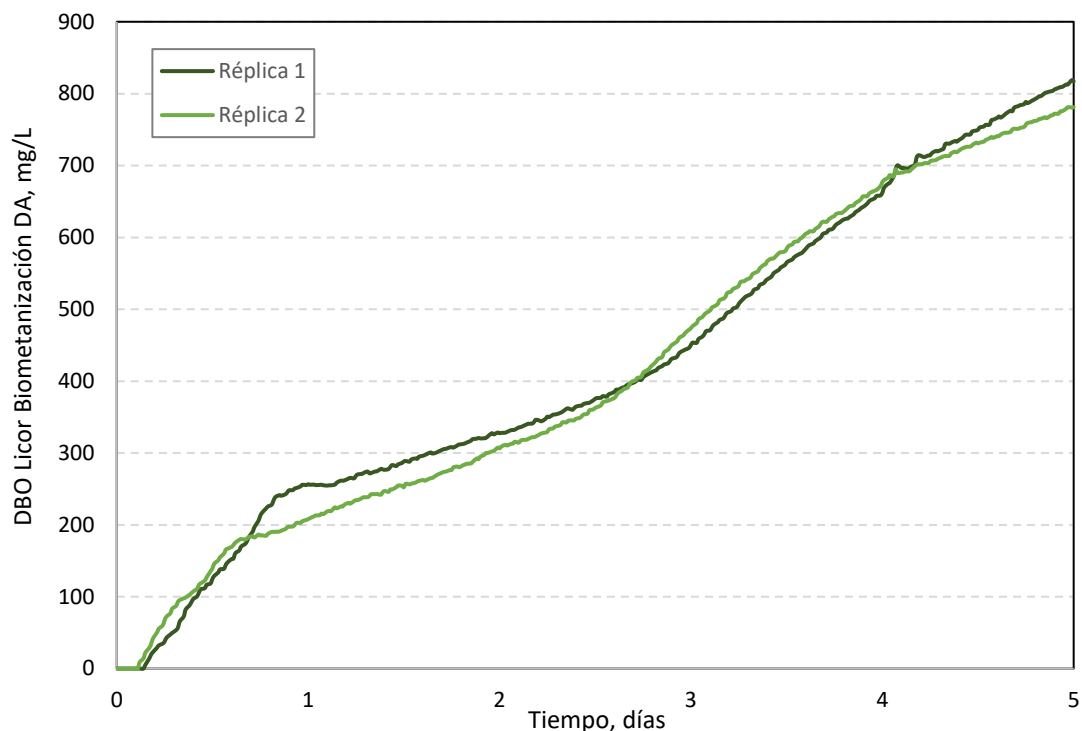


Figura 30. Biodegradabilidad del efluente "Biometanización Licor DA" a partir de los datos obtenidos del ensayo de  $\text{DBO}_5$

- Efluente recogido en la zona de acopio de residuos de la nueva planta de clasificación de la bolsa negra

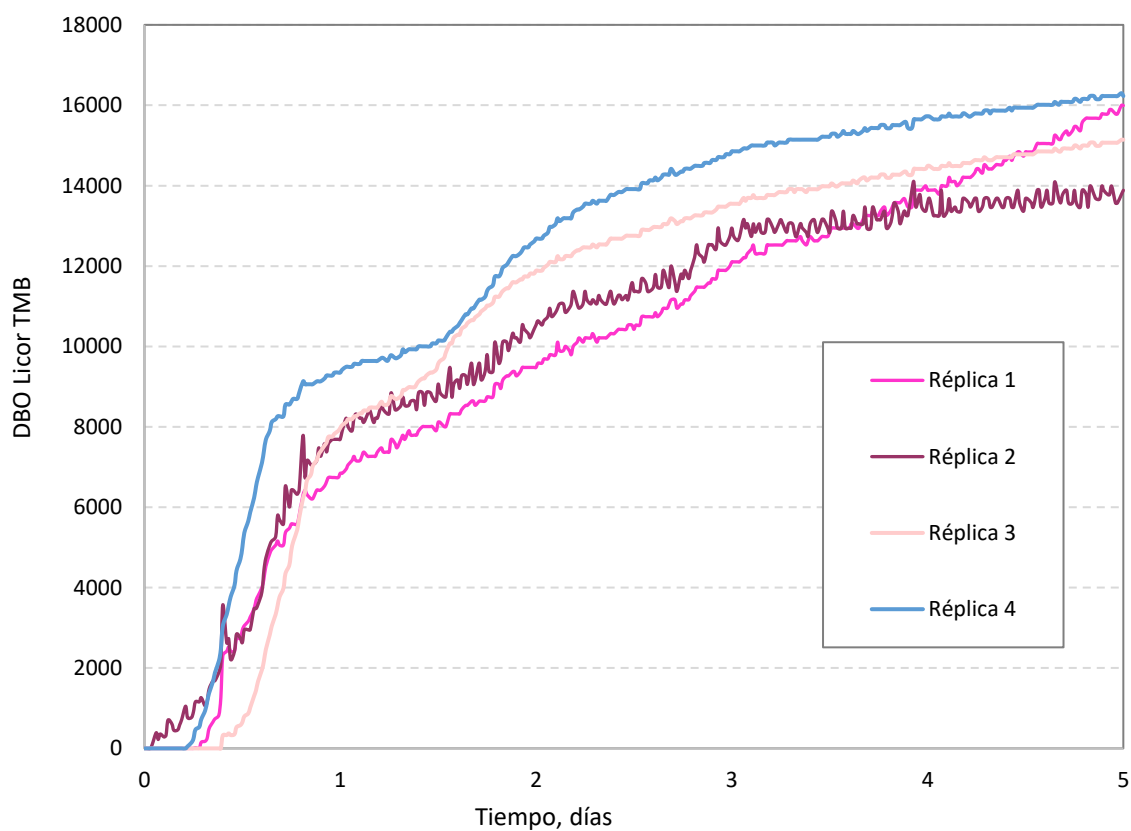
En los resultados obtenidos para esta corriente (Tabla 7) se puede ver que este efluente es el que presenta mayor carga orgánica de todos los analizados. Para el parámetro DQO soluble se ha obtenido un valor medio de 22760 mg/L, lo que supone casi un 94% del valor de la DQO total, que es 24260,17 mg/L. Del ensayo de  $\text{DBO}_5$  se ha obtenido un valor medio de 15312,19 mg/L, resultando una relación de  $\text{DBO}_5/\text{DQO}$  de 0,67, la cual indica que la materia orgánica presente en esta corriente residual es muy biodegradable. Para los sólidos volátiles se obtuvo un valor medio de 7,24 g/L. El pH tiene un valor un poco más bajo de lo que sería óptimo, pero aún así seguiría entrando dentro del rango aceptable. El valor de la alcalinidad sería adecuado para un proceso de digestión anaerobia, pero en cambio la acidez volátil es algo elevada, lo que podría dar lugar a un problema de acumulación de ácidos grasos volátiles, que podrían causar la acidificación del reactor si no se ajustan adecuadamente las velocidades de carga orgánica empleados en el proceso de digestión anaerobia. Los valores de nitrógeno amoniacal están por debajo del nivel que puede resultar inhibitorio para las bacterias anaerobias.



Tabla 7. Caracterización físico-química del efluente "Ecurrido TMB"

Parámetro	Ecurrido TMB	Desviación estándar	Error
pH	6,44	0,00	0,00
Conductividad (mS/cm)	13,56	0,00	0,00
ST (g/L)	14,11	0,54	3,81
SV (g/L)	7,24	0,23	3,13
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	6,12	0,24	3,89
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	4,56	0,11	2,41
DQO total (mg/L)	24260,17	2126,80	8,77
DQO soluble (mg/L)	22760,47	1816,00	7,98
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	15312,19	1060,23	6,92
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	961,00	15,56	1,62

En el caso de la DBO (Figura 31), se observa que la curva de oxidación para el efluente "Ecurrido TMB" tiene una pendiente muy elevada, aproximándose bastante a un valor estable pasados los 5 días del ensayo. Esto parece indicar que esta corriente es de biodegradabilidad muy rápida. No se observan procesos de nitrificación ni retardos.

Figura 31. Biodegradabilidad del efluente "Ecurrido TMB" a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO<sub>5</sub>

- Efluente procedente de la planta de tratamiento de lixiviados basada en el proceso *BIOMEMBRAT*

En la Tabla 8 se presentan los valores para la corriente “Lodos BIOMEMBRAT”. La DQO presenta un valor medio de 24402,58 mg/L, de los cuales tan solo son solubles 10936,26 mg/L, es decir, un 45%. Para el parámetro de DBO<sub>5</sub> se presenta un valor de 3039,81 mg/L, resultando una relación DBO<sub>5</sub>/DQO es tan solo de 0,12. Las concentraciones de amonio son muy bajas, con una media de 121,50 mg/L N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, lo que garantiza que no generaran inhibiciones en el proceso. Para los sólidos volátiles se presenta un valor medio de 6,10 g/L. El pH, la alcalinidad y la acidez volátil presentan valores dentro de los niveles mínimos y máximos para poder llevar a cabo una buena digestión anaerobia sin inhibiciones.

Tabla 8. Caracterización físico-química del efluente “Lodos BIOMEMBRAT”

Parámetro	Lodos BIOMEMBRAT	Desviación estándar	Error
pH	7,49	0,08	1,04
Conductividad (mS/cm)	13,92	0,04	0,25
ST (g/L)	15,99	0,32	2,01
SV (g/L)	6,10	0,04	0,71
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	3,66	0,09	2,56
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	1,78	0,12	6,76
DQO total (mg/L)	24402,58	1804,68	7,40
DQO soluble (mg/L)	10936,26	505,31	4,62
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	3039,81	270,18	8,89
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	121,50	3,00	2,47

La curva que representa la variación de la DBO para el efluente “Lodos BIOMEMBRAT” (Figura 32) presenta valores de materia orgánica biodegradable elevados, pero en cambio con 5 días no es suficiente para llegar a un valor estable, lo que podría indicar que es de biodegradabilidad lenta. En este efluente tampoco se observan procesos de nitrificación ni retardos.

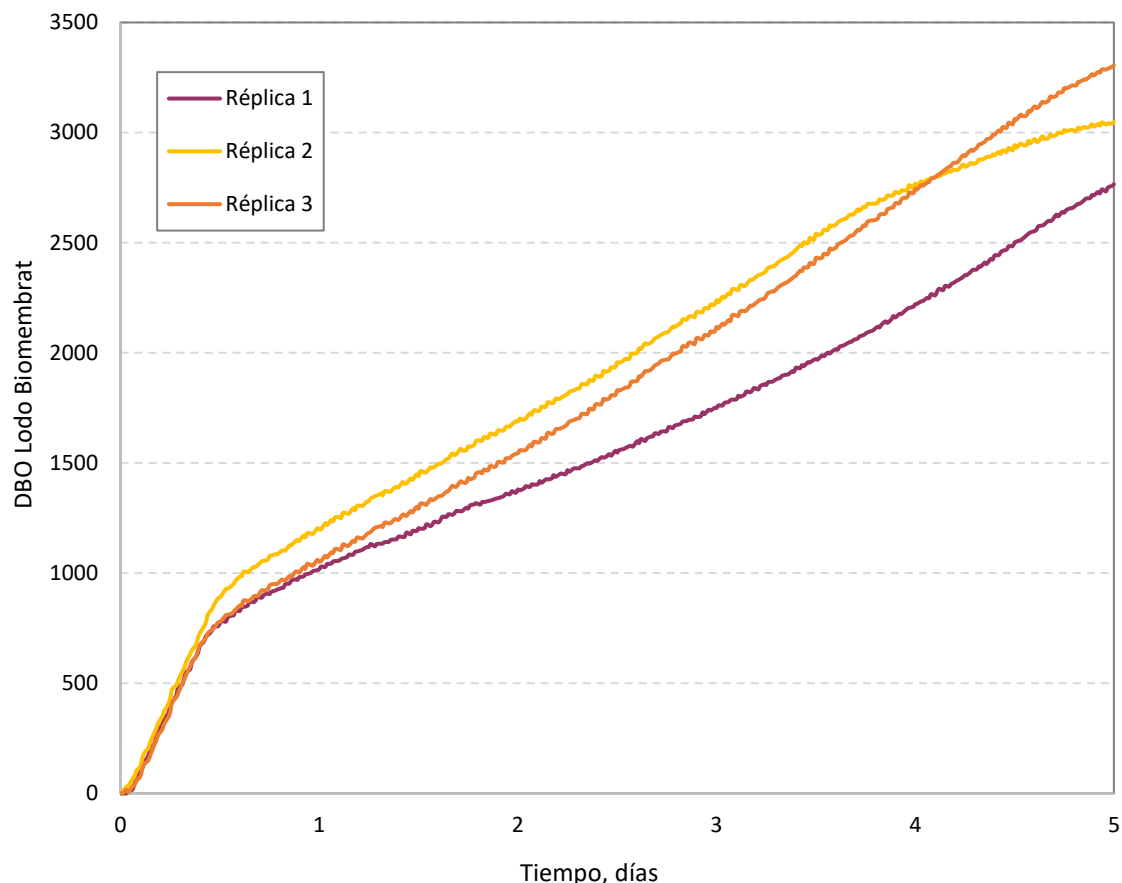


Figura 32. Biodegradabilidad del efluente “Lodos BIOMEMBRAT” a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO<sub>5</sub>

#### 4.2. POTENCIAL DE PRODUCCIÓN DE METANO DEL INÓCULO EN RANGO TERMOFÍLICO

La puesta en marcha de un reactor anaerobio tiene siempre su etapa crítica en la elección del inóculo de partida, ya que éste va a determinar el tiempo de la fase de arranque de la planta y el éxito del proceso. Generalmente el inóculo necesario para la nueva planta procede de otra que ya está en funcionamiento. Sin embargo, el tipo de residuo que se trata en ambas plantas puede no ser el mismo y las condiciones de temperatura del proceso pueden ser diferentes. Esto puede afectar a la población de microorganismos que intervienen en el proceso de digestión anaerobia, dado su sensibilidad a cambios en las condiciones ambientales del reactor. La mayoría de las plantas de tratamiento anaerobio existentes trabajan en condiciones mesófilas (35°C), pero para algunos residuos orgánicos, la producción de biogás puede ser mayor en condiciones termófilas (55°C). En este caso, el arranque de este tipo de plantas puede ser difícil, al no disponer de inóculo adaptado a estas condiciones termófilas.

Es por este motivo que se realizó un ensayo de biodegradabilidad en rango termofílico con el inóculo procedente de la planta de biometanización en rango mesofílico, con la finalidad de comprobar si el paso directo de condiciones mesofílicas a termofílicas puede afectar a la producción de biogás. Para poder comprobar esto se utilizó como sustrato la celulosa microcristalina, ya que este compuesto presenta un valor teórico del Potencial Bioquímico de producción de Metano (BMP, en sus siglas en inglés) de 419 NmL/g SV. De esta manera, si en el

ensayo de biodegradabilidad se obtienen un resultado del BMP de la celulosa con valores entre 251 y 419 NmL/g SV, se puede verificar la aptitud del inóculo empleado en el ensayo [33].

La media de la producción específica del metano generado por el inóculo tamizado durante los 30 días que duró el ensayo de biodegradabilidad se muestra en la Figura 33.

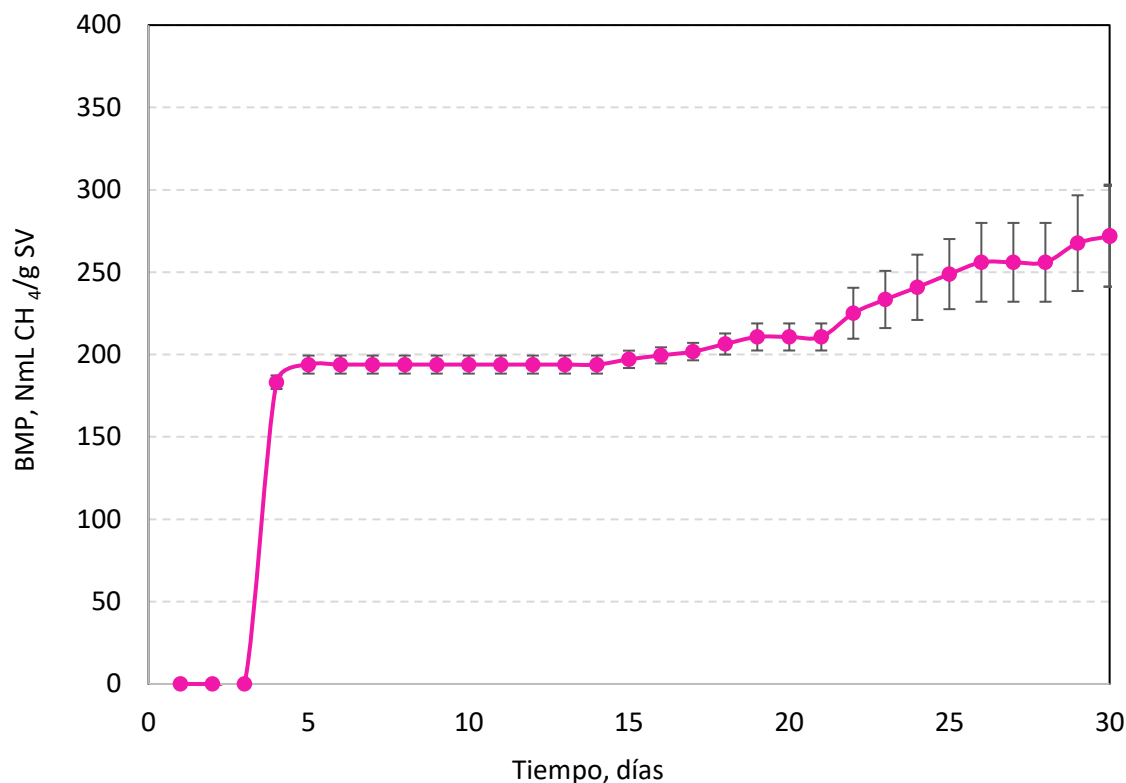


Figura 33. Producción específica del metano generado por el inóculo tamizado

Es de interés comentar que en el intervalo del día 5 al día 14 se observa un estancamiento en la producción de metano. Este estancamiento coincide con la presencia de una sustancia extraña en la superficie de la mezcla contenida en las botellas (Figura 34). Entre los días 5 y 12 aproximadamente, el espesor de esta capa superficial fue aumentando. A partir del día 16 (Figura 8-c) se empezaron a observar grandes burbujas en la superficie, debidas al biogás que se estaba generando. A partir de ese momento, se observó de nuevo producción de biogás y el espesor de la capa disminuyó, aunque sin llegar a desaparecer.

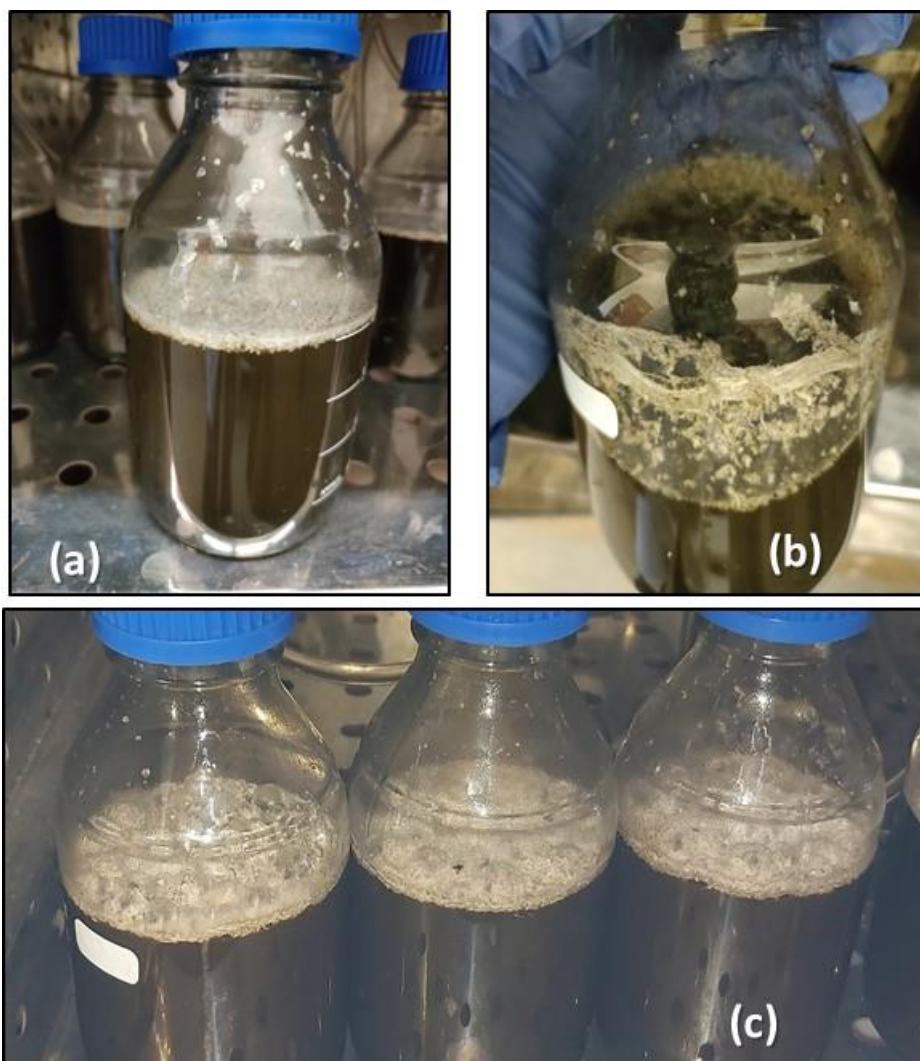


Figura 34. Imágenes del aspecto de la mezcla inóculo-Celulosa Microcristalina sometida a biodegradabilidad anaerobia. (a y b) día 10 del ensayo, (c) día 16 del ensayo

La sustancia que forma esta capa superficial puede deberse a la formación de algún polímero en las condiciones de operación del ensayo. Bibliografía consultada ha corroborado la obtención de poli(3-hidroxibutirato) a partir de una cepa bacteriana no modificada procedente de un arroyo enriquecido con ácido láctico debido al vertido de unas aguas residuales procedentes de una digestión anaerobia realizada en una empresa de elaboración de dulces. Esta afirmación sugiere que una corriente procedente de una digestión anaerobia, en la cual se hubiese generado la suficiente cantidad de ácido láctico, tendría por sí sola sin la necesidad de adición de ningún tipo de compuesto el potencial metabólico necesario para producir los bioplásticos polilácticos [34]. Esta producción de bioplásticos de manera inesperada a partir del ácido láctico generado en la digestión anaerobia podría ser una explicación al fenómeno observado en la capa superficial del líquido de las botellas durante el ensayo de biodegradabilidad anaerobio llevado a cabo. En nuestro caso, se ha recogido muestra de los restos de la capa superficial que quedó al finalizar el ensayo de biodegradabilidad, pero están pendientes de ser analizados y no se han podido incluir los resultados en este TFG.



A partir del día 15, la producción de metano comienza de nuevo a aumentar y al final del ensayo, pasados los 30 días, se acumularon de media 525,81 mL de CH<sub>4</sub>, siendo el valor medio del BMP de 272,2 NmL CH<sub>4</sub>/g SV, que está dentro del rango admisible para poder confirmar que el inóculo empleado es lo suficientemente activo como para ser empleado en el proceso de digestión anaerobia. Por lo tanto, se puede concluir que el paso directo de condiciones mesófilas a termófilas no afecta la actividad del inóculo.

También se realizó una caracterización del digestato obtenido en las botellas tras el ensayo de biodegradabilidad. Los resultados se muestran en la Tabla 9.

Tabla 9. Caracterización del digestato obtenido tras el ensayo de biodegradabilidad

Parámetro	Inóculo Tamizado Concentrado	Digestato del blanco	Inóculo con celulosa microcristalina	Digestato con celulosa microcristalina
ST (g/L)	24,35	13,80	28,41	17,37
SV (g/L)	10,27	4,25	12,52	6,89
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	17,23	11,43	-	12,28
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	0,61	0,76	-	1,28
DQO total (mg/L)	8343,38	7566,25	12229,00	8549,50
DQO soluble (mg/L)	4143,38	3656,06	8046,00	2367,90

A la vista de los resultados obtenidos, se observa que tal y como se esperaba en las muestras con celulosa microcristalina la DQO (total y soluble) disminuye al cabo de 30 días, como consecuencia de la digestión anaerobia de la misma. Lo mismo ocurre con los ST y SV, que también disminuyen. Esta variación en los valores obtenidos tras el ensayo se refleja también en el volumen de biogás obtenido. Por otra parte, para las botellas que contenían la celulosa se observa un aumento en la acidez volátil aumenta considerablemente después del ensayo, lo cual puede indicar una acumulación de ácidos grasos volátiles durante el proceso de digestión anaerobia que ha tenido lugar en las botellas.

#### 4.3. RESULTADOS DEL ESTUDIO EN CONTINUO DE LA FASE DE ARRANQUE DE UN REACTOR ANAEROBIO PARA EL TRATAMIENTO DE LIXIVIADOS DE VERTEDERO EN RANGO TERMOFÍLICO

Como se ha indicado anteriormente, entre las tareas del proyecto LIFE INFUSION (LIFE19 ENV/ES/000283) se encuentra la puesta en marcha de una planta piloto de tratamiento anaerobio en rango termofílico. El proyecto busca demostrar y validar un nuevo sistema de depuración de aguas residuales, basado en el concepto de economía circular, que permite recuperar recursos sostenibles como el biogás, el agua regenerada, los nutrientes o los biofertilizantes. LIFE INFUSION tiene el objetivo de mejorar el tratamiento actual de las aguas residuales y lixiviados por medio de diversas tecnologías de tratamiento biológico y filtración, demostrando la viabilidad medioambiental, técnica y económica de la recuperación de recursos de gran valor que se pueden encontrar en aguas residuales [35].

En este apartado se muestra la variación de parámetros como la DQO, alcalinidad y acidez volátil, nitrógeno amoniacal y los sólidos totales y volátiles durante la fase de arranque del reactor anaerobio a escala de laboratorio. El objetivo era ver cómo se comportaba el inóculo termófilo cuando se alimentaba lixiviado al reactor con velocidades de carga orgánica (OLR, de sus siglas en inglés) crecientes, y encontrar así las mejores condiciones para obtener un inóculo activo, capaz de generar biogás en cantidad y calidad adecuadas. Por limitaciones técnicas derivadas del proyecto LIFE INFUSION, solo se podía realizar la fase de arranque con lixiviado u otras corrientes residuales generadas en complejo. No estaba permitido añadir metanol en esta fase, como ayuda en el desarrollo de las bacterias metanogénicas, ya que se trataba de reproducir lo más posible las condiciones de operación que habrá en un futuro en la puesta en marcha de la planta piloto en las instalaciones de COGERSA.

En la Tabla 10 se recogen las condiciones experimentales relativas a la OLR y tiempo hidráulico de residencia estudiadas en esta fase de arranque:

Tabla 10. Condiciones experimentales en la fase de arranque

Periodo		Alimentación	OLR, g DQO/LReacto·día	TRH (días)
I	Días 1-13	Lixiviado	0,474	11
II	Días 14-17	Lixiviado	0,158	33
III	Días 18-21	Lixiviado	0,474	11
IV	Días 22-24	Lixiviado	0,711	7
V	Días 25-38	75% Lixiviado + 25% Lodos BIOMEMBRAT	0,737	14
VI	Días 39-58	75% Lixiviado + 25% Lodos BIOMEMBRAT	1,146	9

En la Figura 35 se representa gráficamente la variación de la DQO durante el periodo de la concentración del sustrato alimentado al reactor y la obtenida en las muestras extraídas y analizadas. La velocidad de carga orgánica con la que se añadió la alimentación cada día fue la siguiente:

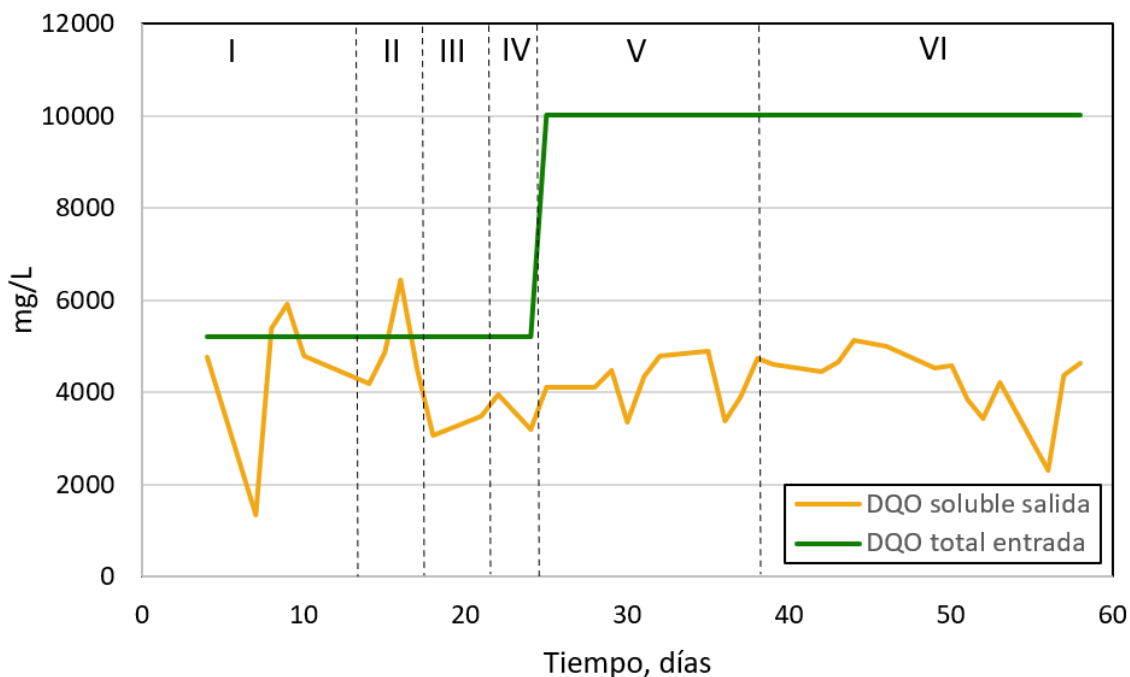


Figura 35. DQO soluble del sustrato alimentado al reactor y de las muestras extraídas

Se puede ver que, salvo en los primeros días de la fase de arranque del reactor en los cuales, la DQO del efluente de salida superan los valores de la entrada, este parámetro disminuye con respecto a los valores de la alimentación.

Debido a la baja carga orgánica que presenta el “Lixiviado”, para poder operar con valores elevados de OLR los caudales de alimentación al reactor deben ser muy altos, lo que implica tiempos de retención celular demasiado bajos para un proceso anaerobio. Esto es debido a que el reactor empleado en el estudio es un CSTR sin ninguna retención de biomasa y con el digestato que se extrae del reactor también se elimina biomasa anaerobia.

Para aumentar la OLR sin tener que aumentar demasiado el caudal de alimentación se decidió mezclar el lixiviado con otro efluente que pueda aportar más materia orgánica. La opción más adecuada, a la vista de los resultados de caracterización, era utilizar como co-sustrato el efluente “Ecurrido TMB” debido a su elevada carga orgánica biodegradable. Desafortunadamente, mientras se llevaba a cabo el estudio, la planta de clasificación de la bolsa negra de COGERSA de la cual se obtenía el efluente sufrió un incendio, lo que imposibilitó poder contar con esa corriente residual para la investigación.

La siguiente opción fue emplear “Lodos BIOMEMBRAT”. Este efluente se utilizó como sustrato de un proceso de digestión anaerobia en investigaciones anteriores del grupo de investigación de Ingeniería Ambiental, con producciones de  $0,29 \text{ m}^3$  de biogás/ $\text{m}^3$  de reactor · día, cuando el proceso se llevó a cabo en rango mesofílico, empleando metanol como suplemento, en una proporción de 1 ml/L lodo alimentado [36]. Se preparó una mezcla compuesta en un 75% por la corriente “Lixiviado” y en un 25% por la corriente “Lodos BIOMEMBRAT”. Este cambio de alimentación se realizó el día 25, y produjo un aumento en la DQO soluble de entrada como se puede observar en la gráfica. Esta mezcla se utilizó hasta el final del estudio, probando varias OLR, aunque en ningún momento se observó la producción de biogás.

En la Figura 36 se representa la concentración de sólidos totales y sólidos volátiles a lo largo del estudio. Tal y como se puede ver en la gráfica, la concentración de sólidos sufrió varios descensos a lo largo del estudio. Para aumentar la concentración de los sólidos volátiles en el interior del reactor (fracción en la que se encuentran los microorganismos que llevan a cabo la degradación anaerobia), se añadió en tres ocasiones digestato tamizado, previamente concentrado en una estufa a 55°C. Estas adiciones se reflejan en la gráfica con aumentos en la concentración de SV en el reactor.

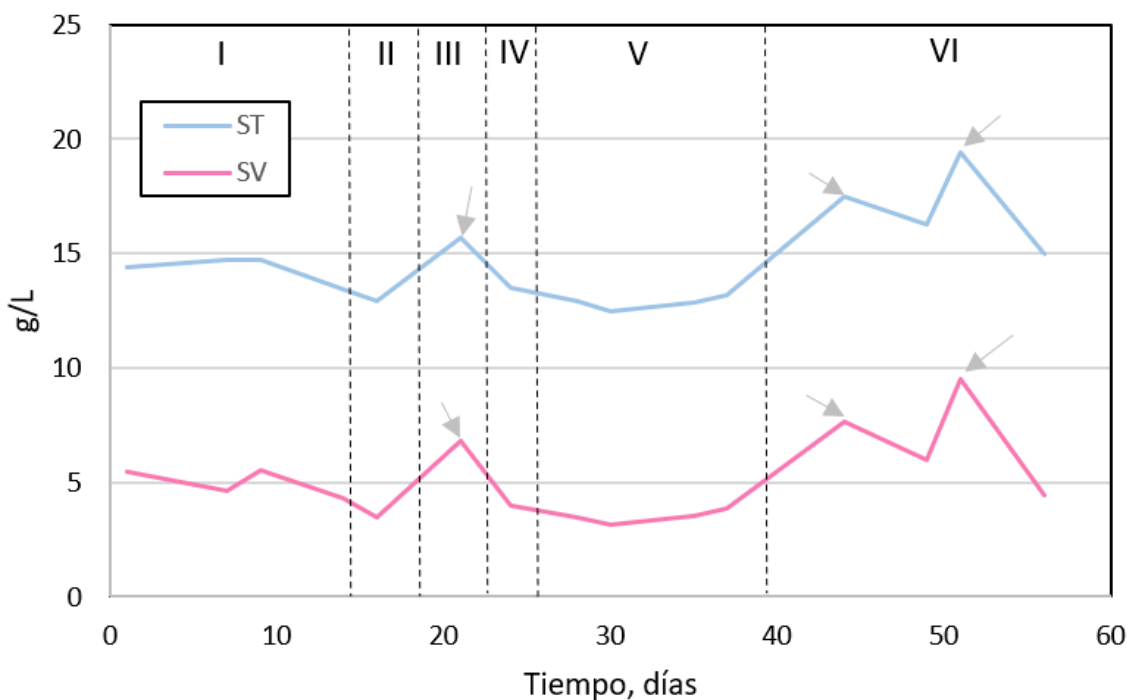


Figura 36. Concentración de sólidos totales y sólidos volátiles en el reactor anaerobio

También se optó por realizar una recuperación de los sólidos volátiles extraídos en la toma de muestra diaria y reincorporarlos al reactor junto con la alimentación, tratando de simular así el proceso de ultrafiltración que se realizará en la planta piloto de COGERSA. La recuperación de los sólidos se hizo por medio de una centrifugación de la muestra de digestato extraída, por lo que gran parte no pudieron ser recuperados. Desafortunadamente, después de aplicar esta medida no se observaron mejoras significativas en el proceso de la digestión anaerobia ya que tampoco se observó producción de biogás.

Para los parámetros de alcalinidad y acidez volátil se ha hecho la representación gráfica de la Figura 37, en la cual se muestra también la ratio AV/TAC.

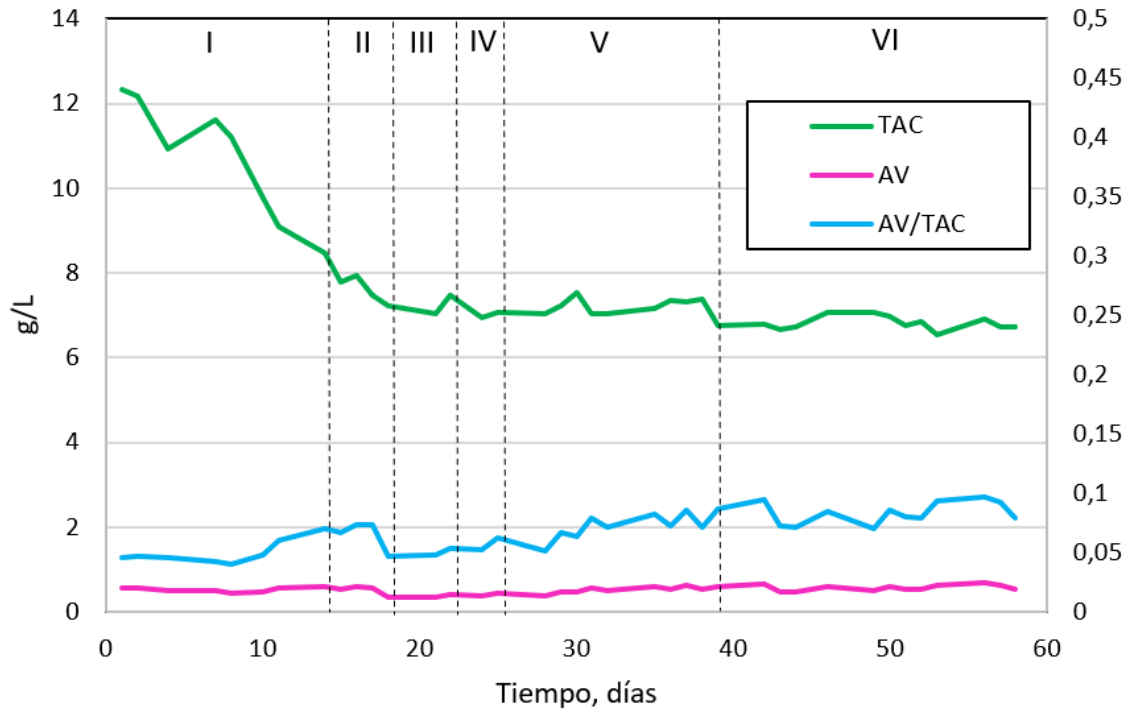


Figura 37. Alcalinidad, acidez volátil y ratio (eje secundario) en el reactor anaerobio

Se observa que la ratio AV/TAC se incrementa lentamente a lo largo del estudio pero sigue estando por debajo de 0,30, por lo que no se observa la acidificación del reactor como consecuencia de posible acumulación de Ácidos Grasos Volátiles.

En la Figura 38 se representa gráficamente la concentración de  $N-NH_4^+$  a lo largo del estudio. En todo momento se mantiene por debajo de 2500 mg  $N-NH_4^+$  /L, valor a partir del cual pueden producirse inhibiciones.



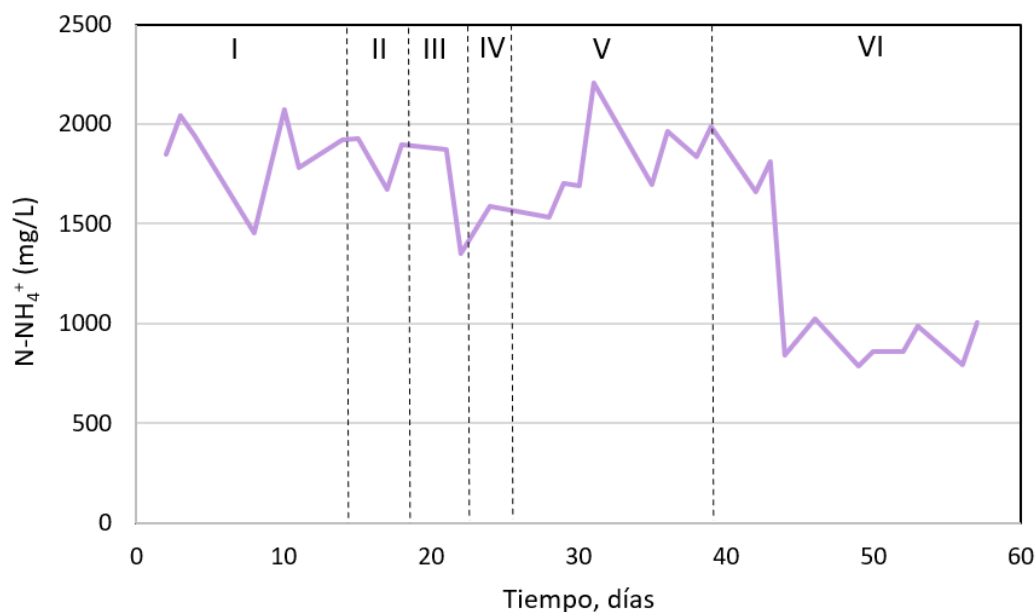


Figura 38. Concentración de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> en el reactor anaerobio

En ausencia de producción de biogás a lo largo del estudio, se decidió poner en marcha un segundo reactor, durante las últimas dos semanas de la investigación. Este reactor se cargó con “Lodos BIOMEMBRAT” y se alimentó con el mismo lodo y una pequeña cantidad de metanol (1 mL/L lodo alimentado). En la Figura 39 que se muestra a continuación se representa en volumen el % de CH<sub>4</sub> obtenido en el análisis del gas acumulado en el interior del reactor durante las dos primeras semanas de funcionamiento del reactor.

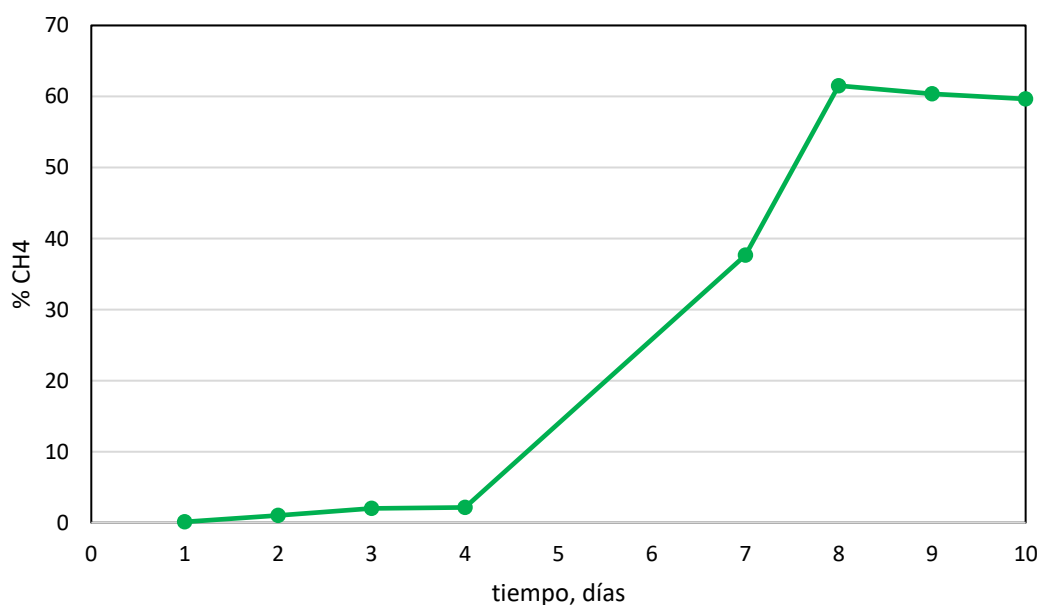


Figura 39. % de CH<sub>4</sub> obtenido en el análisis del gas extraído del reactor

Tal y como se observa en la gráfica, el día 8 se obtuvo un máximo de CH<sub>4</sub> en la composición del biogás generado en el reactor. El porcentaje correspondiente a este máximo fue del 61,52% en volumen. A partir del día 10 los datos obtenidos no han sido tenidos en cuenta para este estudio por problemas con el control de temperatura a 55°C del encamisado del reactor.

#### 4.4. APLICACIÓN DE ULTRASONIDOS COMO PRETRATAMIENTO DE EFLUENTES

A la vista de que los efluentes empleados como sustratos no parecen ser óptimos para la obtención de biogás se planteó, de cara a futuras investigaciones, realizar un pretratamiento de ambos efluentes (Lixiviado y Lodos BIOMEMBRAT) mediante sonicación, antes de ser alimentados al reactor. En el ensayo realizado, la energía de sonicación aplicada fue de 501600 J/Kg·s en el caso del lixiviado y 502897,5 J/Kg·s en el caso del lodo del BIOMEMBRAT.

Se realizó una caracterización de las muestras tras la sonicación con el fin de poder realizar una comparación con la caracterización inicial y observar, en el caso de que hubiese, alguna mejora. En la Tabla 11 se muestran los resultados obtenidos para ambos efluentes después de la sonicación.

Tabla 11. Resultados obtenidos en la caracterización de las muestras tras la sonicación

Parámetro	Lixiviado	Lodos BIOMEMBRAT
pH	8,38	7,95
Conductividad (mS/cm)	24,10	14,27
ST (g/L)	16,57	16,68
SV (g/L)	7,04	7,21
Alcalinidad (g CaCO <sub>3</sub> /L)	7,52	3,76
Acidez volátil (g CH <sub>3</sub> COOH/L)	0,22	1,70
DQO total (mg/L)	6093,25	11900,50
DQO soluble (mg/L)	5714,50	11021,00
DBO <sub>5</sub> (mg/L)	755,73	1246,31
N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	1760	134

Al igual que en el caso de la caracterización inicial, se representa (Figuras 40 y 41) la biodegradabilidad a partir de los datos obtenidos del ensayo de DBO<sub>5</sub>. En ambas gráficas para cada efluente se representa la media de los valores iniciales junto con la media de los obtenidos después de realizar la sonicación.

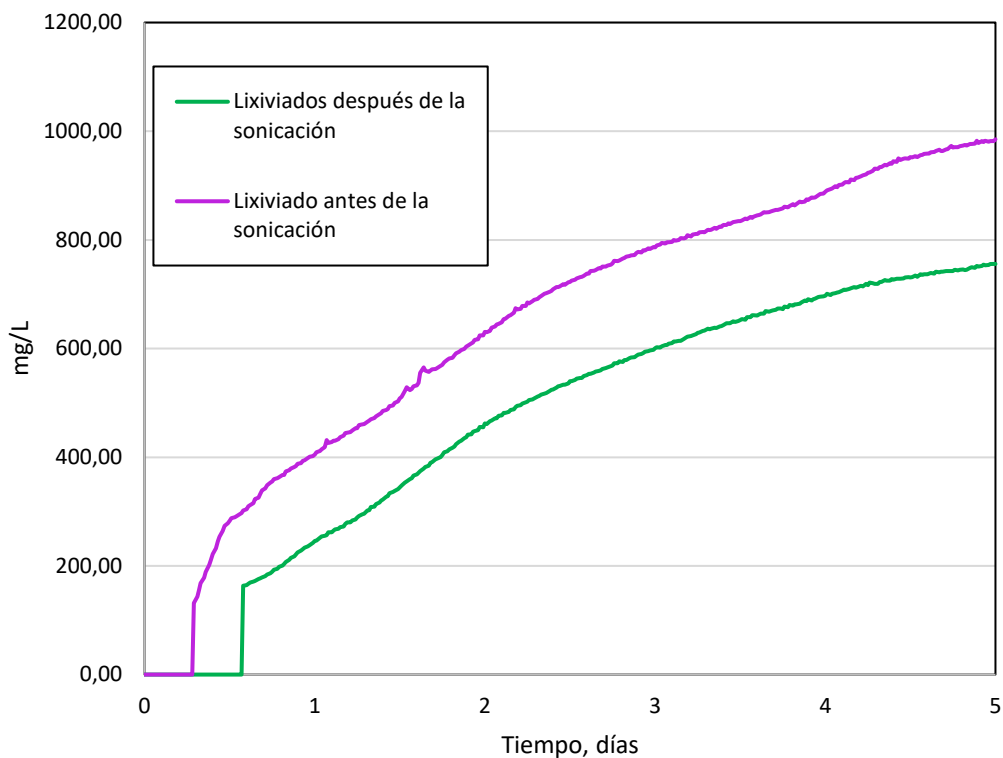


Figura 40. Biodegradabilidad del efluente "Lixiviado" antes y después de la sonicación

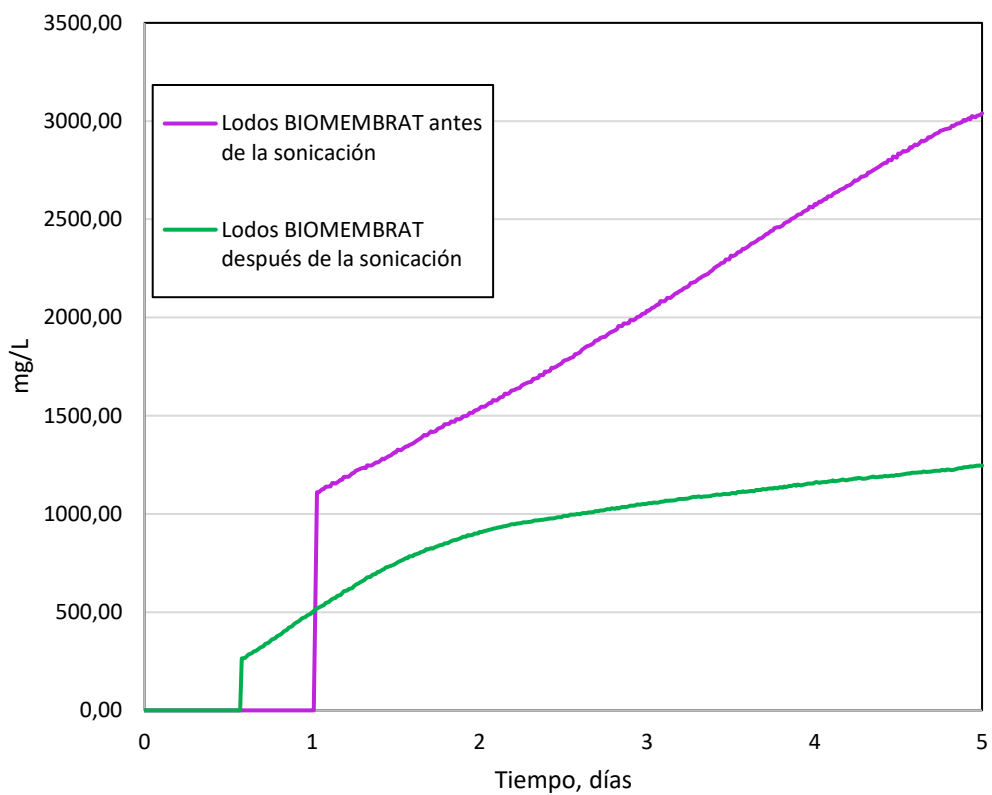


Figura 41. Biodegradabilidad del efluente "Lodos BIOMEMBRAT" antes y después de la sonicación

En las Figuras 42 y 43 se realiza una comparación de los parámetros más relevantes para la biodegradabilidad del proceso antes y después del tratamiento de sonicación.

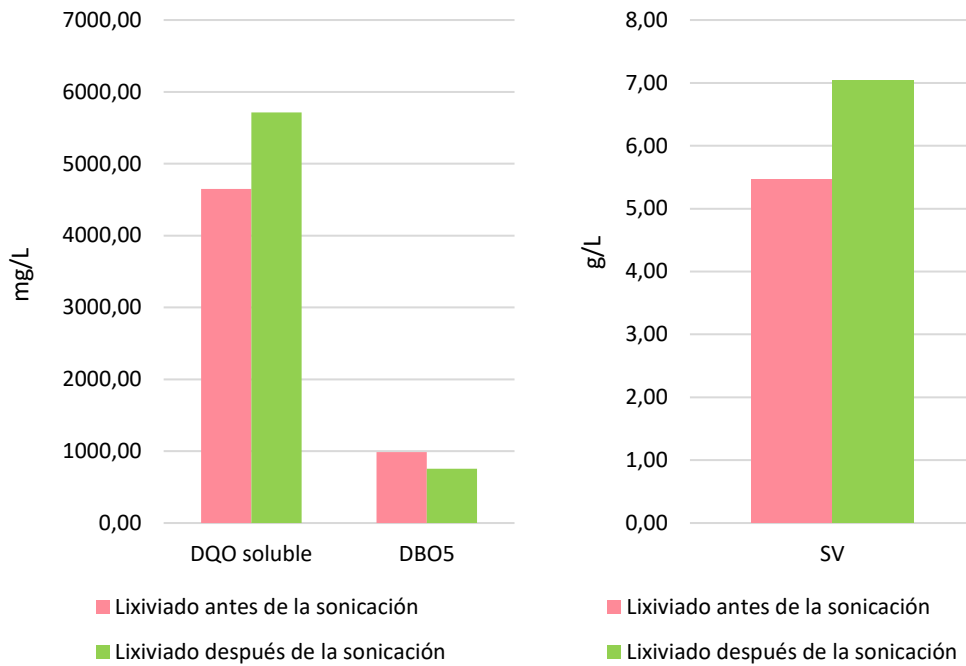


Figura 42. Diagrama comparativo para el efluente "Lixiviado" de los parámetros DQO soluble, DBO<sub>5</sub> y SV

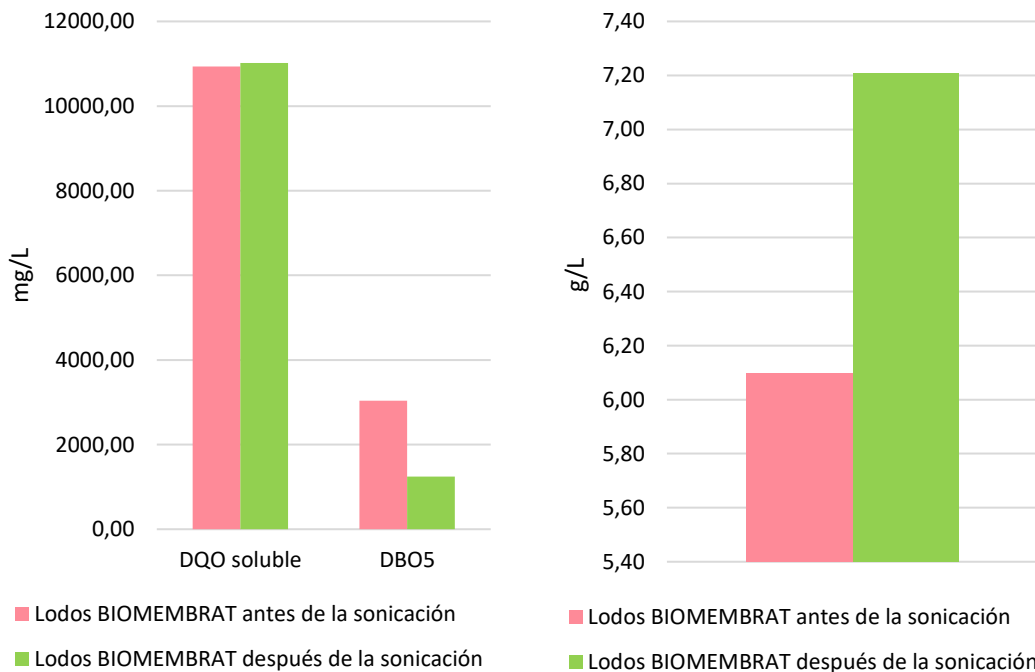


Figura 43. Diagrama comparativo para el efluente "Lodos BIOMEMBRAT" de los parámetros DQO soluble, DBO<sub>5</sub> y SV

Para ambos efluentes tanto los sólidos volátiles como la DQO soluble se incrementan, lo que supondría un incremento de la materia orgánica accesible para las bacterias anaerobias y por lo

tanto una mejora en la calidad del sustrato como corriente residual susceptible de ser alimentada al reactor. En cuanto al parámetro  $DBO_5$ , aunque presenta un descenso en los valores para las dos corrientes residuales, que es visible en ambas gráficas, en el caso del efluente “Lodos BIOMEMBRAT” también se produce un aumento en la velocidad de biodegradabilidad, lo cual sería una mejora debida al tratamiento de sonicación.

En lo que a este estudio respecta no se han realizado más ensayos de sonicación debido a las limitaciones de tiempo, pero podría resultar interesante repetir este tratamiento con modificaciones en el número de ciclos, en la amplitud o en el sonotrodo utilizado, y observar las variaciones en las características de los efluentes. Tampoco se ha podido ver si las mejoras que podría ocasionar la sonicación se reflejan en una mejora en la producción de biogás.



## 4. CONCLUSIONES

Se puede concluir que el paso directo de condiciones mesófilas a termófilas no afecta la actividad del inóculo empleado al obtener un potencial de producción de metano de 272,2 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV en ensayos de biodegradabilidad con celulosa microcristalina. Este valor entra dentro del rango admitido según la norma UNI TS11703 [33], establecido entre 251 y 419 NmL CH<sub>4</sub>/kg SV, para poder confirmar que el inóculo empleado es lo suficientemente activo como para ser empleado en el proceso de digestión anaerobia.

El lixiviado de vertedero, empleado como sustrato único en el proceso de digestión anaerobia en rango termofílico empleando un reactor CSTR no permite obtener biogás y el contenido de CH<sub>4</sub> del gas acumulado en el reactor fue insignificante.

Con la mezcla del "Lixiviado" con el efluente "Lodos BIOMEMBRAT" en proporción 75:25, se percibió una pequeña mejoría en el contenido de CH<sub>4</sub> del biogás acumulado en el reactor, cuando se trabajó con una velocidad de carga orgánica de 0,737 g DQO/L reactor-día, la equivalente a un caudal de 280 mL/día.

También se observó que al aumentar los sólidos volátiles en el interior del reactor se generó un pequeño aumento en la concentración de CH<sub>4</sub>, por lo que en una planta con procesos de ultrafiltración que permitan la recuperación de sólidos volátiles al reactor (como es el caso de la futura planta piloto en la cual COGERSA va a llevar a cabo las digestiones anaerobias) se podrían obtener mejores resultados.

Es posible generar un inóculo anaerobio en condiciones termofílicas a partir de "Lodos BIOMEMBRAT", alimentado el reactor con el mismo efluente y pequeñas concentraciones de metanol. En estas condiciones se llegó a obtener un contenido en CH<sub>4</sub> en el gas acumulado en el reactor del 61.52%, a los 8 días de la puesta en marcha del reactor.

En cuanto al tratamiento de sonicación, aplicando una energía de sonicación de 501600 J/Kg-s en el caso del lixiviado y 502897,5 J/Kg-s en el caso del lodo del BIOMEMBRAT, a la vista de los resultados no se puede garantizar que haya una mejoría en la materia orgánica biodegradable presente en el sustrato. Por lo tanto, no se observa que pueda resultar útil de cara a futuras investigaciones realizar este tratamiento al efluente previamente a ser alimentado al reactor.

## 5. TRABAJOS FUTUROS

Para el caso de la digestión anaerobia termofílica, podrían obtenerse grandes mejorías en la producción de biogás y en su correspondiente contenido en  $\text{CH}_4$  cambiando el efluente utilizado como sustrato por uno con mayor carga de materia orgánica biodegradable y mayor concentración en sólidos volátiles. El centro de gestión de residuos de COGERSA dispone de diversas corrientes residuales con cargas orgánicas muy elevadas que podrían encajar bien para este proceso anaerobio, por lo que sería interesante evaluar la opción de utilizar alguna de ellas, bien sea de forma individual o en una mezcla que resulte de la composición de varias de ellas.

Como ya se ha indicado en el apartado anterior, también se obtendrían mejores producciones con un sistema de ultrafiltración o similar que permita la recuperación de la biomasa anaerobia y su recirculación al reactor para mantener la concentración de biomasa lo más alta posible.

También podría ser interesante realizar más ensayos aplicando el tratamiento de sonicación a distintos volúmenes de muestras y cambiando las diferentes condiciones (ciclo, tiempo, amplitud y sonotrodo) para ver si realmente de alguna manera puede suponer un aumento de la biodegradabilidad de materia orgánica presente en las corrientes residuales. Si se logra obtener alguna mejoría de las características de los efluentes sería muy interesante usarlo como pretratamiento para los sustratos antes de ser alimentados al reactor anaerobio.

## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. FEMP - Federación Española de Municipios y Provincias. Femp.es. [http://femp.femp.es/Microsites/Front/PaginasLayout3/Layout3\\_Protegidas/MS\\_ListadoIntroNoticia\\_3/\\_MznynrPoTrXw7vJ6ilj3mGOCdTtDSbvPVwIO6dgZD7b0CMV8rhUtXBz5sasRuPli](http://femp.femp.es/Microsites/Front/PaginasLayout3/Layout3_Protegidas/MS_ListadoIntroNoticia_3/_MznynrPoTrXw7vJ6ilj3mGOCdTtDSbvPVwIO6dgZD7b0CMV8rhUtXBz5sasRuPli)
2. Yset. (2017, junio 6). Plantas de tratamiento de residuos. Consorcio de Residuos V5 - COR. <https://www.consorcioresiduos.org/es/plantas-de-tratamiento-de-residuos/>
3. BOE-A-2020-7438. Real Decreto 646/2020, de 7 de julio, por el que se regula la eliminación de residuos mediante depósito en vertedero.
4. Wainaina, S., Awasthi, M. K., Sarsaiya, S., Chen, H., Singh, E., Kumar, A., Ravindran, B., Awasthi, S. K., Liu, T., Duan, Y., Kumar, S., Zhang, Z., & Taherzadeh, M. J. (2020). Resource recovery and circular economy from organic solid waste using aerobic and anaerobic digestion technologies. *Bioresource Technology*, 301(122778), 122778. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2020.122778>
5. Nortes | Centradas en la periferia. (2023, mayo 17). COGERSA aspira a reciclar un 15% más con la nueva planta de clasificación. <https://www.nortes.me/2023/05/17/cogersa-aspira-a-reciclar-un-15-mas-con-la-nueva-planta-de-clasificacion/>
6. Ilmasari, D., Kamyab, H., Yuzir, A., Riyadi, F. A., Khademi, T., Al-Qaim, F. F., Kirpichnikova, I., & Krishnan, S. (2022). A review of the biological treatment of leachate: Available technologies and future requirements for the circular economy implementation. *Biochemical Engineering Journal*, 187(108605), 108605. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2022.108605>
7. Gijzen, H. J. (2002). Anaerobic digestion for sustainable development: a natural approach. *Water Science and Technology*, 45(10), 321-328.
8. Laiq Ur Rehman, M., Iqbal, A., Chang, C.-C., Li, W., & Ju, M. (2019). Anaerobic digestion. *Water Environment Research: A Research Publication of the Water Environment Federation*, 91(10), 1253–1271. <https://doi.org/10.1002/wer.1219>
9. European Biogas Association. [europeanbiogas.eu](https://www.europeanbiogas.eu/). <https://www.europeanbiogas.eu/>
10. Plugge, C. M. (2017). Biogas. *Microbial Biotechnology*, 10(5), 1128–1130. <https://doi.org/10.1111/1751-7915.12854>
11. Parra Huertas, R. A. (2015). Digestión anaeróbica: mecanismos biotecnológicos en el tratamiento de aguas residuales y su aplicación en la industria alimentaria. *Producción+limpia*, 10(2), 142-159.

12. Hu, B.-B., & Zhu, M.-J. (2019). Reconstitution of cellulosome: Research progress and its application in biorefinery. *Biotechnology and Applied Biochemistry*, 66(5), 720–730. <https://doi.org/10.1002/bab.1804>
13. Sapkaite, I., Barrado, E., Fdz-Polanco, F., & Pérez-Elvira, S. I. (2017). Optimization of a thermal hydrolysis process for sludge pre-treatment. *Journal of Environmental Management*, 192, 25–30. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.01.043>
14. Lyu, Z., Shao, N., Akinyemi, T., & Whitman, W. B. (2018). Methanogenesis. *Current Biology: CB*, 28(13), R727–R732. <https://doi.org/10.1016/j.cub.2018.05.021>
15. Bueno de Mesquita, C. P., Wu, D., & Tringe, S. G. (2023). Methyl-based methanogenesis: An ecological and genomic review. *Microbiology and Molecular Biology Reviews: MMBR*, 87(1). <https://doi.org/10.1128/mmbr.00024-22>
16. Abdelgadir, A., Chen, X., Liu, J., Xie, X., Zhang, J., Zhang, K., Wang, H., & Liu, N. (2014). Characteristics, process parameters, and inner components of anaerobic bioreactors. *BioMed Research International*, 2014, 1–10. <https://doi.org/10.1155/2014/841573>
17. Acosta, Y. L., & Abreu, M. C. O. (2005). La digestión anaerobia. Aspectos teóricos. Parte I. *ICIDCA. Sobre los Derivados de la Caña de Azúcar*, 39, 35–48.
18. Guo, H., Oosterkamp, M. J., Tonin, F., Hendriks, A., Nair, R., van Lier, J. B., & de Kreuk, M. (2021). Reconsidering hydrolysis kinetics for anaerobic digestion of waste activated sludge applying cascade reactors with ultra-short residence times. *Water Research*, 202(117398), 117398. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2021.117398>
19. Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico. Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico. <https://www.miteco.gob.es/>
20. Fogler, H. S. (1999). *Elements of chemical reaction engineering*. Pearson Educacion.
21. Mousavi, S. A., Almasi, A., Kamari, Z., Abdali, F., & Yosefi, Z. (2015). Application of the central composite design and response surface methodology for the treatment of Kermanshah landfill leachate by a sequencing batch reactor, *Desalin. Desalin. Water Treat*, 56.
22. Li, J., He, C., Tian, T., Liu, Z., Gu, Z., Zhang, G., & Wang, W. (2020). UASB-modified Bardenpho process for enhancing bio-treatment efficiency of leachate from a municipal solid waste incineration plant. *Waste Manag*, 102.
23. Researchgate.net. <https://www.researchgate.net>
24. Abuabdou, S. M. A., Ahmad, W., Aun, N. C., & Bashir, M. J. K. (2020). A review of anaerobic membrane bioreactors (AnMBR) for the treatment of highly contaminated landfill leachate and biogas production: Effectiveness, limitations and future perspectives. *Journal of Cleaner Production*, 255(120215), 120215. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.120215>

25. Xie, Z., Wang, Z., Wang, Q., Zhu, C., & Wu, Z. (2014). An anaerobic dynamic membrane bioreactor (AnDMBR) for landfill leachate treatment: performance and microbial community identification. *Bioresource Technology*, 161, 29–39. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.03.014>
26. Economía circular: definición, importancia y beneficios. Temas | Parlamento Europeo. Recuperado el 6 de junio de 2024, de <https://www.europarl.europa.eu/topics/es/article/20151201STO05603/economia-circular-definicion-importancia-y-beneficios>
27. Idae.es. <https://www.idae.es/>
28. Retema.es. <https://www.retema.es/articulos-reportajes/planta-biometanizacion-form-los-edar-cogersa-asturias>
29. Planta de tratamiento de lixiviados. (2021, marzo 30). COGERSA. [https://cogersa.es/centro\\_tratamiento\\_residuos/planta\\_tratamiento\\_lixiviados/](https://cogersa.es/centro_tratamiento_residuos/planta_tratamiento_lixiviados/)
30. APPHA, AWWA & WEF (1998) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th ed. Washington DC: s.n.
31. Christof Holliger, Madalena Alves, Diana Andrade, Irini Angelidaki, Sergi Astals, Urs Baier, Claire Bougrier, Pierre Buffière, Marta Carballa, Vinnie de Wilde, Florian Ebertseder, Belén Fernández, Elena Ficara, Ioannis Fotidis, Jean-Claude Frigon, Hélène Fruteau de Laclos, Dara S. M. Ghasimi, Gabrielle Hack, Mathias Hartel, Joern Heerenklage, Ilona Sarvari Horvath, Pavel Jenicek, Konrad Koch, Judith Krautwald, Javier Lizasoain, Jing Liu, Lona Mosberger, Mihaela Nistor, Hans Oechsner, João Vítor Oliveira, Mark Paterson, André Paus, Sébastien Pommier, Isabella Porqueddu, Francisco Raposo, Thierry Ribeiro, Florian Rüscher, Sten Strömberg, Michel Torrijos, Miriam van Eekert, Jules van Lier, Harald Wedwitschka and Isabella Wierinck. Towards a standardization of biomethane potential tests.
32. Sasha D. Hafner, Nanna L\_jborg, Sergi Astals, Christof Holliger, Konrad Koch, and Søren Weinrich (2020) Calculation of Methane Production from Volumetric Measurements. (<https://www.dbfz.de/en/projects/bmp>)
33. Norma UNI/TS 11703 Method for the assessment of potential production of methane from anaerobic digestion in wet conditions - Matrix into foodstuffs
34. Hernández-Herreros, N., Rivero-Buceta, V., Pardo, I., & Prieto, M. A. (2024). Production of poly(3-hydroxybutyrate)/poly(lactic acid) from industrial wastewater by wild-type *Cupriavidus necator* H16. *Water Research*, 249(120892), 120892. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2023.120892>
35. LIFE INFUSION. (2020, diciembre 3). Eurecat. <https://eurecat.org/es/portfolio-items/life-infusion/>



36. E. Marañón, L. Castrillón, Y. Fernández, E. Fernández (2006) Anaerobic treatment of sludge from a nitrification–denitrification landfill leachate plant. *Waste Management* 26, pp. 869–874