

**DISEÑO DE UN PROCESO INTEGRAL DE LA CO-DIGESTIÓN ANAERÓBICA  
DEL LACTOSUERO MEDIANTE LA OPTIMIZACIÓN DE LA SINERGIA DE  
SUSTRATOS, QUE PERMITA LA PRODUCCIÓN DE BIOGÁS Y ESTRUVITA**

**JAIME JAIMES ESTÉVEZ**

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
GRUPO DE INVESTIGACIÓN INTERFASE  
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2018**

**DISEÑO DE UN PROCESO INTEGRAL DE LA CO-DIGESTIÓN ANAERÓBICA  
DEL LACTOSUERO MEDIANTE LA OPTIMIZACIÓN DE LA SINERGIA DE  
SUSTRATOS, QUE PERMITA LA PRODUCCIÓN DE BIOGÁS Y ESTRUVITA**

**JAIME JAIMES ESTÉVEZ**

**Trabajo de Investigación presentado como requisito para optar al título de  
Magister en Ingeniería Química**

**Directores:**

**HUMBERTO ESCALANTE HERNÁNDEZ**

**Ingeniero Químico, Ph.D.**

**LILIANA DEL PILAR CASTRO MOLANO**

**Ingeniera Química, Ph.D.**

**ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
GRUPO DE INVESTIGACIÓN INTERFASE  
UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2018**

**J**usto sería agradecer, pero suficientes no serán las palabras para expresar el sentimiento de gratitud que llega a la mente al recordar cada consejo, cada compañía, cada risa, cada malestar, cada alegría y cada pequeño triunfo compartido.

Gracias profesora Liliana Castro por la pasión con la que hace cada cosa, por ponerle el temple a cada trabajo, por hacer de la investigación un pilar de su vida. Gracias al profesor Humberto Escalante por su experiencia y dedicación para hacer que el grupo siga en un continuo crecimiento. Sin duda gracias a los dos por su exigencia y por enseñarme a apreciar profundamente la Digestión Anaeróbica. Gracias también al profesor Eric Vera por sus palabras y consejos y por ayudarme a iniciar y ser parte de este proceso.

*Gracias a mamá por levantarse cada mañana a bendecirme. Gracias a papá por levantarse cada mañana a impulsarme. Gracias a Mónica por despertar para apoyarme. Gracias a Leo y a Will, por darme la seguridad para continuar. Esto es para ustedes.*

Gracias también, a Sergio, Camilo, Lalo y Juan David, por cada frase de aliento, y a la UIS nuestra *Alma mater*.

A Mabel, Marisol y Luis Lambis por sus enseñanzas.

A Lalá, Verónica, Maria Paula & Laura, Kenia & Jasbleidy, Kathe & Zuly y Dani & Sofi, por ser parte fundamental de todo esto.

A Victor Lizcano, don Guille y a Joaco, que pusieron de su tiempo, de ayuda y de su amistad sin ningún motivo.

Gracias a Dios por ser guía y por ponerlos a todos en este camino...

*...Gracias Familia D.A*

## CONTENIDO

<b>INTRODUCCIÓN GENERAL</b> .....	<b>15</b>
<b>1. CAPÍTULO I: DIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO: POTENCIAL ENERGÉTICO Y NUTRICIONAL DEL SECTOR LEÁCTEO EN COLOMBIA</b> .....	<b>20</b>
1.1. METODOLOGÍA .....	22
1.1.1. <i>Evaluación de los cambios en el contenido de material orgánica del LS proveniente de cuatro PYMEs</i> .....	23
1.1.2. <i>Determinación del potencial bioquímico de metano (PBM)</i> .....	24
1.1.3. <i>Determinación del potencial de precipitación de estruvita (PPE)</i> .....	25
1.1.4. <i>Potencial económico de la DA del LS, acoplada a la precipitación de estruvita</i> .....	25
<b>1.2. RESULTADOS</b> .....	<b>27</b>
1.2.1. <i>Variación en el contenido de material orgánica del LS</i> .....	27
1.2.2. <i>Potencial bioquímico de metano y consideraciones energéticas</i> .....	29
1.2.3. <i>Potencial de precipitación de estruvita</i> .....	33
1.2.4. <i>Consideraciones energéticas y económicas</i> .....	34
<b>1.3. CONCLUSIONES</b> .....	<b>35</b>
<b>1.4. SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD</b> .....	<b>36</b>
<b>2. CAPÍTULO II: SINERGIA DEL PROCESO DE CODIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO Y ESTIÉRCOL BOVINO</b> .....	<b>38</b>
2.1. METODOLOGÍA.....	41
2.1.1. <i>Recolección y caracterización de los sustratos e inóculo</i> .....	41
2.1.2. <i>Estudio de la influencia de la fracción de lactosuero, relación inóculo- sustrato y temperatura, sobre el potencial de biometanización.</i> .....	42
2.2. RESULTADOS .....	45
2.2.1. <i>Caracterización de los sustratos e inóculo</i> .....	45
2.2.2. <i>Condiciones más favorables de fracción de lactosuero, RIS y temperatura, para la producción de metano.</i> .....	47
2.3. CONCLUSIONES .....	58
2.4. SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD.....	59

<b>3.</b>	<b>CAPÍTULO III: CODIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO EN UN PROCESO SEMICONTINUO .....</b>	<b>60</b>
3.1.	METODOLOGÍA.....	62
3.1.1.	<i>Monitoreo del reactor tubular en estado discontinuo y semi-continuo</i>	62
3.1.2.	<i>Proceso de adaptación del inóculo al proceso de CODA. ....</i>	63
3.1.3.	<i>Proceso de CODA en Semi-continuo. ....</i>	64
3.1.4.	Modelamiento del proceso de digestión en operación semicontinua .	65
3.2.	RESULTADOS .....	66
3.2.1.	<i>Etapas de adaptación del inóculo al proceso de CODA del lactosuero</i>	66
3.2.2.	<i>Proceso de CODA en Semi-continuo. ....</i>	67
3.3.	CONCLUSIONES .....	77
3.4.	SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD.....	78
<b>4.</b>	<b>CAPÍTULO IV: PRECIPITACIÓN DE ESTRUVITA A PARTIR DEL DIGERIDO OBTENIDO DEL PROCESO DE DIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO .....</b>	<b>81</b>
4.1.	METODOLOGÍA.....	83
4.1.1.	Monitoreo del contenido de $PO_4^{3-}$ y del $NH_4^+$ presentes en el digerido	84
4.1.2.	Recuperación de $PO_4^{3-}$ y $NH_4^+$ en forma de estruvita .....	84
4.1.3.	Modelamiento de la disponibilidad de fosfato durante el proceso de co-digestión en operación semi-continua .....	86
4.2.	RESULTADOS .....	86
4.2.1.	Monitoreo del contenido de $PO_4^{3-}$ y del $NH_4^+$ presentes en el digerido del proceso de DA del LS.....	86
4.2.2.	Recuperación de $PO_4^{3-}$ y $NH_4^+$ en forma de estruvita <i>a partir del digerido de la DA del LS</i> .....	88
4.2.3.	<i>Análisis cualitativo y cuantitativo de los precipitados</i> .....	90
4.2.4.	Modelamiento de la disponibilidad de fosfato .....	94
4.3.	CONCLUSIONES .....	96
4.4.	SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD.....	98
<b>5.</b>	<b>CONCLUSIONES GENERALES .....</b>	<b>99</b>

<b>6.</b>	<b>RECOMENDACIONES .....</b>	<b>101</b>
<b>7.</b>	<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>102</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Algunos Co-sustratos empleados en la DA del LS.....	19
<b>Figura 2:</b> Monitoreo de las propiedades del lactosuero en términos de SV, DQO, AGV y pH para cada una de las PYMEs.....	28
<b>Figura 3.</b> Perfiles de producción de metano a partir del lactosuero de cada empresa .....	30
<b>Figura 4.</b> Remoción del contenido de materia orgánica durante los ensayos de PBM del lactosuero de cada una de las PYMEs.....	31
<b>Figura 5.</b> Potencial de biometanización en función del contenido de AGV en el lactosuero de cada empresa.....	32
<b>Figura 6.</b> PBM de la CODA de las mezclas LS:EB en los rangos psicrófilico (a), mesófilico (b) y termófilico.(c). .....	49
<b>Figura 7.</b> Superficies de respuesta isotérmicas (15. 25 y 35 °C) para el PBM (a) y el contenido de AGV's (b) en función de la fracción de lactosuero y la relación inóculo/sustrato .....	51
<b>Figura 8.</b> Comportamiento de la sinergia de la codigestión y el PBM a diferentes temperaturas .....	53
<b>Figura 9.</b> Comportamiento de la actividad metanogénica específica del EBE a diferentes temperaturas.....	53
<b>Figura 10</b> Producción de metano acumulado para el ensayo con las condiciones más favorable .....	55
<b>Figura 11.</b> Comportamiento de los SV (a), DQO (b), capacidad buffer (AGV's/AT; c) y contenido de nutrientes ( $PO_4^{3-}$ , $NH_4^+$ ; d) para el proceso de DA del LS bajo las condiciones más favorables.....	57
<b>Figura 12.</b> Montaje de un reactor tubular para la CODA de lactosuero. ....	63
<b>Figura 13.</b> Curvas de producción específica de biogás para cada uno de los reactores en la etapa de adaptación.....	66
<b>Figura 14.</b> Variación de la concentración de ácidos grasos volátiles en dirección axial para cada reactor con su respectiva carga .....	68
<b>Figura 15.</b> Producción diaria de biogás para cada una de las cargas estudiadas	71
<b>Figura 16.</b> Comportamiento de la actividad metanogénica específica de la DA del LS a lo largo del reactor para tres diferentes cargas (R1, R2, R3) .....	74
<b>Figura 17.</b> Modelamiento del proceso de codigestión: efecto de los AGV sobre la eficiencia de cada reactor y su disposición de fosfato.....	76
<b>Figura 18.</b> Comportamiento de los iones $PO_4^{3-}$ (a) y $NH_4$ (b) presentes en el digerido del proceso de DA del LS .....	87

<b>Figura 19.</b> Concentración molar de $\text{PO}_4^{3-}$ , $\text{NH}_4^+$ y $\text{Mg}^{2+}$ para el digerido homogenizado de los Reactores R1, R2 y R3 .....	89
<b>Figura 20.</b> Porcentajes de recuperación de fosfato a partir de cada uno de los digeridos de los reactores R1, R2 Y R3 .....	90
<b>Figura 21.</b> Espectroscopia infrarroja para cada uno de los precipitados obtenidos a partir dl digerido de los procesos R1, R2 y R3 .....	92
<b>Figura 22.</b> Espectro infrarrojo de un patrón de estruvita. Adaptado de Stefov et al., (2005). .....	93
<b>Figura 23.</b> Micrografías de la estruvita precipitada para R1 (a), R2 (b) y R3 (c) con zoom de 10X .....	93
<b>Figura 24.</b> Modelamiento de la disposición de fosfato para la precipitación de estruvita en función del contenido de AGV's.....	95

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Precipitación de estruvita a partir de diferentes sustratos para recuperar Nitrógeno y fósforo .....	16
<b>Tabla 2.</b> Caracterización del lactosuero.....	17
<b>Tabla 3.</b> Componentes económicos utilizados en el cálculo de los costos de inversión total para la DA del LS.....	26
<b>Tabla 4.</b> Rangos de DQO, SV y pH reportados por la literatura para el lactosuero como sustrato en el proceso de DA .....	27
<b>Tabla 5.</b> Caracterización del inóculo y del sustrato homogenizado.....	29
<b>Tabla 6.</b> Contenido de fosfato en los digeridos del LS de cada una de las PYMEs .....	33
<b>Tabla 7.</b> Potenciales energéticos y calóricos para cada una de las PYMEs estudiadas .....	34
<b>Tabla 8.</b> Estado del arte Digestión Anaeróbica del Lactosuero.....	38
<b>Tabla 9.</b> Diseño experimental en los diferentes rangos de temperatura. ....	43
<b>Tabla 10.</b> Caracterización de los sustratos e inóculo utilizados en el diseño experimental.....	45
<b>Tabla 11.</b> Valores de PBM y caracterización final para la CODA de la mezcla LS: EB variando la fLS, RIS y temperatura. ....	47
<b>Tabla 12.</b> Ajuste del modelo cinético de primer orden .....	55
<b>Tabla 13.</b> Condiciones de la fase de adaptación .....	63
<b>Tabla 14.</b> Operación con alimentación semi-continua .....	64
<b>Tabla 13.</b> Eficiencias del reactor y del proceso de digestión para cada una de las cargas.....	70
<b>Tabla 16.</b> Parámetros de Ajuste de regresión polinómica para la eficiencia del reactor .....	75
<b>Tabla 17.</b> Parámetros de Ajuste de regresión polinómica para la disponibilidad de fosfato.....	94

## LISTA DE ABREVIATURAS

AGV's: Ácidos grasos volátiles

AME: Actividad metanogénica específica

AT: Alcalinidad total

DA: Digestión anaeróbica

DBO: Demanda bioquímica de oxígeno

DQO: Demanda química de oxígeno

EB: Estiércol bovino

EBE: Estiércol bovino estabilizado

fLS: Fracción de lactosuero

LS: Lactosuero

$\eta_{reactor}$ : Eficiencia del reactor

OLR: *Organic Load Rate* (velocidad de carga orgánica)

PBM: Potencial de biometanización

PCI: Poder calorífico inferior

PPE: Potencial de precipitación de estruvita

PYMES: Pequeñas y medianas empresas

RIS: Relación inóculo/sustrato

ST: Sólidos totales

SV: Sólidos volátiles

*Syn*: Sinergia

TRH: Tiempo de retención hidráulico

## RESUMEN

**TÍTULO:** DISEÑO DE UN PROCESO INTEGRAL DE LA CO-DIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO MEDIANTE LA OPTIMIZACIÓN DE LA SINERGIAS DE SUSTRATOS, QUE PERMITA LA PRODUCCIÓN DE BIOGÁS Y ESTRUVITA\*

**AUTOR:** JAIME JAIMES ESTÉVEZ\*\*

**PALABRAS CLAVE:** CODIGESTIÓN ANAERÓBICA, EFECTOS SINÉRGICOS, ESTIÉRCOL BOVINO, LACTOSUERO, PEQUEÑAS Y MEDIANAS EMPRESAS.

### DESCRIPCIÓN:

En este trabajo se estudió el potencial de aprovechamiento de energía y de nutrientes a partir del proceso de codigestión anaeróbica del lactosuero. Esta investigación se desarrolló en cuatro etapas: La primera etapa consistió en la determinación del potencial energético y nutricional del lactosuero. En este aspecto se obtuvieron valores de potencial de biometanización de 0.48 a 0.60 L CH<sub>4</sub>/g SV<sub>adicionado</sub>, y potenciales de precipitación de estruvita de 8.5 a 10.4 g de estruvita/L de lactosuero. A partir de lo anterior es posible resaltar que el potencial económico de la digestión del lactosuero es de US\$1366.67/año. En la segunda etapa se determinaron las condiciones más favorables de temperatura, fracción de lactosuero y relación inóculo sustrato, junto con la evaluación de los efectos sinérgicos para la codigestión con estiércol bovino. Las condiciones más favorables de temperatura, fracción de lactosuero y relación inóculo/sustrato para el proceso de codigestión fueron de 37°C, 0.7 y 2.2 respectivamente. Estas condiciones permiten maximizar el potencial de biometanización gracias a la sinergia de la mezcla estudiada, reduciendo los problemas de inhibición por acumulación de ácidos grasos volátiles. En la tercera etapa se evaluó la codigestión en un proceso semi-continuo de la mezcla lactosuero/Estiércol bovino considerada como favorable. Con esta proporción de mezcla y a temperatura ambiente se obtuvieron eficiencias del reactor y del proceso entre 0.11 y 0.13 m<sup>3</sup> biogás/m<sup>3</sup> digestor \* día y 0.17 y 0.44 m<sup>3</sup> biogás/kg DQO, respectivamente. Finalmente, evaluó la recuperación de nutrientes en forma de estruvita a partir del digerido obtenido en la etapa anterior. Los rendimientos de estruvita obtenidos fueron alrededor de los 3.14 g /L<sub>digerido</sub>, presentándose porcentajes de recuperación de fosfato entre el 71 y 90 %. Este trabajo permite señalar que el lactosuero es un sustrato con un alto potencial para su utilización como recurso energético y nutricional, altamente aprovechable para los pequeños productores.

---

\*Trabajo de Investigación

\*\*Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química.  
Directores: Humberto Escalante Hernández, Ingeniero Químico PhD., Liliana del Pilar Castro Molano, Ingeniera Química PhD.

## ABSTRACT

**TITLE:** DESIGN OF AN INTEGRAL PROCESS OF THE ANAEROBIC CODIGESION OF CHEESE WHEY THROUGH THE OPTIMIZATION OF THE SYNERGY OF SUBSTRATES THAT ALLOWS THE PRODUCTION OF BIOGAS AND STRUVITE\*

**AUTHOR:** JAIME JAIMES ESTÉVEZ\*\*

**KEYWORDS:** ANAEROBIC CODIGESTION, BOVINE MANURE, LACTOSUERO, SMALL AND MEDIUM ENTERPRISES, SYNERGISTIC EFFECTS.

### DESCRIPTION:

In this work, the potential for energy and nutrient utilization of the anaerobic digestion process of cheese whey was studied. This research has been developed in four stages: The first stage consisted of determining the energy and nutritional potential of cheese whey. In this aspect, biomethanization and precipitation potentials values were of 0.48 to 0.60 L CH<sub>4</sub> / g VS<sub>added</sub>, and 8.5 to 10.4 g of struvite /L. It is possible to highlight the economic potential of cheese whey anaerobic digestion that was at US \$ 1366.67 / year. In the second stage, the most favourable conditions of temperature, cheese whey fraction and the substrate/inoculum ratio was determined, together with the evaluation of the synergic effects for codigestion with bovine manure. The most favourable conditions of temperature, cheese whey fraction and inoculum/substrate ratio for the codigestion process were 37 °C, 0.7 and 2.2 respectively. These conditions allow to maximize the biomethanization potential due to the synergy of the studied mixture, reducing the inhibition problems. In the third stage, the anaerobic codigestion process was evaluated in a semi-continuous process of the whey/bovine manure mixture considered as favourable. With this mixture and under local temperature, the efficiencies of the reactor and the process were around 0.11 and 0.13 m<sup>3</sup><sub>biogas</sub> /m<sup>3</sup><sub>digester</sub> \*d and 0.17 and 0.44 m<sup>3</sup><sub>biogas</sub> / kg COD, respectively. Finally, the recovery of nutrients in the form of struvite from digestate obtained in the previous stage was evaluated. The struvite yields were around 3.14 g /L, with phosphate recovery between 71 and 90%. This work allows to conclude that cheese whey is a substrate with a high potential for its use as an energy and nutritional resource, highly useful for small producers.

---

\*Thesis

\*\*Faculty of physicochemical engineerings. School of Chemical Engineering. Directors: Humberto Escalante Hernández, Chemical Engineer PhD, Liliana del Pilar Castro Molano, Chemical Engineer PhD.

## INTRODUCCIÓN GENERAL

Colombia, como país agrícola, centra sus actividades en la producción de materias primas. Los productos agrarios son la principal fuente de ingresos del país representando más del 7% del producto interno bruto (PIB) de la nación. El subsector pecuario, que incluye a la ganadería bovina de carne, leche y doble propósito, representa una parte importante de la economía de Colombia. Como caso particular, la industria láctea representa el 0.9% del PIB. Esta cadena productiva permite el empleo de más de 590,000 personas en la producción de la leche y productos derivados (mantequilla, queso, crema, etc.), representando el 3.18% del empleo nacional. Con más de 6500 millones de litros de leche producidos por año, Colombia es el cuarto país productor de leche de América Latina [1]. De esta productividad anual de leche, cerca al 10% es utilizada para la elaboración de queso. Durante este proceso, se genera como subproducto principal el lactosuero (LS) puesto que para producir un kilogramo de queso, se necesitan diez litros de leche, y se obtienen aproximadamente nueve litros de este residuo. Dado los altos volúmenes de lactosuero se requieren tecnologías que permitan la valoración del mismo. Desde un punto de vista biológico se destaca como proceso de intensificación la digestión anaeróbica (DA). La DA es un bioproceso de conversión de un sustrato (considerado la fuente de nutrientes del proceso) por la acción de un inóculo conformado por diferentes poblaciones de microorganismos. A partir del proceso de la DA se produce biogás con potencial energético (PCI: 22400KJ/m<sup>3</sup>) [2] y un lodo efluente denominado digerido. El biogás (compuesto principalmente por metano y dióxido de carbono) corresponde solo al 30% del producto de la digestión, por lo cual, el digerido contiene la mayoría de los nutrientes del sustrato original [3]. Gracias a su alto contenido nutricional, el digerido se ha utilizado como fertilizante; en este sentido la DA se visualiza como una alternativa prometedora para la producción de fertilizante. A pesar de sus ventajas, la aplicación directa del digerido

en los cultivos acarrea algunos inconvenientes como la emisión de amonio durante el riego [4] y la presencia e inserción de patógenos [5, 6]. Como alternativa para una mejor estabilización del digerido y con el ánimo de darle un valor agregado adicional, existe un gran interés en la recuperación de minerales esenciales como lo son el P y el N. Una técnica sencilla para recuperar estos nutrientes es mediante la precipitación de fosfato de magnesio de amonio hexahidratado ( $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ ), más conocido como Estruvita (ES) [7]. La ES se considera un recurso renovable y en algunos casos es utilizada como fertilizante, mejorando el rendimiento de la biomasa de diferentes cosechas, previniendo el daño en las plantas y evitando la eutrofización (aporte excesivo de nutrientes que afecta negativamente un ecosistema) [8, 9]. La estruvita, en comparación con fertilizantes comerciales, tiene una solubilidad muy baja, lo cual mejora el rendimiento y evita una disposición descontrolada de los nutrientes. En la tabla 1 se puede observar la utilización de diferentes residuos para la remoción de N y P (en forma de amonio y fosfato respectivamente).

**Tabla 1.** Precipitación de estruvita a partir de diferentes sustratos para recuperar Nitrógeno y fósforo

Sustrato	Tipo de reactor-operación	NH <sub>4</sub> removido	PO <sub>4</sub> removido	Fuente
Agua residual porcina	Flujo continuo	31	93	[10]
agua residual sintética	Reactor de flujo continuo escala piloto	56	81	[11]
Aguas residuales de alcantarillado	Planta de tratamiento de aguas	30	90	[12]
Gallinaza	Reactor Batch	---	85	[13]
Agua residual porcina tipo slurry	Digestor anaerobio	20	99	[14]
Agua residual de estiércol porcino digerido	Batch	29	90	[15]
Etiercol bovino	Digestor anaerobio de 1 y 2 fases	95		[16]
Estiércol porcino líquido	BATCH		80-95	[17]

En este contexto, para que el proceso anaeróbico junto con la precipitación de estruvita sean viables, se requiere que el sustrato cumpla principalmente con dos

condiciones: disponibilidad y alto contenido de nutrientes, características que hacen del lactosuero un sustrato potencial. El LS contiene cerca del 55% de los nutrientes de la leche. En la tabla 2 se presenta la caracterización fisicoquímica de una muestra de lactosuero perteneciente a una empresa del sector. Se puede evidenciar que el LS presenta una alta carga orgánica (53 g DQO/L), lo que hace un sustrato ideal para su biodegradación y producción de biogás [18]. A demás, el LS cuenta con un contenido considerable de macronutrientes como lo son lípidos (1.92%), proteínas (23%) y carbohidratos (55.33%). Como carbohidrato representativo se tiene la lactosa, la cual se destaca entre los demás nutrientes con un contenido aproximado de 50 g/L. Por otro lado, la concentración de minerales como el N y P (1.2 y 0.2 g/L respectivamente) hacen del lactosuero un sustrato atractivo para la posterior precipitación de estruvita.

**Tabla 2.** Caracterización del lactosuero

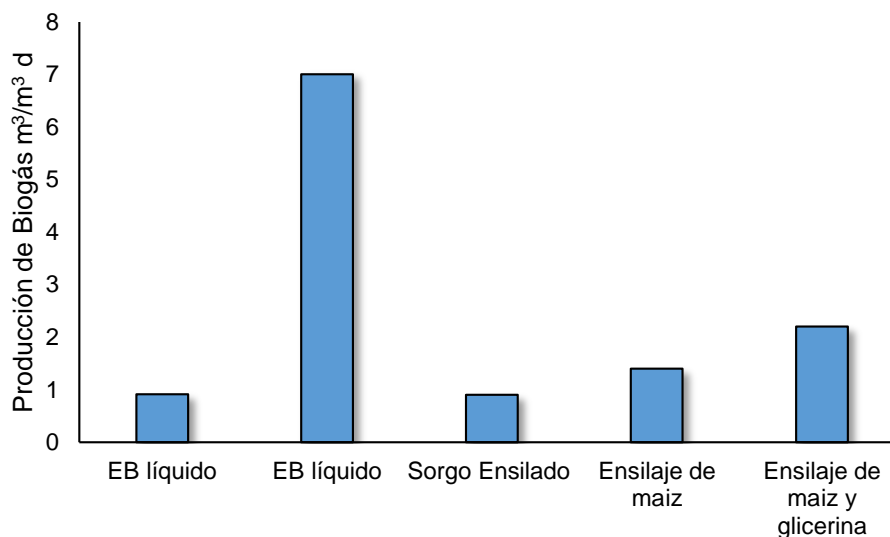
Parámetro	Valor	Unidades
DBO	79900	mg O <sub>2</sub> /L
N (Total)	1210.23	mg N/L
C Orgánico Total	13880	mg C/L
Amonio	67.23	mg N/kg
Carbohidratos	55.33	%
Proteínas	23	%
Lípidos	1.92	%
pH	3.78	
DQO	53	g/L
ST	42	g/L
SV	7.7	g/L
ST	55.1	g/L
DQO	57.5	g/L
T KJELDAHL N	1.2	g/L
T P	0.2	g/L
Fórmula Empírica	C <sub>47</sub> H <sub>44</sub> O <sub>20</sub> N <sub>2</sub>	
C/N	22.1	
PBM	17.1	(L CH <sub>4</sub> / kg )

**Fuente:** Laboratorio de Biotecnología. Escuela de Ingeniería Química (UIS)

De acuerdo con la literatura, la producción de biogás a partir del lactosuero es alrededor de los 0.55 m<sup>3</sup> biogás /kg DQO [19, 18]. Sin embargo, la digestión anaerobia de este sustrato presenta problemas de inhibición debido principalmente a la acumulación de nitrógeno amoniacal y de ácidos grasos volátiles (AGV's) provenientes de la degradación de compuestos nitrogenados y por la fermentación de carbohidratos lípidos y proteínas. En este aspecto, los problemas de inhibición se traducen en bajos rendimientos, que repercuten en una baja producción de biogás y de calidad del digerido, representada en la poca reducción de carga orgánica y en el alto contenido de amonio (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>), amoniaco libre (NH<sub>3</sub>) y AGV's. De acuerdo con lo anterior, se requieren alternativas para mitigar una potencial acidificación del medio. Con el fin de omitir las carencias de alcalinidad total (AT), se ha planteado como alternativa el uso de dos o más sustratos lo cual favorece el equilibrio de macro y micronutrientes, mejorando las condiciones requeridas por los microorganismos metanogénicos para alcanzar altas tasas de crecimiento mejorando el consumo de sustrato y los rendimientos del proceso. De igual forma, los co-sustratos minimizan las carencias o mejoran las características que presente el sistema gracias a la sinergia de la mezcla. Por consiguiente, en un proceso de DA con riesgos de inhibición es importante identificar un co-sustrato apropiado y una razón de mezcla favorable con el fin de generar interacciones positivas (sinergismo), equilibrio nutricional y mejorar los rendimientos de producción de biogás y la disposición de nutrientes en el digerido [20].

A pesar de que la investigación en el proceso de codigestión ha sido abordada ampliamente, los estudios se enfocan principalmente en el rendimiento de la producción de biogás. Así mismo, el conocimiento respecto a cómo afectan las condiciones de operación de la DA a la estabilidad del digerido en función de la remoción de contenido de materia orgánica y de nutrientes (N y P) para la posterior precipitación de estruvita es limitado.

**Figura 1.** Algunos Co-sustratos empleados en la DA del LS



De igual manera, se evidencia desconocimiento referente a cómo afecta la composición de los sustratos y su interacción a los rendimientos del proceso, principalmente a la estabilización y disposición de nutrientes en el digerido. Lo anterior se puede ver reflejado en la figura 1. En este caso hay diferentes estudios para la CODA del LS. Sin embargo, las mezclas han sido implementadas sin tener en cuenta afinidad entre sustratos. Adicionalmente, los estudios de producción de biogás y ES a partir del lactosuero son limitados. En este contexto, vale la pena hacer énfasis en que el biogás y el digerido deben ser manejados de una manera apropiada y conjunta con el fin de hacer factible el proceso de digestión anaerobia. Por lo tanto, el propósito de esta investigación es *diseñar un proceso integral de CoDA de LS que gracias a la sinergia entre co-sustratos permita obtener productos de alta calidad: biogás con elevada concentración de metano y un digerido que permita la precipitación de ES.*

## **1. CAPÍTULO I: DIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO: POTENCIAL ENERGÉTICO Y NUTRICIONAL DEL SECTOR LEÁCTEO EN COLOMBIA**

La industria láctea juega un rol económico importante en el sector agrícola de países industrializados y en vía de desarrollo. La venta de productos lácteos mejora la seguridad alimenticia y representa una fuente de ingresos para millones de familias de zonas rurales. En contexto, más del 80% de la leche producida proviene de pequeños productores (producción de leche inferior a 500 L/d). En el caso colombiano, las empresas lácteas usan en promedio  $1.35 \times 10^6$  litros de leche por año en la producción de queso, donde 95% de estas compañías hacen parte de las llamadas pequeñas y medianas empresas (PYMES). El lactosuero, es el líquido remanente después de la precipitación de la caseína durante la elaboración del queso y representa el 90% de la leche usada en este proceso. El LS tiene una elevada carga orgánica que varía entre 45-65 g/kg de sólidos volátiles y 68-94 g/L en demanda química de oxígeno (DQO) [21, 22]. En términos de materia orgánica particulada, el LS está compuesto principalmente por carbohidratos, (4-5%, de los cuales la lactosa es el más representativo), proteínas (0.6-0.8%) y lípidos (0.4-0.5%) [23]. De acuerdo a las características del LS, se han estudiado diferentes alternativas para su gestión. Entre estas se destaca la aplicación del lactosuero en suelos, para aprovechar su contenido nutricional como fertilizante, su valorización mediante tratamientos biológicos y tratamientos fisicoquímicos para recuperar nutrientes como proteínas y lactosa. Los tratamientos fisicoquímicos han sido exitosos en grandes compañías que cuentan con una alta generación de lactosuero y suficiente capital para invertir en la implementación de estas tecnologías. En el caso contrario, para las PYMEs, la disposición del lactosuero es un reto debido a que estas empresas no cuentan con los recursos económicos para la ejecución de tratamientos de valorización de alto costo. Por lo anterior, estas compañías prefieren

ceder el LS para alimentación animal o incluso disponerlo directamente en las fuentes hídricas lo cual podría traducirse en serios problemas medioambientales [24].

La digestión anaeróbica puede ser un proceso de triple beneficio para el tratamiento del LS: reducción de la contaminación, generación de energía y recuperación de nutrientes. La aplicación de la DA como tratamiento biológico para el LS depende de a) la composición fisicoquímica del LS representada en el contenido de materia orgánica, baja alcalinidad y su tendencia a la rápida acidificación; b) la fuente de inóculo, el cual, dadas las características del sustrato, debe tener una alta capacidad buffer, y c) la configuración del reactor [25]. En este contexto, el Potencial Bioquímico de Metano (PBM) es una alternativa para determinar la viabilidad de producción de biogás a partir de un sustrato como el LS. El PBM es la producción específica de metano de un sustrato determinado para un tiempo indefinido de degradación [26]. Adicionalmente, el PBM es un indicador usado para estimar el diseño del digestor basado en parámetros operacionales como la producción de metano ( $B_0$ ) y la constante de desintegración ( $k_{dis}$ ) [27]. Estudios previos han reportado valores de PBM para el lactosuero entre 0.32 y 0.85 L  $CH_4/g$  SV [28, 29]. Aunque el LS tenga un alto contenido de materia orgánica, los rendimientos de metano se ven limitados debido a la producción de ácidos grasos volátiles (AGV's) durante la fermentación de la lactosa. Por esta razón, la acumulación de ácidos puede conducir a bajas en el pH, crecimiento de bacterias acetogénicas e inhibición de la actividad metanogénica [30].

Adicionalmente, la digestión anaeróbica es conocida por la remoción y estabilización de materia orgánica. Sin embargo, durante este proceso, la mayoría de los nutrientes permanece en el digerido en proporciones de N/P entre 2 y 4. Aunque el digerido se destaca por sus propiedades como fertilizante, su aplicación directa en cultivos tiene ciertas desventajas como la emisión de compuestos amoniacales durante el riego [4] y la inserción de patógenos al suelo [5]. Con el fin de abordar estos problemas, se han propuesto diferentes soluciones para la

recuperación de nutrientes a partir del digerido. Una de esas alternativas es la obtención de fertilizantes a través de la precipitación de estruvita [7]. La estruvita se precipita de manera natural en forma de cristales cuando las concentraciones molares de  $Mg:NH_4:PO_4$  están por encima de 1:1:1 [16]. La estruvita posee una baja solubilidad en agua en comparación con otros fertilizantes, lo cual mejora el rendimiento de fertilizante y disminuye la inserción incontrolada de nutrientes en el suelo [9]. De acuerdo a la anterior descripción, para obtener los productos de biogás y estruvita mediante un proceso anaeróbico, el sustrato debe contar principalmente con dos características: disponibilidad y alto contenido de nutrientes. Estudios previos reportaron el uso de diferentes sustratos para obtener estruvita. Entre estas investigaciones se destaca el uso de estiércol porcino, licores digeridos de aguas residuales [23], y lodo de estiércol bovino [31]. Sin embargo, el LS y su digerido no han sido ampliamente investigados para el uso de esta tecnología.

Por lo anterior, el objetivo de este capítulo fue identificar oportunidades para recuperar energía (en función del PBM) y nutrientes (representados en el potencial de precipitación de estruvita PPE) por medio de la DA del LS proveniente de cuatro PYMEs del sector lácteo. En este sentido, el potencial anaeróbico (PBM y PPE) fue el indicador para estudiar la viabilidad de la integración sinérgica entre las compañías y fincas lecheras, como una alternativa para el tratamiento del LS.

## **1.1. METODOLOGÍA**

El diseño metodológico de esta sección se orientó hacia la determinación del potencial anaeróbico del lactosuero representado en el PBM y el PPE. La metodología de este capítulo se desarrolló en tres etapas: En la primera etapa se monitoreó el cambio en el contenido de materia orgánica del LS proveniente de cuatro empresas productoras de queso en Santander. Posteriormente se evaluó el PBM del lactosuero de cada una de las empresas y se determinó la remoción de la

materia orgánica presente en el sustrato. Finalmente, con el digerido obtenido en la etapa anterior, se cuantificó el contenido de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{PO}_4^{3-}$  para establecer la viabilidad de la precipitación de estruvita representada en el PPE.

**1.1.1. Evaluación de los cambios en el contenido de material orgánica del LS proveniente de cuatro PYMEs.** Esta etapa consistió en evaluar el contenido de materia orgánica del lactosuero proveniente de cuatro PYMEs (C1, C2, C3, C4) del sector lácteo de Santander. En este caso, la empresa C1 recicla el lactosuero generado (2300 L/d) durante su proceso de producción. La empresa C2 regala el LS generado (2500 L/d) para la alimentación de animales en fincas aledañas. La microempresa C3 produce 160 kg de queso por día y genera 130 L de LS diarios. La empresa C4 es la que presenta una menor producción de queso ya que su proceso se lleva a cabo de una manera artesanal, generando 9 L LS/d. Durante cinco semanas, con una periodicidad de dos veces por semana, las muestras de lactosuero fueron recolectadas desde cada una de las empresas y almacenadas a 4 °C para su posterior análisis.

La materia orgánica se evaluó mediante la determinación del contenido de SV y DQO, usando los protocolos establecidos por la Asociación Americana de Salud Pública (APHA): método gravimétrico SM 2450E y método colorimétrico SM 5220D, respectivamente [32]. Los AGV fueron determinados mediante el protocolo propuesto por Purser *et al.*, [33]. El pH se determinó mediante el método potenciométrico SM 4500B [32]. Los datos fueron analizados mediante una comparación de muestras múltiples utilizando el software *Statgraphics Centurion XV* (versión de prueba) con el fin de hallar la presencia de diferencias significativas entre el LS de cada una de las PYMES. Las diferencias fueron consideradas significativas para valores  $p < 0.05$ .

**1.1.2. Determinación del potencial bioquímico de metano (PBM).** Para este ensayo, nuevas muestras de LS fueron recolectadas de cada empresa durante cinco días y homogenizadas al final de la recolección. Las muestras resultantes fueron caracterizadas en términos de SV y pH de acuerdo a APHA [32]. Al finalizar la determinación del PBM, se realizó la cuantificación del contenido de AGV usando cromatografía de gases, de acuerdo a la metodología establecida por Raposo *et al.*, [34]. Como inóculo se utilizó estiércol bovino estabilizado (EBE). El inóculo fue preparado a partir de estiércol fresco y agua en una relación 1:3 en volumen [35]. El inóculo se estabilizó en un reactor anaeróbico a temperatura ambiente durante 30 días y posteriormente se pre-incubó en un ambiente aneróbico a  $37 \pm 2^\circ\text{C}$ . Al inóculo se le realizó el recuento de grupos tróficos (Número más probable de células por concentración de inóculo (NMPcélulas/gSSV) reportando la presencia de  $2.8 \times 10^4$  arqueas metanogénicas acetoclásticas,  $2.3 \times 10^4$  arqueas metanogénicas hidrogenotróficas y  $2.9 \times 10^4$  arqueas metanogénicas del metanol. La actividad metanogénica (AME) del inóculo fue de  $0,06 \text{ g DQO CH}_4/\text{g SV}_{\text{inóculo}} \text{ día}$  [36].

**Potencial Bioquímico de Metano (PBM).** El test de PBM fue llevado a cabo en botellas de 100 mL con un volumen de operación de 60 mL de acuerdo al protocolo establecido por Angelidaki *et al.*, [37]. Las muestras fueron aireadas con  $\text{N}_2/\text{CO}_2$  (80/20% v/v), selladas con tapón de butilo y agrafe de aluminio y almacenadas a  $37 \pm 2^\circ\text{C}$ . La proporción inóculo sustrato utilizada en este ensayo fue de 1.5 (en función del contenido de SV) para todos los ensayos. De igual manera, se realizó un control positivo utilizando lactosa como sustrato y un blanco (sin sustrato) para determinar la producción endógena de metano. La producción de metano fue cuantificada mediante la técnica de desplazamiento alcalino (solución de NaOH 0.5 N). El

volumen de metano fue normalizado y expresado en términos de producción específica de metano como  $\text{m}^3 \text{CH}_4/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$ .

**Consideraciones energéticas.** La contribución energética del LS fue determinada para cada muestra así:

$$P_{EE} = \rho_{CW} * VS_{CW} * BMP * \alpha_{EE} \quad (\text{Ec. 1})$$

$$P_{CE} = \rho_{CW} * VS_{CW} * BMP * \alpha_{CE} \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde:

$P_{EE}$  = potencial de energía eléctrica ( $\text{kWh}/\text{m}^3$ ),

$P_{EC}$  = potencial de energía calórica ( $\text{kWh}/\text{m}^3$ ),

$SV_{LS}$  = contenido de SV en el LS adicionado ( $\text{g SV}/\text{kg LS}$ ),

$\rho_{LS}$  = densidad del lactosuero

$\alpha_{EE}$  y  $\alpha_{CE}$  = factores de conversión ( $1.9$  y  $3.8 \text{ kWh}/\text{m}^3 \text{CH}_4$ , respectivamente).

**1.1.3. Determinación del potencial de precipitación de estruvita (PPE).** Para estimar el PPE, se determinó el contenido de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{PO}_4^{3-}$  de la carga inicial de sustrato y del digerido mediante colorimetría (4500- $\text{NH}_3$  y 4500-P E respectivamente [32]). La cantidad máxima de estruvita fue calculada con base en la estequiometría de su reacción de formación (Ecuación 3):



$$PPE = \left( [\text{PO}_4^{3-}]_{\text{digerido}} \left[ \frac{\text{g}}{\text{L}} \right] \right) * \left( \frac{245 \text{ g estruvita}}{95 \text{ g PO}_4^{3-}} \right) * \left( \frac{\text{volumen de digerido [L]}}{\text{volumen de LS adicionado [L]}} \right)$$

**1.1.4. Potencial económico de la DA del LS, acoplada a la precipitación de estruvita.** Con base en los resultados experimentales y teniendo en cuenta los rendimientos tanto de producción de metano (PBM), como de precipitación de estruvita (PPE), se realizó un análisis económico en función de las inversiones en

bienes capitales (*capital expenditures*: CAPEX) y de costes permanentes (*Operational expenditures*: OPEX). Lo anterior con el fin de proyectar a una escala real el proceso de digestión anaeróbica del LS y con la precipitación de estruvita. Los componentes económicos utilizados en el cálculo de los costos de inversión total son presentados en la tabla 3.

**Tabla 3.** Componentes económicos utilizados en el cálculo de los costos de inversión total para la DA del LS

Parámetros	Unidades	Valor	Parámetro	Unidades	Valor
<b>Consideraciones para el diseño</b>			<b>Consideraciones para el cálculo del CAPEX</b>		
Flujo de lactosuero	m <sup>3</sup> /d	2.5	Costo del digestor	US\$	1700
TRH	días	35	Costos equipos precipitación estruvita	US\$	1000
% de contenido en el digestor	%	75	Costo equipos de almacenamiento	US\$	1160
Contenido de Metano en el biogás	%	60	<b>Consideraciones para el cálculo del OPEX</b>		
			Precio Biogás	US\$/m <sup>3</sup>	0.650
			Precio estruvita	US\$/kg	0.644
			Precio MgO	US\$/kg	0.704
			Precio NaOH	US\$/kg	0.503
			Energía para mezclador	US\$/kWh	0.146
			Costos operativos	US\$/año	1500
			<b>Consideraciones para el cálculo del VPN</b>		
			Vida útil de los equipos	años	7
			Inflación	%	4
			Tasa de descuento <i>i</i>	%	6

Los costos de equipos para el cálculo de CAPEX fueron considerados con base al mercado Colombiano (comunicación personal). Los costos del biogás fueron estimados de acuerdo a Romero-Guiza *et al.*, [38]. Las consideraciones restantes para el cálculo del OPEX fueron las mismas reportadas por Yetilmezsoy *et al.*, [39].

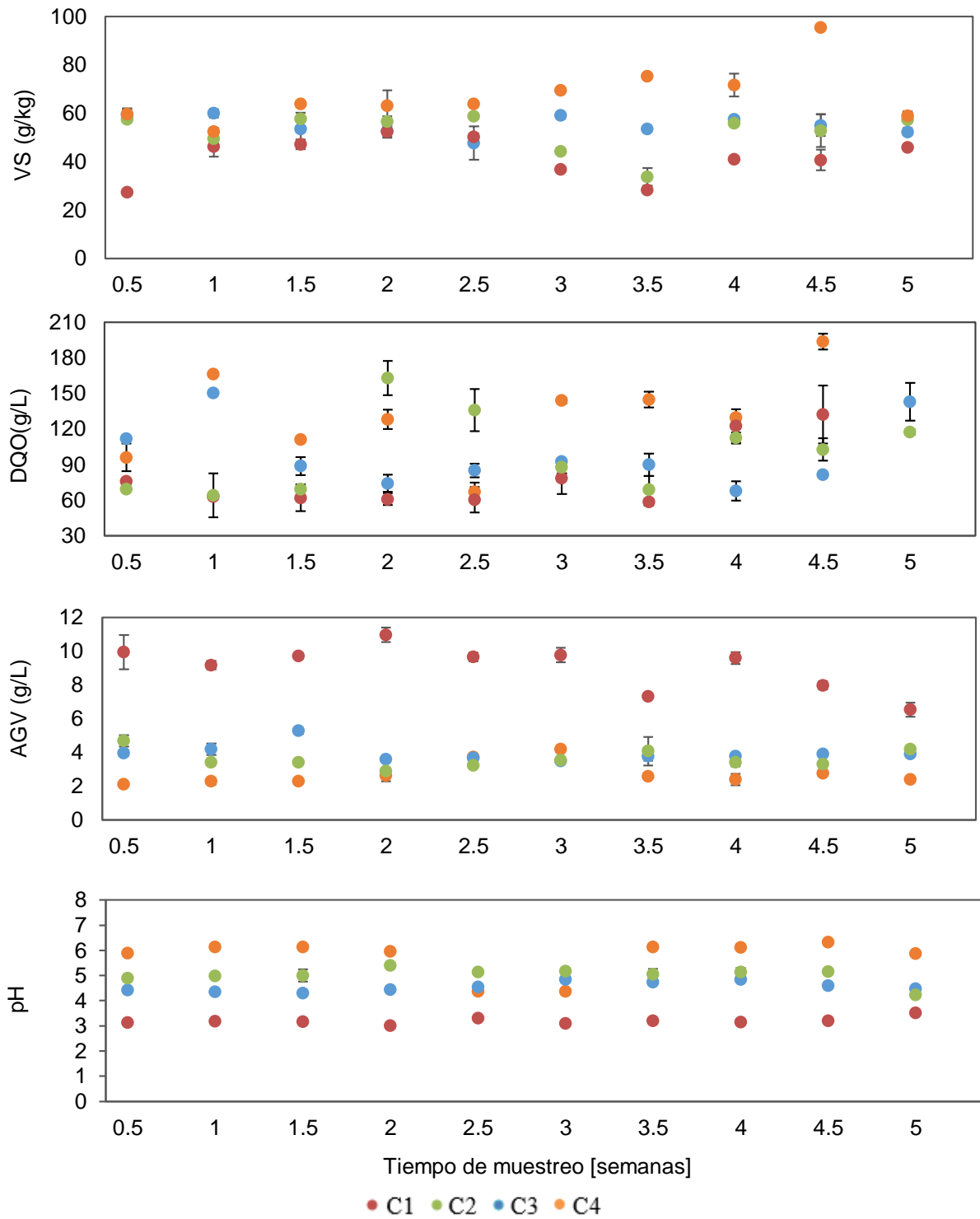
## 1.2. RESULTADOS

**1.2.1. Variación en el contenido de material orgánica del LS.** En la Figura 2 se presenta la variación en las principales propiedades del LS para cada una de las PYMEs. Los resultados estadísticos indican que si existen diferencias significativas en cuanto a los valores de SV, DQO, AGV y pH. En promedio, el lactosuero proveniente de la empresa C4 posee el mayor contenido de materia orgánica (SV y DQO), mientras que el LS de C1 presenta el mayor contenido de materia orgánica de fácil biodegradación (AGV). Estas variaciones pueden ser acreditadas a que la leche procede de diferentes zonas, las cuales cuentan con diferentes condiciones medioambientales. No obstante, estos valores se encuentran dentro de los rangos reportados por la literatura; estudios en los cuales el LS es utilizado como sustrato en procesos de digestión (tabla 4).

**Tabla 4.** Rangos de DQO, SV y pH reportados por la literatura para el lactosuero como sustrato en el proceso de DA

DQO (g/L)	SV (g/kg)	pH	Referencia
93.21 ± 2.99	62.40 ± 1.62	6.12 ± 0.04	Dareioti & Kornaros [21]
74.90	48.00	3.50	Gelegenis <i>et al.</i> , [44]
79.50 ± 8.30	65.88 ± 6.02	5.30 ± 0.10	Jasko <i>et al.</i> , [24]
74.40	45.00	4.12	Riggio, Comino, & Rosso [45]
68.60 ± 3.30	59.30 ± 3.80	4.90 ± 0.27	Saddoud <i>et al.</i> , [22]

**Figura 2:** Monitoreo de las propiedades del lactosuero en términos de SV, DQO, AGV y pH para cada una de las PYMEs.



Los resultados de los SV y su comparación con la literatura muestran que sin importar la compañía y el proceso de producción que cada una aplique, el LS es un sustrato con alto contenido de materia orgánica. Respecto al contenido de AGV, se han presentado valores entre 0.5 a 5.45 g/L [40]. Por lo cual es posible afirmar que el LS es un sustrato viable para la generación de biogás, aunque su falta de alcalinidad puede conllevar a problemas de acidificación durante el proceso anaeróbico [41]. Lo anterior puede ser sustentado en el pH del LS. Los valores de pH variaron entre 3 a 6.5, afirmando que el LS es un sustrato ácido. Este parámetro no varió significativamente entre los días de muestreo para las empresas C1 a C3. Sin embargo, la PYME C4 presentó valores atípicos puesto que, en este caso, esta empresa elabora el queso de una manera artesanal y pueden existir diferentes variables que puedan afectar las muestras, destacándose el almacenamiento de las mismas a temperatura ambiente.

### 1.2.2. Potencial bioquímico de metano y consideraciones energéticas

**Características fisicoquímicas del inóculo y del lactosuero.** La caracterización del estiércol bovino estabilizado y del LS se presenta en la Tabla 5. Respecto a los resultados obtenidos para el inóculo (SV, AGV y pH), es posible mencionar que éste es un estiércol agotado con un pH alto y un bajo contenido de AGV, lo cual favorece la estabilidad del proceso de DA del LS.

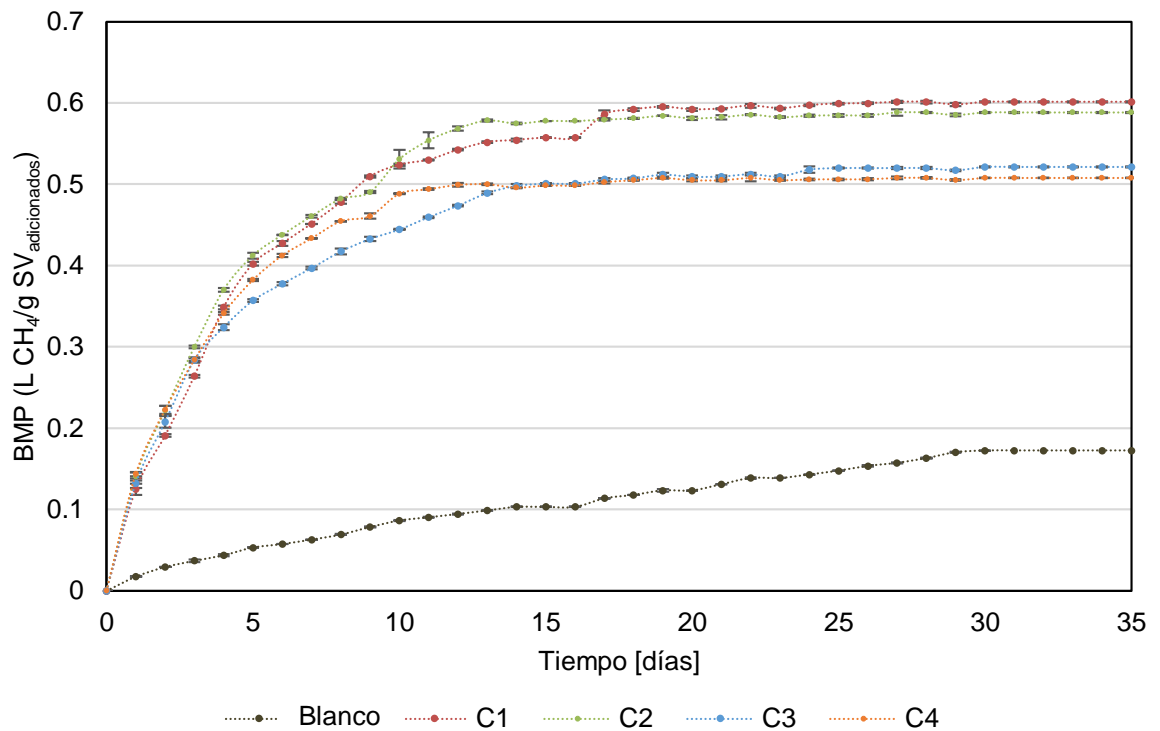
**Tabla 5.** Caracterización del inóculo y del sustrato homogenizado.

Muestra	Contenido de materia orgánica	Acidez	
	SV (g/kg)	pH	AGV (mg/L)
Inóculo	11.30 ± 0.28	7.79 ± 0.01	1.60
C1	51.80 ± 1.92	3.28 ± 0.01	204.13
C2	54.81 ± 0.57	4.98 ± 0.01	134.71
C3	53.79 ± 3.33	4.69 ± 0.03	123.26
C4	60.00 ± 0.03	5.87 ± 0.01	109.50

Es de resaltar que el contenido de ácidos grasos volátiles del lactosuero proveniente de la empresa C1 duplicó el promedio de las otras compañías, en consecuencia, el pH de C1 es el más bajo.

**Potencial de biometanización del lactosuero para cada compañía.** Los perfiles de biodegradabilidad anaeróbica son presentados en la figura 3, en los cuales el PBM se encuentra representado como el valor de estabilización de cada curva [26].

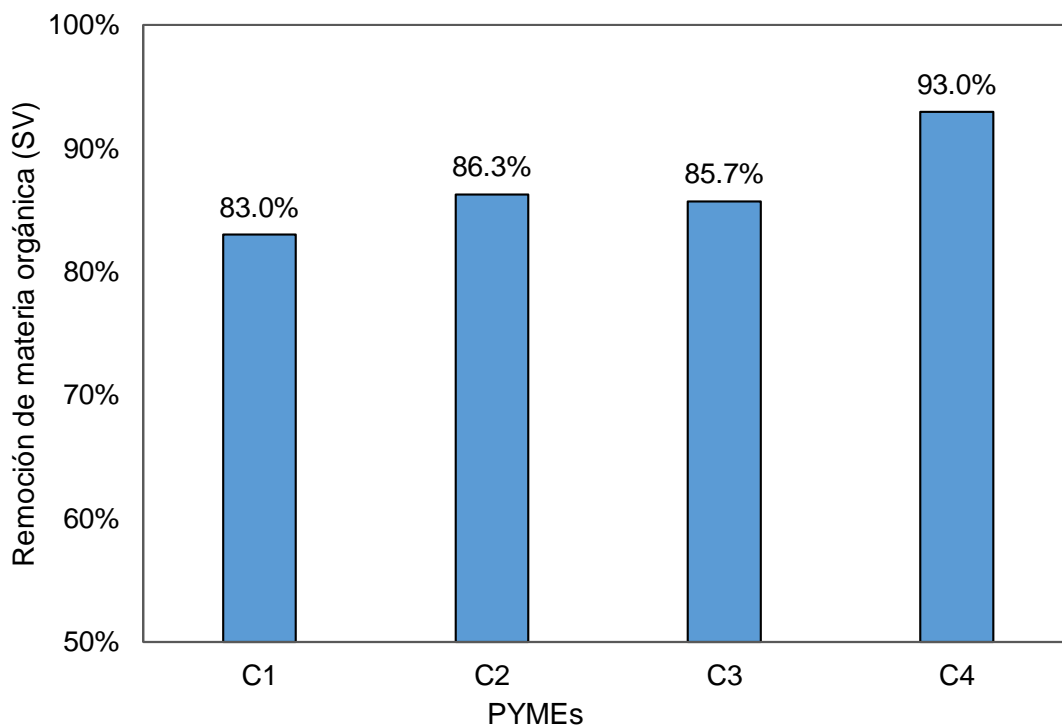
**Figura 3.** Perfiles de producción de metano a partir del lactosuero de cada empresa



Durante los primeros cinco días la producción de metano fue similar para cada una de las empresas debido a la presencia de materia de fácil degradación representada en los AGV y carbohidratos en forma de lactosa (75% en contenido de materia seca; [25]). Los valores de PBM estuvieron entre 0.51 y 0.60 L CH<sub>4</sub>/g SV<sub>adicionado</sub>. El ensayo control usando lactosa presentó un PBM de 0.48 L CH<sub>4</sub>/g SV<sub>adicionado</sub>, es decir, un 13.5% menor a los ensayos de LS. De acuerdo con estos resultados, se concluye que el estiércol bovino estabilizado fue un inóculo adecuado para la implementación

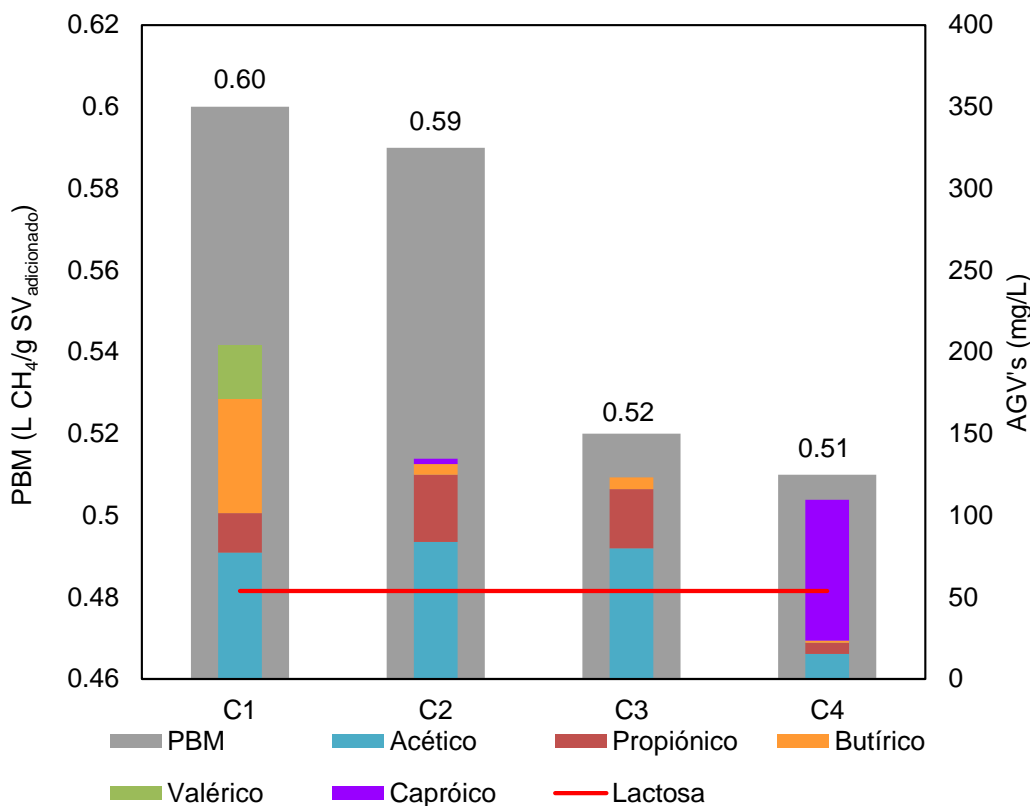
de un proceso de DA de LS. La remoción de materia orgánica se evaluó considerando el contenido de sólidos volátiles al inicio y al final de los ensayos de PBM. En cada caso, la DA del LS alcanzó valores de remoción desde 83% a 93% (Figura 4).

**Figura 4.** Remoción del contenido de materia orgánica durante los ensayos de PBM del lactosuero de cada una de las PYMEs.



Los resultados de PBM se relacionan con el contenido de AGV en las muestras de lactosuero. Como se puede observar en la figura 5, el PBM es directamente proporcional al contenido de ácidos grasos.

**Figura 5.** Potencial de biometanización en función del contenido de AGV en el lactosuero de cada empresa



Los ácidos presentes en las muestras de lactosuero fueron el acético, propiónico y butírico, los cuales son característicos de este sustrato y ratifican la disponibilidad de compuestos de fácil degradación para la producción de metano. De manera particular, la empresa C4 presenta un alto contenido de ácido caprónico. Este ácido es producto de una fermentación secundaria del ácido acético durante el proceso artesanal de producción de queso. Altas concentraciones de ácido caprónico son inhibidores de los microorganismos metanogénicos a pH por debajo de 6. La inhibición por acidificación es un problema muy común durante los procesos de DA de sustratos ácidos como el LS. En un proceso a escala real, con alimentación semicontinua, el uso de LS como sustrato, podría resultar en la falla del digester debido a la falta de alcalinidad y capacidad buffer [25]. Teniendo en cuenta las posibles fallas de la digestión del LS, se visualiza el uso de un cosustrato que permita balancear la acidez y el contenido de nutrientes al proceso de digestión. Por

lo anterior, se propone el uso de estiércol bovino (EB) como cosustrato e inóculo. El estiércol bovino proporciona alcalinidad ( $1850 \pm 175$  mg/L), nutrientes y elementos traza que son importantes para el crecimiento de los microorganismos. Entre otras de las ventajas del uso del estiércol bovino en la DA del LS son su disponibilidad local, bajo costo y sus propiedades para reemplazar el uso de químicos para la regulación del pH [41, 42]. Sin embargo, La implementación de la Co-digestión anaeróbica de la mezcla LS:EB en las PYMEs, se ve limitada por el uso del EB, dado que su utilización en industrias de la cadena alimenticia no es correcto. Por lo tanto, se propone que la implementación del proceso de codigestión sea en las granjas lecheras. Los pequeños productores de leche que surten las PYMEs, al dedicarse a la cría de ganado, cuentan con el acceso al EB y el LS, puesto que este último puede ser transportado desde las PYMES hasta las granjas, de esta forma las pequeñas empresas tienen una alternativa para tratar el residuo y las granjas lecheras pueden aprovechar el biogás y la energía producida para mejorar su calidad de vida.

**1.2.3. Potencial de precipitación de estruvita.** Como resultado de la concentración de iones de fosfato y amonio en el digerido de la DA del LS, existe un potencial de precipitación de estruvita. La relación molar de  $\text{NH}_4^+:\text{PO}_4^{3-}$  (Tabla 6) del LS indica que la formación de estruvita puede ser limitada por la disponibilidad del fosfato, puesto que este ion determinaría la máxima cantidad de estruvita que se pueda obtener después del pos-tratamiento de precipitación.

**Tabla 6.** Contenido de fosfato en los digeridos del LS de cada una de las PYMEs

Digerido	$\text{NH}_4^+/\text{PO}_4^{3-}$	$\text{PO}_4^{3-}$ (mg/L)	PPE (g <small>estruvita</small> /L LS)
C1	3.68	$400.00 \pm 7.07$	8.47
C2	3.98	$387.50 \pm 3.54$	8.93
C3	3.21	$427.50 \pm 10.61$	9.67
C4	3.67	$417.50 \pm 10.61$	10.37

Por lo anterior se propuso usar la ecuación 3 para identificar el potencial de precipitación de estruvita a partir de un volumen definido de una fuente de nutrientes (con contenido de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{PO}_4^{3-}$ ). Respecto al caso de estudio, el PPE estuvo entre 8.47 y 10.37 g estruvita/L de lactosuero. Por lo tanto, se puede evidenciar que es posible precipitar estruvita a partir del digerido de la digestión anaeróbica del LS.

**1.2.4. Consideraciones energéticas y económicas.** El proceso de digestión aplicado al LS permite su valorización energética expresada en potenciales eléctricos y calóricos, los cuales, para el caso de estudio fueron de 54 y 108 kWh/m<sup>3</sup> de LS (Tabla 7).

**Tabla 7.** Potenciales energéticos y calóricos para cada una de las PYMEs estudiadas

<b>Potenciales energéticos</b>	<b>C1</b>	<b>C2</b>	<b>C3</b>	<b>C4</b>
Eléctrico (kWh/m <sup>3</sup> )	54.54	58.02	50.49	53.99
Calórico (kWh/m <sup>3</sup> )	109.07	116.04	100.97	107.98

Estos valores representan un ahorro energético entre 3.46 y 6.91 US\$/ m<sup>3</sup> LS. El estudio económico se realizó considerando un modelo de negocio en el cual el LS generado en una pequeña empresa productora de queso es transportado a la granja lechera. El flujo escogido como base de cálculo fue el correspondiente a C2, por ser la empresa que presentó la mayor producción de LS (2.5 m<sup>3</sup>/d). Con base en los resultados experimentales y en los parámetros clave (PBM= 0.59 m<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub> y PPE= 8.93 kg estruvita/m<sup>3</sup> LS) de este estudio, un año sería el periodo necesario para obtener un flujo de caja neto positivo. Bajo las condiciones de precios locales, el potencial económico del lactosuero fue de US\$1366.67/año (como valor presente neto VPN). Estos resultados confirman la viabilidad económica de la DA del LS. Lo anterior se refleja en que el uso de biogás como complemento energético y la estruvita como fertilizante de suelos representan ahorros económicos de US\$ 6.91/m<sup>3</sup> LS y US\$ 5.75/m<sup>3</sup> LS respectivamente.

### 1.3. CONCLUSIONES

Aun con un contenido de materia orgánica variable y valores de pH ácidos, el lactosuero de las cuatro empresas estudiadas mostraron valores de potencial de biometanización de 0.48 a 0.60 L CH<sub>4</sub>/g SV<sub>adicionado</sub>, permitiendo alcanzar potenciales energéticos entre 25.6 y 30.5 L CH<sub>4</sub>/L LS.


El digerido de la digestión anaeróbica del lactosuero, presenta una relación de iones NH<sub>4</sub><sup>+</sup> y PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, favorable para la precipitación de estruvita con un potencial de 8.5 a 10.4 g estruvita/litro de lactosuero.

Los resultados obtenidos en este capítulo confirman la viabilidad del proceso de DA del LS y el sinergismo entre las pequeñas empresas y granjas lecheras para la producción de energía y recuperación de nutrientes. Con base en el los potenciales de biometanización y de precipitación de estruvita obtenidos en este estudio, el beneficio económico potencial de la DA del LS es de US\$1366.67/año.



## 1.4. SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD

**Trabajo fin de carrera:** Amaya, M., Jaimes, L. (2017). Potencial anaeróbico del lactosuero: biogás y recuperación de nutrientes (N y P). Universidad Industrial de Santander.

**Poster:** Escalante H., Castro L., Amaya M.P., Jaimes L., J. Jaimes-Estévez. (2017). Cheese whey biological treatment in developing countries. IWA World Conference on Anaerobic Digestion. Beijing, China.



### Cheese whey biological treatment in developing countries

H. Escalante, L. Castro, M.P. Amaya, L. Jaimes, J. Jaimes-Estévez\*  
 Grupo de Investigación en Tecnologías de Valorización de Residuos y Fuentes Agrícolas Industriales para la Sustentabilidad Energética (INTERFASE),  
 Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander, Carrera 27, Calle 9 Ciudad Universitaria, Bucaramanga, Colombia  
 (E-mail: Jaime.jaimes@correo.uis.edu.co)\*

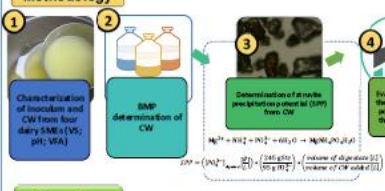
#### Highlights

- This research presents a full characterization of cheese whey (CW) from 4 companies
- This work identified opportunities to recover energy and nutrients from CW
- Nutritional content in CW digestate is adequate to precipitate struvite
- We present anaerobic digestion as a two-way street between dairy companies and farms

#### Objective

The aim of this research was to identify opportunities to recover both energy (as biochemical methane potential -BMP-) and nutrients resources (as struvite precipitation potential -SPP-) by means of anaerobic degradability of CW from five small dairy companies.

#### Methodology



$$SPP = \frac{(NH_4^+ - N) + (NO_2^- - N) + (NO_3^- - N)}{(19) + (14) + (14)} \times \left( \frac{1600 \text{ g struvite}}{100 \text{ g of struvite}} \right) \times \left( \frac{\text{volume of digestate}}{\text{volume of CW added}} \right)$$

#### Table 1. Economic parameters and assumptions for the economic study

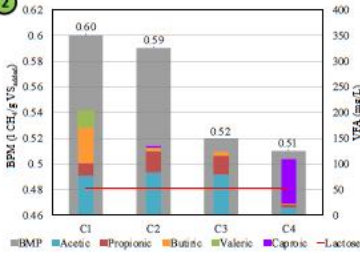
Parameter	Unit	Value	Parameter	Unit	Value
Design completion			Assumption for CAPEX		
Cheese whey flow	m <sup>3</sup> /d	2.5	Assumption for OPEX		
Digestate flow	Dm <sup>3</sup> /d	2.5	Assumption for electricity cost	USD	1.80
Liquid fraction in digestate	%	75	Digestion for struvite precipitation	USD	100.0
Methane content in biogas	%	60	Assumption for SPP	USD	1.00
			Assumption for CAPEX		
			Biogas	USD/m <sup>3</sup>	0.40
			Struvite	USD/kg	0.60
			MgO	USD/kg	0.700
			Digestion fee	Tons	7
			Struvite	%	4
			Struvite for water	USD/M <sup>3</sup>	0.10
			Operative labor	USD/year	1.80

#### Results

##### 1

Sample	Organic matter		Acidity	
	VS (g/g)	pH	VFAs (mg/L)	
Inoculum	11.30 ± 0.28	7.79 ± 0.01	1.60	
C1	51.80 ± 1.92	3.28 ± 0.01	204.13	
C2	54.81 ± 0.57	4.98 ± 0.01	134.71	
C3	53.79 ± 3.33	4.69 ± 0.03	123.26	
C4	60.00 ± 0.03	5.87 ± 0.01	109.50	

##### 2



##### 3

Digestate	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> /PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> ratio	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> (mg/l)	SPP (g Str/l CW)
C1	3.68	400.00 ± 7.07	8.47
C2	3.98	387.50 ± 3.54	8.93
C3	3.21	427.50 ± 10.61	9.67
C4	3.67	417.50 ± 10.61	10.37
C5	2.84	395.00 ± 14.14	9.40

##### 4

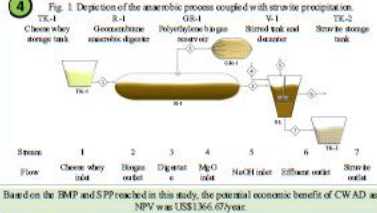


Fig. 1. Depiction of the anaerobic process coupled with struvite precipitation.

#### Conclusion

**Economic potential:**

NPV


US\$ 1366.67/year

**Agricultural potential:**

8.5-10.4 g struvite/l CW

**Energetic potential:**

25.6-30.5 l CH<sub>4</sub>/l CW



#### References

Amaya, M., Castro, L., Jaimes, L., 2016. Overcoming the challenges of full-scale anaerobic co-digestion of dairy whey, biomass and manure. *Energy*, 115, 432-442.

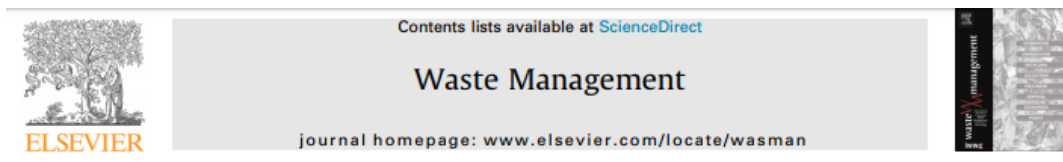
Galvis, J., Rodríguez, R., Jaimes, L., Castro, L., Escalante, H., 2017. Anaerobic digestion of dairy whey: a review. *Renewable Energy*, 102, 114-121.

Escalante, H., Castro, L., Jaimes, L., Amaya, M.P., 2017. Evaluation of the economic potential of cheese whey biological treatment through struvite precipitation. *Chemical Engineering and Technology*, 30, 361-371.

Amaya, M., Castro, L., Jaimes, L., Escalante, H., 2017. Agricultural benefits and environmental risks of soil fertilization with anaerobic digestion of dairy whey. *Agrochimica*, 10, 410-415.

Amaya, M., Castro, L., Jaimes, L., Escalante, H., 2017. Assessment of anaerobic digestion through struvite precipitation. *Chemical Engineering and Technology*, 30, 361-371.

**Artículo publicado:** Escalante, H., Castro, L., Amaya, M. P., Jaimes, L., & Jaimes-Estévez, J. (2018). Anaerobic digestion of cheese whey: Energetic and nutritional potential for the dairy sector in developing countries. *Waste Management*, 71, 711-718.



## Anaerobic digestion of cheese whey: Energetic and nutritional potential for the dairy sector in developing countries

H. Escalante, L. Castro, M.P. Amaya, L. Jaimes, J. Jaimes-Estévez \*

Grupo de Investigación en Tecnologías de Valorización de Residuos y Fuentes Agrícolas e Industriales para la Sustentabilidad Energética (INTERFASE), Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander, Carrera 27, Calle 9 Ciudad Universitaria, Bucaramanga, Colombia

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 27 March 2017  
Revised 19 September 2017  
Accepted 19 September 2017  
Available online xxxx

#### Keywords:

Anaerobic digestion  
Biomethane potential  
Digestate  
Small to medium enterprise  
Struvite potential

### ABSTRACT

Cheese whey (CW) is the main waste generated in the cheesemaking process and has high organic matter content and acidity. Therefore, CW disposal is a challenge for small to medium enterprises (SMEs) in the dairy industry that do not have any type of treatment plant. Anaerobic digestion (AD) is an attractive process for solving this problem. The aim of this research was to determine the biomethane and struvite precipitation potentials of CW from four dairy SMEs. First, changes in CW properties (organic matter and pH) were evaluated. Second, biomethane and struvite potentials were assessed using cattle slurry as inoculum. The organic matter in CW varied from 40 to 65 g VS/kg, 65 to 140 g COD/L, and 2 to 10 g/L for VFAs depending on the sampling time and type of sample. The pH of the CW samples ranged from 3 to 6.5. In the anaerobic biodegradability analysis, methane yields reached 0.51 to 0.60 L CH<sub>4</sub>/g VS<sub>added</sub>, which represented electrical and caloric potentials of 54 and 108 kW h/m<sup>3</sup> for CW, respectively. Organic matter removal in all experiments was above 83%. Moreover, anaerobic digestates presented NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> molar ratios between 2.6 and 4.0, which are adequate for struvite precipitation with potential production of 8.5–10.4 g struvite/L CW. Finally, the use of biogas as energetic supplement and struvite as soil fertilizer, represents economics saves of US\$ 6.91/m<sup>3</sup> CW and US\$ 5.75/m<sup>3</sup> CW in terms of electricity and fertilizer use, respectively. The energetic, agricultural and economic potentials, evidence that AD process is a feasible alternative for cheese whey treatment.

© 2017 Published by Elsevier Ltd.

## 2. CAPÍTULO II: SINERGIA DEL PROCESO DE CODIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO Y ESTIÉRCOL BOVINO

Una alternativa para mejorar la estabilidad de la digestión anaeróbica es la adición de dos o más sustratos a la mezcla, proceso comúnmente llamado Co-digestión anaeróbica [43]. La codigestión anaeróbica del lactosuero mejorar la producción de biogás y rendimiento de metano y favorece la estabilidad. En la tabla 8 se presenta una revisión bibliográfica de la CODA del LS reportada en la literatura.

**Tabla 8.** Estado del arte Digestión Anaeróbica del Lactosuero

Conversión materia orgánica	Demanda Química de oxígeno [ $\frac{g\ DQO}{l}$ ]	Rendimiento de metano	Referencia
83 %	65-140	0.51-0.6 lCH <sub>4</sub> / gSV <sub>adicionado</sub>	Este estudio
56.2% - 69.9%	57.5	1-3.8 lCH <sub>4</sub> /kgSV <sub>adicionado</sub>	[18]
83.05%	93.21	0.9 lCH <sub>4</sub> /l	[21]
76.8%	74.9	2.2 lCH <sub>4</sub> /l	[44]
70%	74.4%	219 lCH <sub>4</sub> / kg	[45]
79%-83%	68.6	0.31 lCH <sub>4</sub> / gDQO	[22]

La CODA es una tecnología que brinda beneficios como: (i) mejoras en la producción de biogás y rendimiento del metano, (ii) dilución de sustancias inhibitoras, (iii) equilibrio de nutrientes (v) reducción de la emisión de gases de efecto invernadero a la atmósfera, (vi) efectos sinérgicos de los microorganismos, (vii) aumento de la carga de materia orgánica biodegradable y (viii) ventajas económicas derivadas del hecho de compartir aparatos y costos. En la CODA se deben establecer buenas sinergias entre los sustratos para aumentar la producción de biogás en comparación con la monodigestión de estos sustratos. Autores como Cavinato *et al.*, [46] y Shah *et al.*, [47] afirman que la CODA puede aumentar la

producción de biogás de 25% a 400% sobre la DA de los mismos sustratos. Sin embargo, este es un proceso desafiante debido a los problemas de estabilidad y optimización.

**Variables de operación de la co-digestión del lactosuero.** De esta manera, es importante destacar algunas variables que influyen de manera significativa al proceso de codigestión:

**Composición química de los sustratos.** En la CODA se requieren sustratos con fuente de carbono que pueda generar un alto rendimiento al proceso. El LS posee cerca del 55% de los nutrientes de la leche [18] y tiene una elevada carga orgánica correspondiente a 45-65 g SV/kg y 68-94 g DQO/L [42]. Entre los co-sustratos más utilizados para la CODA del LS se destaca el estiércol bovino (EB). Este cosustrato ha sido estudiado a diferentes proporciones de mezcla (entre 55% y 85%), y ha generado efectos positivos en el proceso [18]. El EB se caracteriza por su alto contenido en carbohidratos (47%), lignina (25%), holocelulosa y hemicelulosa (15%), celulosa (8%) y su bajo contenido en lípidos (2%).

**Influencia del pH en la co-digestión.** El pH es un indicador de estabilidad del proceso. Un pH entre 6.5 y 8.2 se considera una prioridad para obtener una eficiente digestión metanogénica [48]. El lactosuero presenta dificultades por su bajo contenido de alcalinidad total (AT) (750 mg CaCO<sub>3</sub>/L), lo que conduce a una caída en el pH y acumulación de AGV's, generando rápida acidificación, agotando la capacidad de amortiguación del proceso [28]. El EB ayuda a regular el pH del sistema y mitiga la inhibición del proceso debido a la acumulación de los AGV's. El EB tiene una alcalinidad (1850 mg CaCO<sub>3</sub>/L) mayor respecto a la reportada para el LS (750 mg CaCO<sub>3</sub>/L). Estas características hacen que el EB sea un cosustrato con una alta capacidad, lo cual se traduce en alta capacidad buffer, brindando estabilidad al proceso [49].

**Biodegradabilidad:** El LS es un sustrato con alta biodegradabilidad dado su alto contenido de lactosa, proteínas y lípidos [50]. No obstante, esta alta

biodegradabilidad causa un exceso de consumo de oxígeno si se elimina directamente en cuerpos de agua. Para resolver esta situación se requieren tratamientos biológicos como los son los procesos anaeróbicos particularmente la CODA, que ofrece una excelente solución tanto en términos de ahorro de energía [19, 28]. El EB tiene una biodegradabilidad anaeróbica de aproximadamente el 45%, haciendo exitoso el proceso de digestión [18].

**Temperatura:** La temperatura afecta el crecimiento de los microorganismos y la velocidad de reacción [51]. En el rango psicrófilico ( $< 25^{\circ}\text{C}$ ) se obtiene bajos rendimientos de DA [52]. En rangos mesofílicos ( $25 - 40^{\circ}\text{C}$ ) las bacterias metanogénicas están en mejores condiciones para crecer y desarrollarse, y la velocidad de reacción de la hidrólisis y la acidogénesis es más rápida, con una temperatura óptima de operación de  $37^{\circ}\text{C}$  [25, 53]. En los rangos termofílicos ( $40-70^{\circ}\text{C}$ ) se puede observar una cinética más rápida, sin embargo, se presenta inhibición en la producción de biogás, aumento de toxicidad y acidificación [54]. Para el lactosuero, la temperatura óptima para su fermentación es  $24^{\circ}\text{C}$  a  $34^{\circ}\text{C}$  [55]. El proceso de DA ha sido estudiado a diferentes temperaturas a escala laboratorio alcanzando producciones de biogás en *batch* entre  $0.18-0.50 \text{ m}^3/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$  a  $36^{\circ}\text{C}$ ,  $0.14-0.47 \text{ m}^3/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$  a  $30^{\circ}\text{C}$  y  $0.020 - 0.260 \text{ m}^3/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$  de  $15$  a  $25^{\circ}\text{C}$  [56]. En cuanto a la CODA de la mezcla lactosuero y estiércol bovino (EB) se reporta una producción de biogás de  $0.41 \text{ m}^3/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$  a  $25^{\circ}\text{C}$  y de la mezcla residuos orgánicos y gallinaza se reporta una producción de biogás de  $0.32-0.64 \text{ m}^3/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$  [25].

Para incrementar la producción de metano a través de un proceso de CoDA, se debe garantizar efectos sinérgicos durante el proceso biodegradativo de la mezcla [57, 58]. La sinergia hace posible un aumento de la biodegradabilidad del sustrato lo cual resulta en un potencial de biometanización mayor al de los sustratos por separado [20]. Estudios han demostrado que la CoDA de mezclas con diferentes sustratos puede resultar en un mejor rendimiento del proceso dado un mejor balance en la composición de la mezcla que estimula los efectos sinérgicos [30].

Actualmente, los estudios de los efectos sinérgicos se centran en como el cosustrato interactúa de manera positiva o negativa con el sustrato principal [59, 60, 61] favoreciendo principalmente los rendimientos de metano. En este sentido se han estudiado diferentes sustratos como los residuos de frigoríficos, residuos alimenticios, lodos de aguas municipales, entre otros [59]. Estos estudios consideran los efectos sinérgicos como incrementos en el potencial de biometanización. Sin embargo, la mayoría de estos trabajos centran su investigación únicamente en los efectos de la proporción de los sustratos, dejando a un lado el efecto de variables importantes como lo son la RIS y la temperatura.

Por lo anterior, el objetivo de este capítulo fue evaluar el proceso de la co-digestión anaeróbica de la mezcla lactosuero-estiércol en diferentes climas presentes en el territorio colombiano, con el fin de conocer las condiciones más favorables de temperatura, teniendo en cuenta también la fracción de lactosuero y la relación inóculo/sustrato que mejoren los efectos sinérgicos del proceso.

## **2.1. METODOLOGÍA**

La metodología de esta sección se orientó a la evaluación de la CODA de la mezcla lactosuero/Estiércol bovino (LS: EB) y se desarrolló en tres etapas: En la primera etapa se realizó la recolección y caracterización del sustrato, co-sustrato e inóculo. En la siguiente etapa se evaluó el potencial de biometanización de diferentes mezclas de LS:EB variando la RIS, temperatura y la fracción de lactosuero (fLS) y se determinó su efecto sobre la sinergia del proceso de digestión. Finalmente, las condiciones obtenidas en la etapa anterior, fueron validadas y ajustadas a un modelo cinético de primer orden.

**2.1.1. Recolección y caracterización de los sustratos e inóculo.** El lactosuero de esta sección fue suministrado por la PYME identificada como C1. Esta

microempresa se encuentra ubicada en el departamento de Santander, Colombia (Lat: N 7°8' 19, 2" Long W 73°7' 31, 298"). El proceso productivo de esta empresa es la elaboración de quesos. La industria láctea C1 produce entre 1.360 L/mes y 1.520 L/mes de LS. El LS se recolectó a temperatura ambiente en botellas plásticas de 1 L. Las muestras se recolectaron semanalmente durante 5 meses y fueron refrigeradas a  $4 \pm 2^\circ\text{C}$ . El estiércol bovino se recogió en la finca Marcella, ubicada en Girón, Santander a 9 km de la zona urbana, a una altitud de 959 m.s.n.m. (Lat. N 7°01 '0.07' Long. 'W 73°08' 13.3"). La finca Marcella cuenta con tres cabezas de ganado bovino de raza Normando que producen entre 34 – 51 kg/d de excreta bovina. Como inóculo se utilizó estiércol bovino estabilizado, el cual fue preparado a partir de EB y agua en una relación 1:3 (v/v). Posteriormente se incubó a  $37 \pm 2^\circ\text{C}$  en un reactor CSTR con agitación constante, para reducir el contenido de materia orgánica residual. Para conocer la capacidad del EBE como inóculo, se determinó su actividad metanogénica específica (AME) siguiendo el protocolo propuesto por Astals *et al.*, [62]. Tanto el LS, EB, como el inóculo fueron caracterizados en términos de sólidos volátiles (SV), AGV's, AT, pH, azúcares reductores totales (ART), demanda química de oxígeno total (DQO) y soluble (DQO<sub>s</sub>), NH<sub>4</sub><sup>+</sup> y PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>

**2.1.2. Estudio de la influencia de la fracción de lactosuero, relación inóculo-sustrato y temperatura, sobre el potencial de biometanización.** La influencia de la fLS, RIS y T sobre el PBM y el contenido final de AGV's se evaluó utilizando un diseño factorial  $2^3$  + punto central + puntos axiales, y se analizó empleando la metodología de superficie de respuesta. El contenido de materia orgánica respecto al sustrato principal fue establecido con el fin de observar el efecto de concentraciones bajas 0.3 (v/v) y altas 0.9 (v/v) de fLS. Con base al máximo valor recomendado para el PBM por Angelidaki, *et al.*, [26] y con el fin de estudiar el efecto de altos contenidos de inóculo, los niveles para la RIS fueron establecidos entre 1 y 2 (kg SV<sub>inóculo</sub>/kg SV<sub>sustrato</sub>). Respecto a las temperaturas, los niveles alto y bajo fueron fijados como 15 y 35 °C con el objeto de estudiar el proceso de digestión a

condiciones psicrófilicas y mesófilicas, respectivamente. Las condiciones más favorables de fLS, RIS y T para la CODA de la mezcla LS:EB se determinaron mediante la optimización múltiple del PBM y del contenido de AGV's de las 17 muestras definidas en el diseño experimental. Esto con el fin de alcanzar la mayor producción de metano (representado en el PBM), minimizando el contenido de ácidos grasos volátiles, previniendo riesgos de inhibición. Las condiciones de los puntos del diseño empleado se pueden ver en la tabla 9.

**Tabla 9.** Diseño experimental en los diferentes rangos de temperatura.

Identificación de la muestra	1**	2	3	4	5	6	7	8	9*	10*	11	12	13	14	15	16	17**
Fracción de LS	0.6	0.9	0.9	0.3	0.3	0.6	0.1	0.6	0.6	0.6	1.0	0.6	0.3	0.3	0.9	0.9	0.6
RIS	1.5	2.0	1.0	2.0	1.0	2.3	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.7	1.0	2.0	2.0	1.0	1.5
T °C	8	15	15	15	15	25	25	25	25	25	25	25	35	35	35	35	42
Régimen	Psicrófilico					Mesófilico							Termófilico				
	*Puntos centrales			**Puntos axiales													

Con la finalidad de implementar la metodología de superficie de respuesta (MSR) para determinar las condiciones más favorables de fracción de lactosuero, RIS y temperatura para la producción de metano, los datos experimentales para PBM y AGV's fueron ajustados a la expresión de segundo orden presentada en las ecuaciones 4 y 5 respectivamente.

$$\text{PBM} = \alpha_0 + \alpha_1 * \text{LS} + \alpha_2 * \text{RIS} + \alpha_3 * \text{T} + \alpha_4 * \text{LS}^2 + \alpha_5 * \text{LS} * \text{RIS} + \alpha_6 * \text{LS} * \text{T} + \alpha_6 * \text{LS} * \text{T} + \alpha_7 * \text{RIS}^2 + \alpha_8 * \text{RIS} * \text{T} + \alpha_9 * \text{T}^2 \quad (\text{Ecuación 4})$$

$$\text{AGV's} = \alpha_0 + \alpha_1 * \text{LS} + \alpha_2 * \text{RIS} + \alpha_3 * \text{T} + \alpha_4 * \text{LS}^2 + \alpha_5 * \text{LS} * \text{RIS} + \alpha_6 * \text{LS} * \text{T} + \alpha_6 * \text{LS} * \text{T} + \alpha_7 * \text{RIS}^2 + \alpha_8 * \text{RIS} * \text{T} + \alpha_9 * \text{T}^2 \quad (\text{Ecuación 5})$$

Donde  $\alpha_i$  son los parámetros obtenidos por el modelo. Estos parámetros fueron determinados utilizando el software *Statgraphics Centurion XVII*.

**Determinación de los efectos sinérgicos de la codigestión anaeróbica.** La determinación de la sinergia (*syn*) se realizó comparando la producción específica

de metano de cada codigestión ( $PBM_{codigestión}$ ) con el PBM ponderado ( $PBM_{ponderado}$ ) de acuerdo a la expresión propuesta por Labatut *et al.*, [29]:

$$Sinergia (syn) = \frac{PBM_{codigestión}}{PBM_{ponderado}} \quad \text{Ecuación 6}$$

$$PBM_{ponderado} = PBM_{LS} * fLS + PBM_{EB} * fEB \quad \text{Ecuación 7}$$

Donde  $PBM_{LS}$  y  $PBM_{EB}$  representan la producción de metano de las monodigestiones del LS y del EB respectivamente. Por su parte,  $fLS$  y  $fEB$  son la fracción de SV adicionados de LS y EB. Es necesario mencionar que el PBM para la monodigestión del LS y del EB se realizó con base a la metodología mencionada anteriormente [26]. De igual forma, para ver el comportamiento de las archaeas metanogénicas en el proceso de digestión a diferentes temperaturas, se determinó la actividad metanogénica específica del inóculo empleado [62].

**Validación de las condiciones más favorables.** Para validar las condiciones de operación, se desarrolló un ensayo de PBM, considerando los resultados obtenidos en la optimización. Se midió la producción de  $CH_4$  acumulada de la mezcla LS: EB por el método de desplazamiento alcalino. La curva de producción de metano acumulada fue ajustada al modelo cinético de primer orden (Ecuación 8) [26]. Los parámetros se determinaron mediante la herramienta *curve fitting* del *software* de Matlab®.

$$B(t) = B_o * (1 - e^{-kt}) \quad \text{(Ecuación 8)}$$

Donde:

$$B_o: PBM \left[ \frac{L CH_4}{g SV_{adic.}} \right]$$

k= constante de velocidad de desintegración [días<sup>-1</sup>]

t: tiempo [días]

Adicionalmente, este ensayo fue sometido a un seguimiento en términos de SV, DQO, AGV's/AT,  $NH_4^+$  y  $PO_4^{3-}$  para observar el comportamiento a través del tiempo

de estas variables. Todos los ensayos de caracterización fueron realizados por triplicado.

## 2.2. RESULTADOS

**2.2.1. Caracterización de los sustratos e inóculo.** En la tabla 10, se presenta la caracterización del sustrato, co-sustrato e inóculo utilizados. En esta se evidencia que el LS posee un alto contenido de materia orgánica disponible para su biodegradación en un proceso anaeróbico (55.1 g SV/kg y 51.3 g DQO/L). Los altos niveles de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{PO}_4^{3-}$  en el LS, indican que tiene un alto potencial para la recuperación de nutrientes. La materia orgánica fácilmente biodegradable, representada en la concentración de AGV's (4800 mg/L), permite concluir que el LS tiene alta capacidad para producir metano. Sin embargo, la falta de alcalinidad del LS (750 mg  $\text{CaCO}_3$ /L), y su pH ácido, pueden representar problemas de acidificación durante el proceso de DA [41]. Además, la relación C/N del LS es menor al rango óptimo 15-45 reportado por Garfí *et al.*, [63]. Lo anterior hace más evidente el uso de un co-sustrato que mejore las condiciones del proceso.

**Tabla 10.** Caracterización de los sustratos e inóculo utilizados en el diseño experimental

Variables	Unidades	LS	EB	Inóculo
AGV's	[mg/L]	4800 ± 169.71	720±84.85	350±70.71
AT	[mg $\text{CaCO}_3$ /L]	1850±70.71	16400± 80.60	1500±0.00
ART	[mg/L]	1855±895.31	1030±70.30	77.9±48.12
DQO	[g/L]	51.03±0.76	59.41±2.52	11.21±0.39
DQO <sub>s</sub>	[g/L]	33.4±1.25	4.84±1.64	0.62±0.41
SV	[g/kg]	55.1±3.25	132.47± 1.09	12.29±0.02
$\text{NH}_4$	[mg/L]	41.5±3.54	12±1.41	254.5±3.54
$\text{PO}_4^{-3}$	[mg/L]	1438.58±85.36	325±28	265.5±7.07
pH	-----	4.1±0.3	7.84±0.5	7.86±0.8

<b>Variables</b>	<b>Unidades</b>	<b>LS</b>	<b>EB</b>	<b>Inóculo</b>
C/N	-----	11.9	23.9	27.7
C	%p/p	38.36	39.89	9.97
H	%p/p	5.02	4.78	ND
O	%p/p	38.94	33.5	ND
N	%p/p	3.21	1.44	0.36
Carbohidratos	%p/p	55.33	47.74	ND
Lípidos	%p/p	1.92	2.44	ND
Proteínas	%p/p	23	9	ND
Na	[g/kg]	ND	0.11	ND
Mg	[g/kg]	ND	0.07	ND
Ca	[g/kg]	ND	0.12	ND
K	[g/kg]	ND	0.44	ND
Zn	[g/kg]	ND	0.01	ND
Cr	[g/kg]	ND	0.81	ND
Ni	[g/kg]	ND	1.14	ND

\*ND: no determinado

Respecto al EB, los resultados obtenidos muestran que tiene pH y AT favorable para el proceso de la CODA. En este sentido, se puede inferir que el EB reduce los problemas de inhibición del LS por acidificación, mejorando la estabilidad del proceso. Adicionalmente, el EB cuenta con una concentración significativa de micro y macronutrientes, los cuales son necesarios para un buen desempeño metabólico de los microorganismos. Los macronutrientes y los iones de metales pesados juegan un papel importante tanto en la síntesis como en la actividad enzimática de los microorganismos anaeróbicos [64]. De igual manera, el EBE utilizado como inóculo es ideal, debido a que posee menor cantidad de SV y DQO que el LS y EB, lo que asegura la reducción de la producción endógena de metano, favoreciendo el consumo de nutrientes de los sustratos. Lo anterior puede ser sustentado en que su AME fue en promedio de  $0.054 \pm 0.008$  g DQO CH<sub>4</sub>/g SV<sub>inóculo</sub>\*d. Así, se puede mencionar que al implementar el EB en la CODA se mejora el equilibrio nutricional del LS, donde la sinergia de la mezcla compensa las carencias de cada sustrato.

## 2.2.2. Condiciones más favorables de fracción de lactosuero, RIS y temperatura, para la producción de metano.

**Determinación del potencial de biometanización.** Colombia, por sus diferentes pisos térmicos, presenta rangos de temperaturas psicrófilos, mesófilos y termófilos durante todo el periodo de año. El PBM tiene una relación directa con la temperatura, afectando la velocidad de crecimiento de los microorganismos y por ende el rendimiento del proceso de DA. En la Tabla 11 se presentan el PBM de las 17 mezclas del diseño central compuesto junto con su caracterización final. Los máximos rendimientos de metano para los rangos psicrófilo, mesófilo y termófilos fueron de 0.45, 0.6 y 0.51 m<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub> respectivamente. Elevadas concentraciones de amonio inhiben las arqueas metanogénicas [65, 66]. Estos resultados muestran una concentración de amonio que no supera los 1500 mg de NH<sub>4</sub>-N/L, descartando inhibición de este compuesto hacia las arqueas metanogénicas. Existe alto contenido de fósforo y nitrógeno en la mayoría de las mezclas estudiadas, minerales de gran importancia en la producción de fertilizantes. Los valores de estos minerales son comparables con los reportados por Lansing *et al.*, [67] de 15.4 mg/L y 82.2 mg/L de PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> y NH<sub>4</sub> respectivamente. Al comparar la fLS con el contenido de nutrientes se puede señalar que el sustrato que más aporta N y P es el lactosuero. Respecto a la estabilidad del proceso, es posible mencionar que las concentraciones de AGV's de las mezclas estudiadas al final del estudio del diseño variaron entre 150 y 4750 mg/L. Lo anterior indica que con altas proporciones de LS, existen posibilidades de inhibición por acumulación de AGV's.

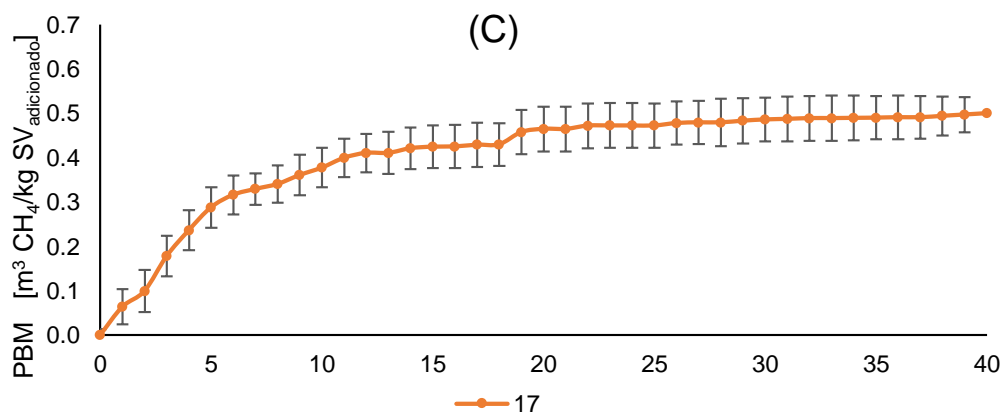
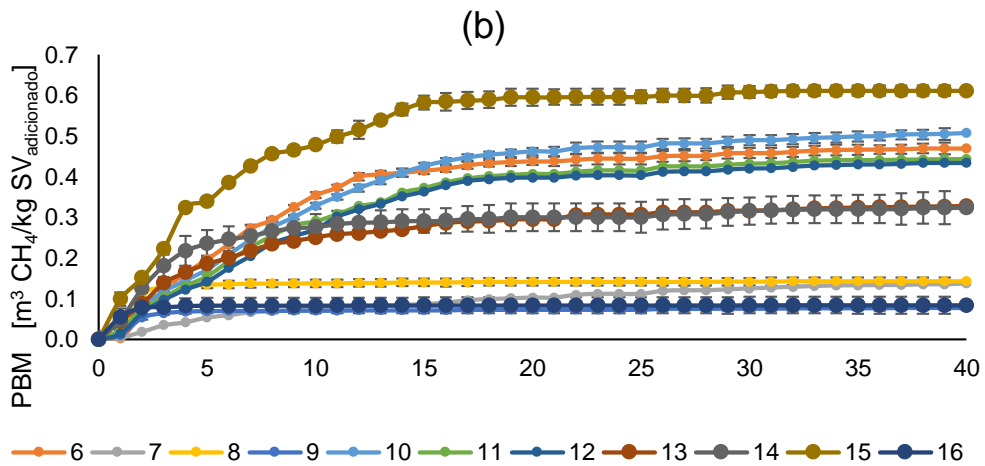
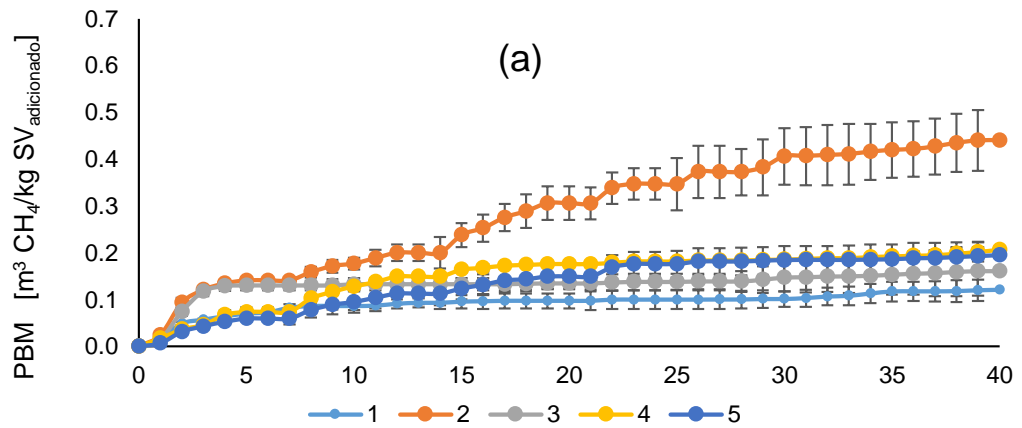
**Tabla 11.** Valores de PBM y caracterización final para la CODA de la mezcla LS: EB variando la fLS, RIS y temperatura.

Rangos	#	Condiciones			NH <sub>4</sub> [mg/l]	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> [mg/l]	AT [mg CaCO <sub>3</sub> /l]	AGV's [mg/l]	PBM [m <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> /kg SV]
		T	RIS	fLS [v/v]					
Psicrófilico	1	8	1.5	0.6	197.5 ±3.54	75 ±0.00	2350 ±212.13	1150 ±212	0.12
	2	15	2	0.9	272.9 ±21.21	250 ±0.00	2050 ±70.71	3400 ±424	0.45
	3	15	1	0.9	310 ±28.28	450 ±35.36	3150 ±70.71	4750 ±304	0.16

Rangos	Condiciones				NH <sub>4</sub> [mg/l]	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> [mg/l]	AT [mg CaCO <sub>3</sub> /l]	AGV's [mg/l]	PBM [m <sup>3</sup> CH <sub>4</sub> /kg SV]	
	#	T	RIS	fLS [v/v]						
Mesofílico	4	15	2	0.3	250 ±10.61	125 ±30.36	1250 ±60.76	200 ±0.00	0.2	
	5	15	1	0.3	323.8 ±15.91	100 ±0.00	1700 ±141.4	150 ±0.00	0.19	
	6	25	2.3	0.6	337.5 ±63.64	200 ±17.67	1550 ±212.13	350 ±70.71	0.18	
	7	25	1.5	0.1	332.5 ±10.61	175 ±65.0	1600 ±0.00	100 ±0.00	0.14	
	8	25	1.5	1	296.3 ±19.45	450 ±25.5	2300 ±141.4	2400 ±0.01	0.4	
	9	25	0.7	0.6	451.3 ±30.05	300 ±12.75	3350 ±212.13	3450 ±212	0.07	
	10	25	1.5	0.6	310 ±17.68	275 ±50.4	1600 ±0.00	250 ±0	0.51	
	11	25	1.5	0.6	313.8 ±19.45	75 ±12.5	2000 ±282.84	250 ±70.71	0.45	
	12	25	1.5	0.6	257.5 ±31.82	275 ±24.8	1450 ±70.71	150 ±60	0.44	
	13	35	1	0.3	301.3 ±30.05	150 ±34.4	1950 ±60.45	300 ±0	0.33	
	14	35	2	0.3	293.8 ±19.45	50 ±0.0	1550 ±212.13	300 ±100	0.3	
	15	35	2	0.9	312.5 ±0.0	100 ±10.3	1500 ±0.00	300 ±0.00	0.6	
	16	35	1	0.9	411.3 ±37.12	275 ±24.6	2850 ±45.71	3050 ±70.5	0.02	
	Termofílico	17	42	1.5	0.6	342.5 ±21.21	175 ±65	1700 ±0.00	300 ±50	0.51

El comportamiento de la producción de metano para cada rango de temperatura es representado en las figuras 6a, 6b y 6c. Se observa que cada una de las mezclas se estabilizan en un periodo tiempo diferente, además, la mezcla 15 alcanza el mayor valor de PBM, lo cual se puede acreditar principalmente a que se encuentra bajo el rango mesofílico de temperatura, considerado como favorable para la DA [68]. Las mezclas 2, 3, 9 y 16 presentan una alta tendencia a la inhibición, debido a que tiene valores de AGV's cercanos a los 5000 mg/l, valor reportado como inhibitorio por Xu *et al.*, [80].

**Figura 6.** PBM de la CODA de las mezclas LS:EB en los rangos psicrófilico (a), mesofílico (b) y termofílico.(c).



Se confirma que el PBM alcanzado por cada una de las mezclas está relacionado con el consumo de materia orgánica, la literatura reporta valores de PBM de 0.48-0.60 m<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub> para el LS [49] y 0.41 m<sup>3</sup> Biogás/kg SV<sub>adicionado</sub> para una mezcla de 65% LS y 35% EB [25].

**Ajuste de Segundo orden para la producción de metano y el contenido de AGV's: optimización múltiple.** Los PBM y la concentración de AGV's, fueron ajustados a las expresiones de segundo orden presentadas en las ecuaciones 9 y 10. Los coeficientes de regresión estimados fueron simplificados teniendo en cuenta la probabilidad significativa de cada coeficiente. Por lo tanto, las expresiones de segundo orden tanto para el PBM y la concentración de AGV fueron:

$$\text{PBM} = -0.553 + 0.437 * \text{RIS} + 0.025 * \text{T} - 0.797 * \text{LS}^2 + 0.671 * \text{LS} * \text{RIS} - 0.254 * \text{RIS}^2$$

(Ec. 9)

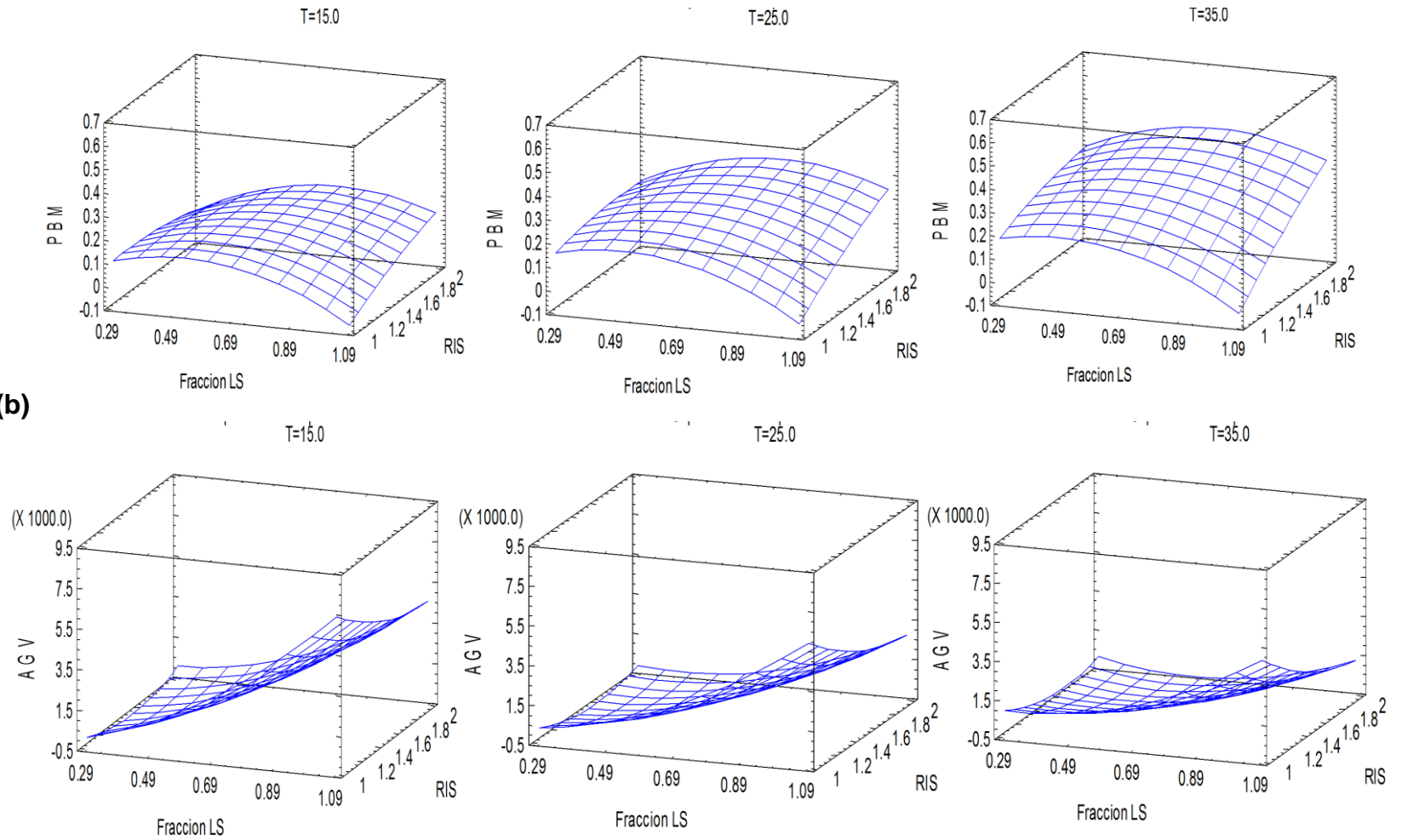
$$\text{AGV} = 2618.12 + 6798.12 * \text{LS} - 6272.49 * \text{RIS} + 48.747 * \text{T} + 6345.22 * \text{LS}^2 - 3458.33 * \text{LS} * \text{RIS} - 210.417 * \text{LS} * \text{T} + 2626.76 * \text{RIS}^2$$

(Ec. 10)

Las expresiones para el PBM y los AGV's explicaron el comportamiento de los datos experimentales en un 92.19% y 95.64% respectivamente, permitiendo obtener las superficies de respuesta mostradas en la figura 7. Adicionalmente, al determinar sus valores críticos fue posible inferir que relaciones inóculo/sustrato entre 1.5 y 2.2, fLS entre 0.6 y 0.9 (v/v) y T entre 20 y 35°C favorecen la obtención de un mayor PBM bajo las condiciones de experimentación evaluadas en este trabajo. El estudio de estas mezclas permite obtener una expresión para predecir el rendimiento de producción de metano de acuerdo con las condiciones de temperatura a las que se quiera realizar un proceso de digestión junto con la disponibilidad de sustrato y co-sustrato con la que se cuente.

Las variables con mayor efecto sobre el PBM son la temperatura, la RIS, y los factores cuadráticos de la fLS y de la RIS, respectivamente. También, se puede observar que las variables con mayor efecto sobre la concentración de AGV's son en orden respectivo, la RIS, la fLS, y la T.

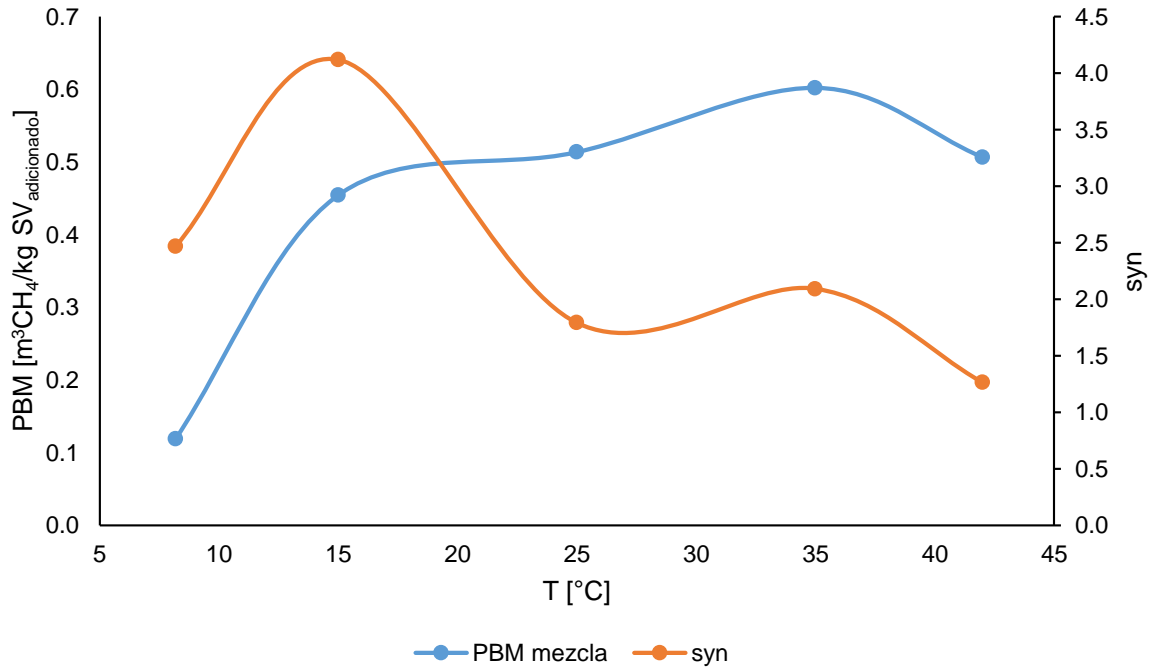
**(a)** Figura 7. Superficies de respuesta isotérmicas (15, 25 y 35 °C) para el PBM (a) y el contenido de AGV's (b) en función de la fracción de lactosuero y la relación inóculo/sustrato



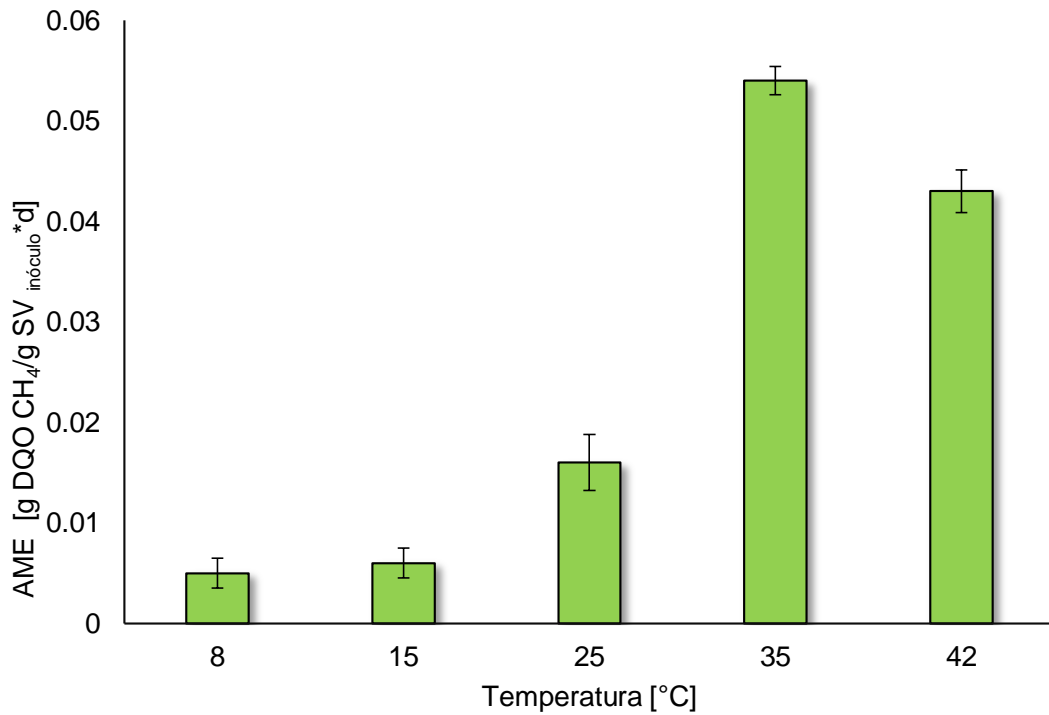
Para encontrar las mejores condiciones de T, RIS y fLS se realizó una optimización de múltiples respuestas, maximizando la producción de PBM y manteniendo las concentraciones más bajas respecto al contenido de AGV's. Lo anterior con el objetivo de obtener el mayor PBM posible, reduciendo los riesgos de inhibición (menor concentración de AGV's al final del proceso de digestión). Considerando lo anterior se obtuvo una mezcla con las condiciones más favorables para la CODA de la mezcla LS: EB. Estas condiciones fueron temperatura de 34.4 °C, RIS de 2.2 y fLS de 0.70 (v/v). La deseabilidad alcanzada bajo estas condiciones fue de 0.98. Con estos valores de operación, se espera obtener un PBM de 0.6 m<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub> con un valor reducido de AGV's de 382.60 mg/L.

**Estudio del comportamiento de la sinergia del proceso de digestión.** En la figura 8 se describe el comportamiento de la sinergia y del potencial de biometanización en función de la temperatura. Respecto al PBM, es posible notar que la T tiene efectos directos y positivos, sin embargo, se ven disminuciones en esta variable al entrar en regímenes termofílicos. Como caso contrario, la sinergia disminuye al incrementar la temperatura. Este comportamiento opuesto entre el PBM y la *syn* muestra que a una mayor temperatura, se requiere una menor sinergia en el proceso para conseguir mejores valores en la producción de biogás, en comparación con procesos de monodigestión. En estos casos se alcanzó aumentos en los rendimientos en más de 64% al comparar la digestión de la mezcla LS:EB con la monodigestión del lactosuero. De acuerdo a lo anterior es posible mencionar que la sinergia contribuye a que el proceso de digestión no se vea afectado por la temperatura, haciendo que la tecnología anaerobia no tenga condiciones de operación limitantes. Por lo cual, al intensificar el proceso con un cosustrato apropiado como lo es el EB, se pueden obtener rendimientos aceptables a bajas temperaturas, haciendo viable la aplicación de esta tecnología incluso en zonas que presenten temperaturas dentro de la psicrofilia.

**Figura 8.** Comportamiento de la sinergia de la codigestión y el PBM a diferentes temperaturas



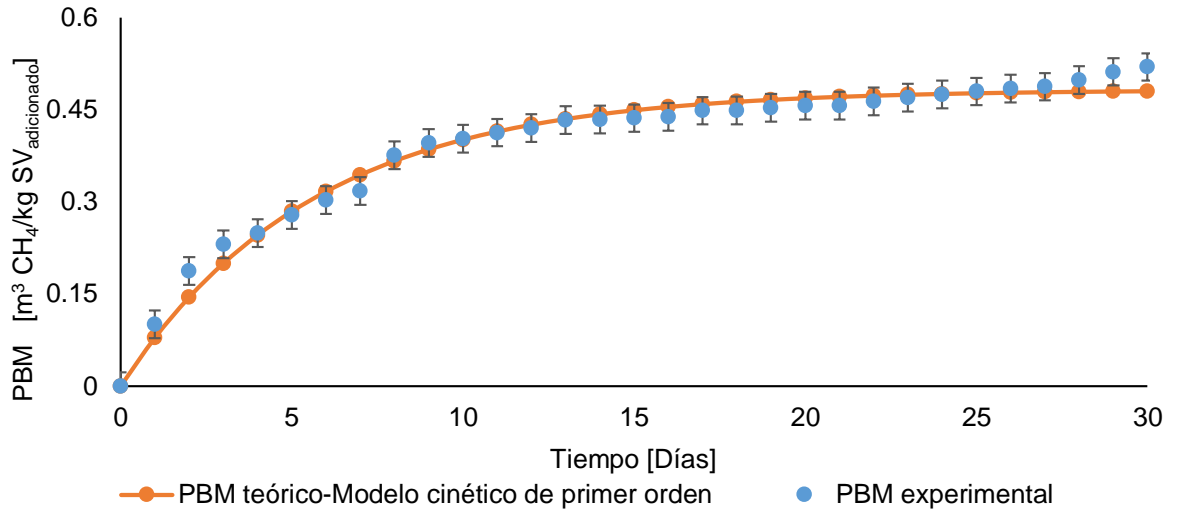
**Figura 9.** Comportamiento de la actividad metanogénica específica del EBE a diferentes temperaturas



Una manera de sustentar la existencia de efectos sinérgicos positivos es observando el comportamiento de la AME a diferentes temperaturas (Figura 9). Como es bien sabido, los microorganismos involucrados en el proceso de digestión presentan una mejor actividad a rangos de temperatura mesofílico. Generalmente, un incremento en la temperatura tiene efectos sinérgicos positivos en el crecimiento de los microorganismos y acelera el proceso de digestión [69]. En este sentido, a bajas temperaturas, la AME es considerablemente baja (0.005 y 0.006 g DQO CH<sub>4</sub>/g SV<sub>inóculo</sub>\*d a 8 y 15 °C respectivamente), por lo cual, la producción de biogás es reducida. Sin embargo, aun con temperaturas desfavorables para los microorganismos, la mezcla LS:EB y la RIS mejoran la sinergia del proceso, obteniéndose mejores rendimientos que para la digestión de los sustratos implicados de manera independiente.

**Validación de PBM de la mezcla más favorable.** La validación del PBM se realizó mediante un ensayo de biodegradabilidad bajo las condiciones más favorables de T (34.4 °C), fLS (0.70 v/v) y RIS (2.2), a partir del cual se obtuvo un PBM de 0.52 m<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/ kg SV<sub>adicionado</sub>. En la figura 10, se puede observar la curva de producción acumulada de metano donde se puede evidenciar una estabilización de la producción a partir del décimo día. La literatura reporta valores de 0.409 m<sup>3</sup> CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub> para una mezcla 65% (v/v) LS 35% (v/v) EB [25], 0.48 m<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub>, para el LS a 37 °C [49] y 0.42 m<sup>3</sup>CH<sub>4</sub>/kg SV<sub>adicionado</sub> en una monodigestión anaeróbica de LS [29]. Asimismo, se puede concluir que el PBM de la CODA de la mezcla LS: EB, bajo condiciones más favorables en el diseño experimental permitió mejoras en el proceso mostrando efectos sinérgicos significativos, sustentados en el aumento de la producción de biogás, respecto a los estudios hechos de digestión anaeróbica de LS reportada por otros autores.

**Figura 10** Producción de metano acumulado para el ensayo con las condiciones más favorable



En la tabla 12 se presentan los valores de ajuste del modelo cinético de primer orden para la producción de metano acumulado. Los valores del factor cuadrático de regresión ( $R^2$ ) de 0.99, el error cuadrático medio (RMSE) con valores inferiores a 0,01 y la diferencia entre el PBM predicho por el modelo y el PBM experimental que fue menor al 7.1%, reafirman un buen ajuste de los datos experimentales al modelo cinético.

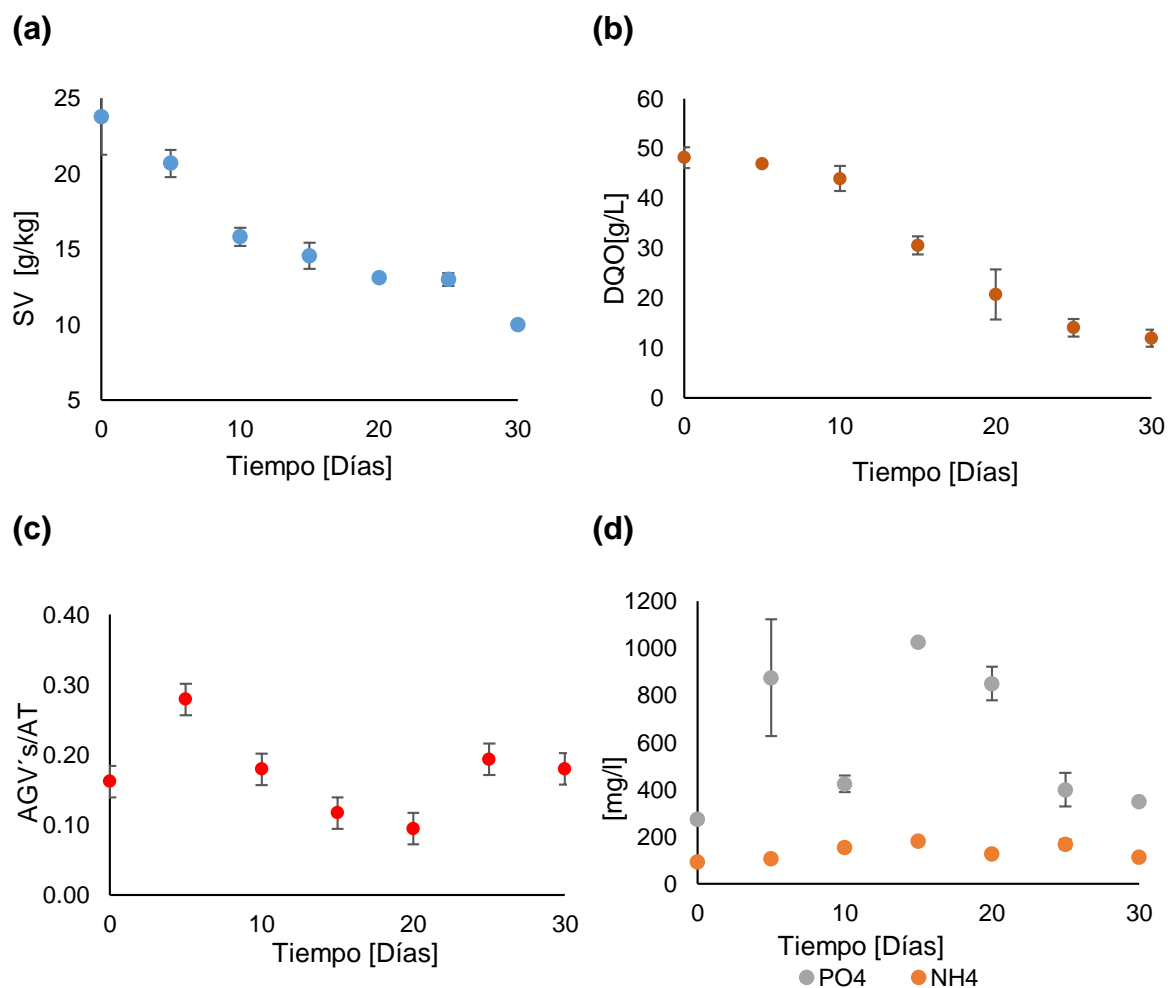
**Tabla 12.** Ajuste del modelo cinético de primer orden

<b>Modelo cinético de primer orden bajo las condiciones más favorables de operación</b>				
$K$ [días <sup>-1</sup> ]	$B_0 = (m^3CH_4/kgSV_{ad})$	Rendimiento entre metano acumulado y experimental %	Factor de correlación $R^2$	RMSE
0.1781	0.4831	7.1	0.98	0.01756

Con el ánimo de observar el comportamiento del proceso de digestión a través del tiempo, bajo las condiciones de T, fLS y RIS más favorables, se realizó un seguimiento en términos de SV, DQO, AGV's/AT (capacidad Buffer),  $NH_4^+$  y  $PO_4^{3-}$

(Figura 11). En las figuras 11a y 11b se puede observar que durante el ensayo de PBM, la mezcla de estudio presentó una degradabilidad progresiva de materia orgánica, alcanzando remociones de 76.02% y 70.82 % en función de SV y DQO, respectivamente. Por otro lado, la figura 11c presenta la relación AGV's/AT, la cual demuestra que no hay riesgo de inhibición, debido a que los valores de capacidad buffer durante el ensayo estuvieron entre 0.1 y 0.4, valores que se encuentran dentro del rango reportado por la literatura para procesos de digestión [70]. Esto se puede ver sustentado en que los valores de AGV's se mantuvieron entre 300 y 420 mg/L, cercanos a los predichos por la optimización múltiple (382.60 mg/L) y muy por debajo del rango límite (<4500 mg/L), lo cual se traduce en un consumo adecuado de materia orgánica soluble representado en el contenido de AGV's [71]. Por otra parte, en la figura 11d, se evidencia un comportamiento oscilatorio del  $\text{PO}_4^{3-}$  durante la primera semana de medición seguido de una disminución, llegando hasta los 350 mg/L. Esta tendencia es similar a la reportada por Lansing *et al.*, [66] para un digestor familiar. Lo anterior podría indicar que el comportamiento del fosfato durante el proceso de bioconversión puede ser afectado por la eficiencia y las condiciones de operación, disminuyendo a medida en que decrece el contenido de AGV's. En cuanto al amonio, es posible mencionar que es un indicador adicional de la estabilidad de la CODA y del buen funcionamiento del proceso. En ese caso, concentraciones inferiores a 200 mg  $\text{NH}_4^+$ /L son beneficiosas para microorganismos anaeróbicos, aumentando el pH y mejorando el porcentaje de metano ( $\text{CH}_4$ ). No obstante, por encima de 1500 mg de  $\text{NH}_4^+$ /L, se puede inhibir la actividad de los microorganismos metanogénicas [65]. Durante este estudio, se puede afirmar que su contenido permaneció entre  $94.5 \pm 5$  y  $169.4 \pm 6$   $\text{NH}_4$  mg/L. Estos valores son comparables con los de Castro, *et al.*, [42], quienes reportaron valores de fosfato y amonio entre  $128 \pm 14$  mg/L y  $96 \pm 6$  mg/L respectivamente, para el proceso de DA de EB.

**Figura 11.** Comportamiento de los SV (a), DQO (b), capacidad buffer (AGV's/AT; c) y contenido de nutrientes ( $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{NH}_4^+$ ; d) para el proceso de DA del LS bajo las condiciones más favorables



Considerando los resultados obtenidos en esta sección, se puede afirmar que la aplicación de la DA para la estabilización del LS permite su valorización energética a diferentes rangos de temperatura, donde la utilización del EB como cosustrato aumenta la sinergia de la digestión mejorando rendimientos incluso a bajas temperaturas. De acuerdo a lo mencionado en el capítulo I, vale la pena recordar que la co-digestión anaeróbica de la mezcla LS:EB debería ser implementada en las granjas lecheras, donde los pequeños productores pueden aprovechar directamente el biogás y los nutrientes generados, intensificando la utilización de recursos dentro de las fincas.

### 2.3. CONCLUSIONES

Los máximos rendimientos de metano, para la co-digestión de lactosuero y estiércol bovino, en los rangos psicrófilico, mesófilico y termófilicos son de 0.45, 0.6 y 0.51  $\text{m}^3\text{CH}_4/\text{kg SV}_{\text{adicionado}}$  respectivamente. Por consiguiente, se puede garantizar que la co-digestión anaeróbica de la mezcla lactosuero y estiércol bovino puede realizarse en diferentes condiciones climáticas de Colombia.

Las condiciones más favorables de temperatura, fracción de lactosuero y relación inóculo/sustrato para el proceso de codigestión anaeróbica del lactosuero son 37°C, 0.7 y 2.2 respectivamente. Estas condiciones permiten maximizar el potencial de biometanización reduciendo los problemas de inhibición por acumulación de ácidos grasos volátiles alcanzando valores reducidos entre 300 y 420 mg Ac Acético/L

El PBM y la sinergia del proceso de digestión se ven influenciados por la temperatura, la relación inóculo/sustrato y la fracción de lactosuero empleadas, donde la sinergia de los cosustratos es mayor en las condiciones de T menos favorables, aumentando los rendimientos del proceso, respecto a las monodigestiones tanto del LS como del EB.

## 2.4. SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD

**Trabajo fin de carrera:** Rondón, Z., Sanabria, K. (2017). Co-digestión Anaeróbica del Lactosuero y Estiércol Bovino: Una Alternativa de Gestión de Residuo Para el Sector Lácteo en Colombia. Universidad Industrial de Santander.

**Artículo publicado:** Escalante-Hernández, H., Castro-Molano, L., Besson, V., & Jaimes-Estévez, J. (2017). Feasibility of the anaerobic digestion of cheese whey in a Plug Flow Reactor (PFR) under local conditions. *Ingeniería. Investigación y Tecnología*, 18(3).

INGENIERÍA INVESTIGACIÓN Y TECNOLOGÍA  
volumen XVIII (número 3), julio-septiembre 2017 265-277  
ISSN 1405-7743 FI-UNAM artículo arbitrado  
INFORMACIÓN DEL ARTÍCULO: RECIBIDO: JUNIO DE 2016, ACEPTADO: ENERO DE 2017  
Attribution-NonCommercial-NoDerivatives 4.0 International (CC BY-NC-ND 4.0) license



### Feasibility of the anaerobic digestion of cheese whey in a Plug Flow Reactor (PFR) under local conditions

*Factibilidad del proceso de la digestión anaerobia del lactosuero en un Reactor de Flujo Pistón (PFR)*

Escalante-Hernández Humberto  
*Universidad Industrial de Santander, Colombia*  
*Escuela de Ingeniería Química*  
*E-mail: escala@uis.edu.co*

Castro-Molano Liliana  
*Universidad Industrial de Santander, Colombia*  
*Escuela de Ingeniería Química*  
*E-mail: licasmol@uis.edu.co*

Besson Veronique  
*Universidad Industrial de Santander, Colombia*  
*Escuela de Ingeniería Química*  
*E-mail: veronique.besson@live.fr*

Jaimes-Estévez Jaime  
*Universidad Industrial de Santander, Colombia*  
*Escuela de Ingeniería Química*  
*E-mail: jaime.jaimes@correo.uis.edu.co*

#### Abstract

The aim of this study was to analyze the behavior and the stabilization of *Cheese Whey* (CW) anaerobic digestion in a plug flow reactor by means of the effluent recirculation use and the implementation of the *Anaerobic Co-Digestion* (ACOD) system with *Fresh Dairy Manure* (FDM). These alternatives were proposed to avoid the potential acidification. For the monodigestion, it was proved that the system cannot support high OLR. The ACOD of CW with FDM presented a benefic alternative because it implemented a balanced medium due to each substrate contribution. The efficiency stability of the process was guaranteed by the buffer capacity, which was kept around 0.4. The ACOD process allowed maintaining process stabilization, and the biogas production surged when recirculation began. The best performance of the system was reached with 2g VS/L\*day with recirculation, obtaining a biogas production of 469.2 L/kg\*day and a degradation of the 81% in volatile solid basis from the input organic matter.

**Keywords:** Anaerobic co digestion, biogas, plug flow reactor, cheese whey, recirculation.

### 3. CAPÍTULO III: CODIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO EN UN PROCESO SEMICONTINUO

El diseño del reactor tiene gran influencia en la estabilidad de la DA del LS. Generalmente son usados reactores tipo CSTR y UASB, los cuales presentan problemas de rápida acidificación y sedimentación de lodos en el fondo del reactor y altos requerimientos energéticos. En este sentido, el uso de los biodigestores tubulares de bajo costo (BDG) se considera una tecnología factible para el proceso de la DA, puesto que se caracterizan por ser económicos, tener fácil implementación y manejo [63].

Como resultado de la CODA en un biodigestor se obtiene biogás y digerido. El biogás, es una mezcla de metano ( $\text{CH}_4$ ) entre 40 y 70 %, dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) entre 30 y 60%, ácido sulfhídrico ( $\text{H}_2\text{S}$ ) de 0.1% a 1% y nitrógeno (N) entre 0.5% y 3% [72]. 1  $\text{m}^3$  de biogás producido en un BDG (70%  $\text{CH}_4$  y 30%  $\text{CO}_2$ ) es equivalente a 6.8 kWh de electricidad, 0.6  $\text{m}^3$  de gas natural, 0.8 litros de gasolina, 0.3 kg de carbón, 1.3 litros de alcohol combustible o 1.5 kg de madera [73]. En relación con lo anterior, el biogás es considerado como una fuente limpia, eficiente y renovable, generando la posibilidad de reducir otras fuentes de energía como la leña, estiércol seco, etc y siendo una solución al 5% y 88.1% de la población rural que no goza del servicio de energía eléctrica y gas natural, respectivamente [74], esto debido al difícil acceso y posibles riesgos geográficos, haciendo inviable su instalación [42]. Por lo tanto, se genera la necesidad de nuevas alternativas de abastecimiento de energía a lo largo del territorio colombiano.

La CODA tiene triple beneficio: a) se produce un biogás como fuente de energía renovable; b) reduce los problemas de contaminación causados por el estiércol y c) produce un digerido (fertilizante orgánico) que permite el reciclaje de nutrientes. De acuerdo a lo anterior, la DA y la CODA se han posicionado como un proceso de producción de energía renovable en zonas rurales no interconectadas. A demás, los biodigestores presentan beneficios técnicos, económicos y ambientales, por lo cual

se han convertido en una solución para suplir las necesidades energéticas de las zonas no interconectadas, además de estabilizar la materia orgánica de los residuos generados. En los procesos semi-continuos de digestión y co-digestión anaeróbica, se hace necesario el estudio de diferentes variables: temperatura (T), relación sustrato-cosustrato, carga orgánica (OLR por sus siglas en inglés) y el tiempo de retención hidráulico (TRH); que intervienen de manera significativa en la estabilización del residuo, en la producción de biogás y la concentración de nutrientes en el digerido.

**OLR:** Representa la cantidad de materia orgánica alimentada en el digestor por día. Suele expresarse en términos de kg SV/m<sup>3</sup> día o kg DQO/m<sup>3</sup> día. Se ha comprobado que aumentando la OLR, la producción de biogás también aumenta. Sin embargo, el equilibrio y la productividad del proceso de DA puede ser desestabilizado. En este sentido, el suministrar una alta carga orgánica puede alterar la estabilidad del proceso. Esto se puede ver reflejado en la acumulación de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> y de AGV's lo que puede conllevar a una acidificación del medio. Tratando de la DA del LS, se han estudiado cargas orgánicas bajas debido al importante riesgo de acidificación del medio. La literatura reporta cargas orgánicas entre 0.6 y 2.1 kg SV/m<sup>3</sup> día [19].

**TRH:** es el tiempo que se requiere para cumplir la degradación total de la materia orgánica. Este parámetro depende de la temperatura del proceso, la OLR y sobre todo de la composición del sustrato. De manera general, se necesitan 15-20 días para tratar residuos en condiciones mesófilas. Al variar el TRH se podrían generar cambios significativos en el sistema. Por ejemplo, una disminución en el TRH se pueden traducir en ineficiencia del proceso (baja remoción de materia orgánica) y disminución en la producción de biogás. Vale la pena resaltar que el TRH y la OLR mejoran la eficiencia microbiana incrementando los rendimientos de conversión de la materia orgánica. Tiempos de retención adecuados corrigen la estabilidad del proceso impidiendo la fácil acidificación del sistema [21]. Con una ORL apropiada, es posible aumentar la producción de biogás y por ende el contenido de metano. A su vez los TRH y las OLR favorables pueden llevar a una mejor disposición de

fósforo y nitrógeno en el digerido [75]. El conocimiento de cómo influyen estas variables en un biodigestor es de gran importancia para el buen funcionamiento del mismo. Se estima que en Colombia hay más de 120 digestores de bajo costo, los cuales en su mayoría son utilizados para la monodigestión de estiércol bovino y porcino [63]. Sin embargo, esto representa ausencia en el estudio del proceso de CODA del LS en reactores tubulares haciendo que la sostenibilidad de la tecnología sea inviable debido al poco conocimiento del proceso.

De acuerdo con lo anterior, el objetivo de este capítulo fue desarrollar un proceso de codigestión anaeróbica del lactosuero con estiércol bovino en un reactor tubular, para estudiar su estabilidad, representada en la acidez y la actividad metanogénica.

### **3.1. METODOLOGÍA**

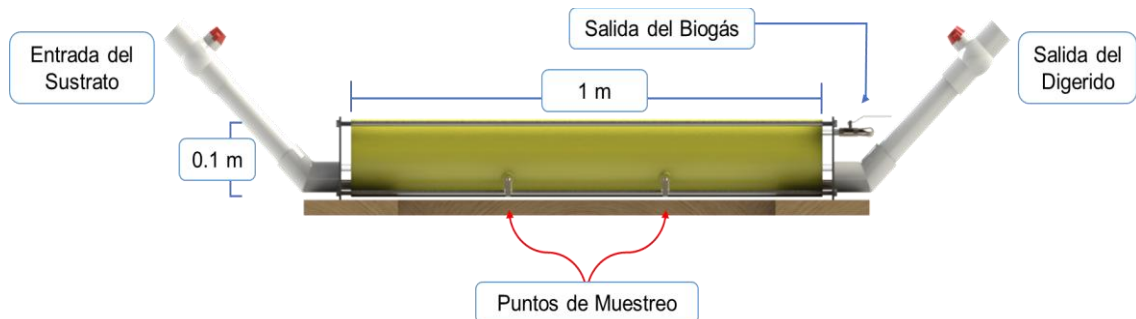
En este capítulo, la metodología fue planteada para la evaluación de la codigestión en un proceso semi-continuo de la mezcla lactosuero/Estiércol bovino considerada como favorable en el capítulo anterior. Esta metodología se desarrolló en dos etapas: En la primera etapa se realizó el estudio de la estabilidad de la CODA representada en la acidez y la actividad metanogénica, bajo tres diferentes cargas orgánicas. En la segunda etapa se modeló el proceso de digestión en operación semi-continua, teniendo en cuenta el comportamiento de la producción de biogás, representada en la eficiencia del proceso ( $\eta_{reactor}$ ), función de la concentración de ácidos grasos volátiles.

#### **3.1.1. Monitoreo del reactor tubular en estado discontinuo y semi-continuo.**

El proceso de CODA de la mezcla LS: EB se llevó a cabo en tres reactores tubulares de cloruro de polivinilo a una temperatura de  $25^{\circ}\text{C} \pm 4$  (temperatura promedio de Bucaramanga, Colombia). Cada reactor cuenta con una relación longitud/diámetro de 9, considerada como favorable (Martí-Herrero 2012). Las dimensiones de los

reactores fueron: longitud de 1 m, diámetro de 0.11 m, volumen total de 9 L y volumen de operación de 4.3 L. De igual forma, cada equipo tiene una entrada de sustrato, dos puntos de muestreo intermedios, una salida para el digerido y una válvula para la medición del biogás (Figura 12).

**Figura 12.** Montaje de un reactor tubular para la CODA de lactosuero.



**3.1.2. Proceso de adaptación del inóculo al proceso de CODA.** Con el fin de adaptar el inóculo al sustrato a alimentar, se realizó una etapa de acondicionamiento en operación discontinua. Esta etapa tuvo una duración de 30 días utilizando la RIS (2.2) y la fLS (0.7) determinados en el capítulo anterior. Durante los primeros 20 días se realizaron cargas de  $0.5 \text{ kg SV}_{\text{sustratos}}/\text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{día}$ , hasta llegar a la RIS deseada (Tabla 13).

**Tabla 13.** Condiciones de la fase de adaptación

Reactor	Carga Orgánica [kg DQO/ m <sup>3</sup> *d]	RIS	Tiempo de duración y monitoreo [d]
R1			
R2	0.5	2.2	30
R3			

Para monitorear la estabilidad del reactor, durante un mes y cada 5 días se tomaron 60 mL de muestra para determinar: AGV's, AT y pH. La producción de biogás fue cuantificada determinado el volumen del gas generado mediante el desplazamiento de una solución saturada de cloruro de sodio [37]. Esta etapa de adaptación fue la misma para los tres reactores.

**3.1.3. Proceso de CODA en Semi-continuo.** Una vez el inóculo fue adaptado al sustrato a alimentar, se dio inicio a la operación de los reactores con una alimentación semi-continua. Las condiciones de operación con alimentación semi-continua se presentan en la tabla 14.

**Tabla 14.** Operación con alimentación semi-continua

Reactor	OLR [kg DQO <sub>sustratos</sub> / m <sup>3</sup> <sub>digestor</sub> *d]	materia orgánica a cargar [g DQO/d]	volumen de alimentación [mL/d]	Tiempo de operación y monitoreo [d]
R1	0.5	2.15	35	
R2	1.0	4.27	65	50
R3	1.5	6.47	100	

Cada reactor fue cargado dos veces por día con velocidades de carga orgánica de 0.5, 1 y 1.5 kg DQO<sub>sustratos</sub>/ m<sup>3</sup><sub>digestor</sub>\*día (R1, R2 y R3 respectivamente). El alimento en este caso fue una mezcla de LS:EB con la fracción de LS (0.7) definida en el capítulo anterior.

**Estudio del comportamiento de la estabilidad del proceso en función la acidez y la actividad metanogénica.** Con el fin de estudiar la estabilidad del proceso de DA a diferentes cargas orgánicas (0.5, 1 y 1.5 kg DQO<sub>sustratos</sub>/ m<sup>3</sup><sub>digestor</sub>\*d), se monitoreó la acidez y la actividad metanogénica específica, a lo largo de cada uno de los reactores. Cada 7 días se tomaron alícuotas de 10 ml de muestra de los puntos de muestreo y de las salidas. Lo anterior con la finalidad de cuantificar los AGV's, y el pH. Así mismo, una vez por semana se determinó la AME de cada punto de muestreo siguiendo la metodología descrita por Astals *et al.*, [62]. Este monitoreo también se realizó durante cinco semanas, como se indica en la tabla 14 (50 días).

**Análisis fisicoquímicos.** Los AGV's se determinaron por titulación de acuerdo con el protocolo propuesto por Purser et al., (2014). La materia orgánica se determinó mediante la cuantificación de la DQO, y los SV (métodos SM 5220D y SM 2450E, respectivamente; APHA, 2005).

**3.1.4. Modelamiento del proceso de digestión en operación semicontinua.** Con el fin de modelar en forma matemática el comportamiento de la eficiencia del reactor ( $\eta_{reactor}$ ) se realizó un análisis de regresión en función del contenido de ácidos grasos volátiles. La dinámica de la eficiencia del reactor para cada reactor (R1, R2 y R3) se describió usando el modelo de segundo orden (ecuación 11):

$$y = \beta_0 + \beta_1x + \beta_2x^2 \quad \text{Ecuación 11}$$

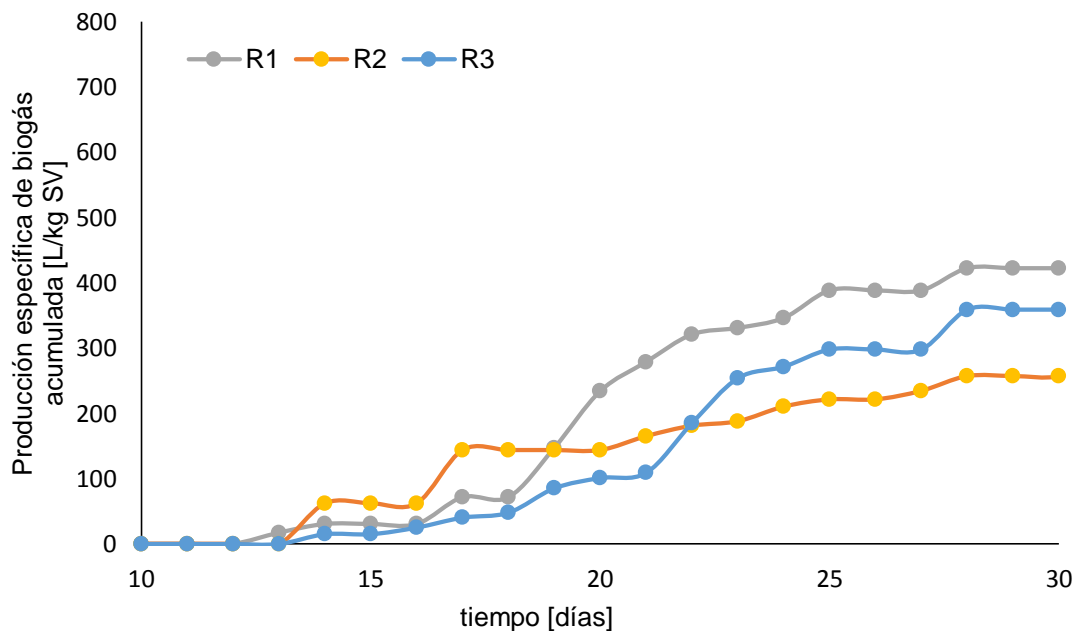
Donde  $\beta_0$ ,  $\beta_1$  y  $\beta_2$  son los coeficientes de correlación del polinomio,  $y$  correspondió a la variable dependiente del modelo ( $\eta_{reactor}$ ) y  $x$  hace referencia a la concentración de AGV (mg/L). Los coeficientes del modelo fueron calculados y analizados estadísticamente mediante análisis de varianza (ANOVA), empleando el *software Statgraphics Centurion XV* (Versión 15.2.05). Los puntos máximos del modelo se determinaron por aproximaciones con la primera derivada. Mientras que la intercepciones en los modelos se calcularon aplicando el método algebraico de igualación de ecuaciones.

## 3.2. RESULTADOS

### 3.2.1. Etapa de adaptación del inóculo al proceso de CODA del lactosuero.

Durante la etapa de adaptación del inóculo al sustrato, la producción de biogás específica promedio fue de  $366.45 \pm 55$  L biogás/kg SV<sub>adicionado</sub>. En la figura 13 se pueden ver las curvas de producción específica de metano para cada uno de los reactores. En todos los casos la producción de biogás inició después del día diez y se alcanzó una estabilidad en el día 27.

**Figura 13.** Curvas de producción específica de biogás para cada uno de los reactores en la etapa de adaptación



Estos resultados son comparables con otros estudios, los cuales han realizado co-digestión de lactosuero con estiércol bovino en reactores UASB y CSTR a temperatura de 35°C. Los rendimientos alcanzados en estos casos fueron entre 245.45 y 834.7 L biogás /kg SV [19]. Con respecto a la acidez (pH y concentración de AGV) y la capacidad buffer (AGV/AT) es importante mencionar que estos son criterios importantes para probar el éxito de la aclimatación medio. A lo largo de esta

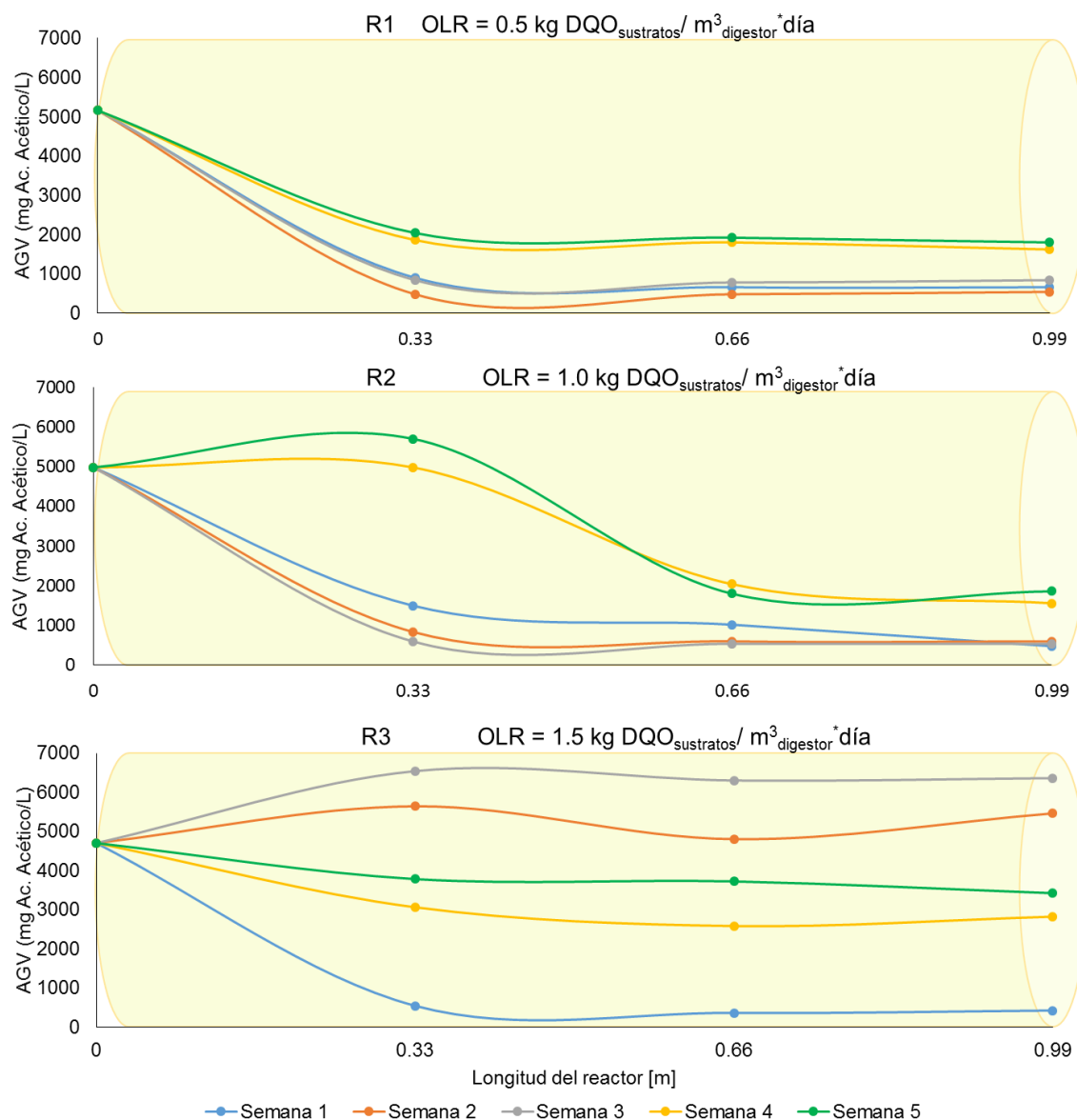
etapa, el pH de los reactores se mantuvo entre  $7.48 \pm 0.29$ , lo cual es considerado como adecuado para un proceso anaeróbico [76]. De igual forma, la concentración de AGV al final de la fase de adaptación se mantuvo en  $505.55 \pm 65.8$  mg/L, valores muy por debajo los límites de inhibición para un proceso de digestión en batch ( $>4500$  mg/L; [71]). Los valores de AGV permiten conocer la capacidad buffer del proceso en esta etapa, la cual fue en promedio de  $0.47 \pm 0.1$  mg Ac acético/mg  $\text{CaCO}_3$ , valores que indican que no hay riesgos de acidificación [25].

### **3.2.2. Proceso de CODA en Semi-continuo.**

**Variación del contenido de los ácidos grasos volátiles en la dirección axial del reactor a diferentes cargas.** Una vez por semana y durante cinco semanas se estudió el comportamiento del contenido de AGV en los puntos intermedios y en las salidas de cada reactor. En la Figura 14 se presentan gráficas de variación de AGV contra longitud donde el punto inicial de cada gráfica es el contenido de AGV del alimento.

El consumo de AGV's en el proceso de digestión anaeróbica es un factor importante porque representa la degradación de la materia orgánica de fácil degradación disponible para los microorganismos. En el caso del reactor R1, el consumo de AGV's comenzó una vez iniciando el proceso en semi-continuo. En este caso, el contenido de AGV's se mantuvo por debajo de los 2000 mg/L durante las cinco semanas de estudio.

**Figura 14.** Variación de la concentración de ácidos grasos volátiles en dirección axial para cada reactor con su respectiva carga



Al hablar de procesos de digestión en estado semi-continuo, es posible mencionar que con una concentración de ácidos grasos por debajo de los 2000 mg/L no hay inhibición. Esta afirmación se puede corroborar con el valor de pH para cada uno de los puntos durante el tiempo de monitoreo que fue de  $7.49 \pm 0.24$ .

En la Figura 14, el contenido de ácidos grasos para el reactor R2 ( $OLR = 1.0 \text{ kg DQO}_{\text{sustratos}} / \text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{día}$ ) muestra un comportamiento muy particular. Durante las primeras tres semanas, la concentración se mantuvo estable ( $< 2000 \text{ mg/L}$ ). A medida en que transcurre el tiempo, se evidencia un aumento en la concentración en la longitud de 0.33 m. En este sentido, se puede inferir, que el diseño del reactor permite una separación de fases; en la primera parte del reactor ocurre la hidrólisis de macromoléculas (carbohidratos, lípidos y proteínas) y la acidogénesis de la materia orgánica (fase de formación de ácidos) y en la segunda fase se exhibe la acetogénesis y la metanogénesis (fase de consumo de ácidos). Esta separación también se evidenció en otros estudios como en los de Liu & Ghosh [77] y Escalante *et al.*, [25], quienes estudiaron el proceso de digestión reactores tubulares de lodos de planta de tratamiento de aguas residuales y de lactosuero, respectivamente.

Considerando lo anterior, es válido relacionar la separación de fases con un mejoramiento considerable del proceso [78]. En efecto, las bacterias acidogénicas y las archaeas metanogénicas no necesitan las mismas condiciones. Separando las fases, se garantiza un mejor crecimiento y por lo tanto, una actividad más favorable de estos microorganismos [22]. Analizando los resultados con base a lo obtenido para el reactor R3 ( $OLR = 1.5 \text{ kg DQO}_{\text{sustratos}} / \text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{día}$ ), se puede observar que a partir de la segunda semana se presentó un aumento significativo en la acidez representada en la acumulación de AGV's. Se puede mencionar que esta acumulación provocó una inhibición del crecimiento de las arqueas metanogénicas que deberían consumir estos ácidos. La inhibición se puede explicar por el hecho que la velocidad de crecimiento de las bacterias acidogénicas es mucho más alta que la de las arqueas metanogénicas [25, 79]. Para este caso, concentraciones cercanas a los  $4000 \text{ mg/L}$  que se pueden interpretar como la inhibición del proceso [80].

El análisis anterior puede ser corroborado por el comportamiento de la producción de biogás para cada uno de los reactores a diferentes cargas orgánicas (Figura 15).

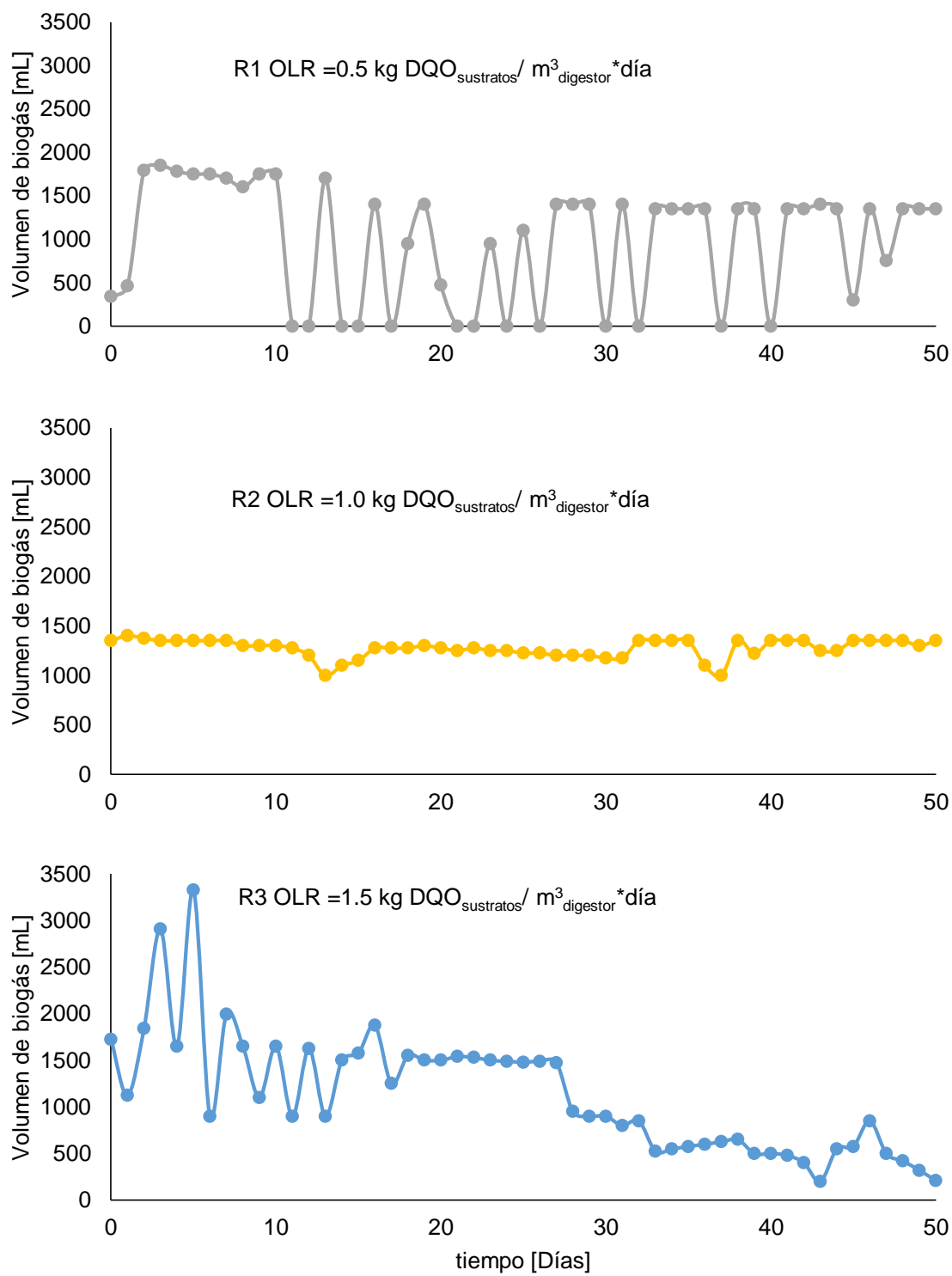
Las mediciones de biogás se realizaron diariamente durante cincuenta días de operación semi-continua. Para el reactor con la menor carga orgánica se presenta una producción de biogás intermitente. Esto puede ser acreditado al contenido reducido de AGV's de la carga de 0.5 kg DQO/ m<sup>3</sup><sub>digestor</sub>\*d. Al ser una carga considerablemente baja, debía existir una acumulación de gas para poder superar la presión de la columna de solución salina y así permitir la medición. En promedio, la producción de biogás para este reactor fue de 982.25 ± 675.45 mL biogás/d. Por su parte, el reactor R2 tuvo una producción promedio de 1274.4 ± 91.36 mL biogás/d. La desviación en este caso es baja y como se ve en la figura 15, la producción de biogás fue constante, comprobando el buen funcionamiento del proceso. Al estudiar una carga más alta (R3), la producción de biogás fue mayor en los primero cinco días de medición. Sin embargo, a lo largo del tiempo, la generación de gas fue disminuyendo notoriamente hasta alcanzar valores por debajo de los 300 mL biogás/d.

Teniendo en cuenta la producción de biogás de cada digestor y el contenido de materia orgánica alimentado diariamente se puede calcular la eficiencia tanto de cada reactor ( $\eta_{reactor}$ ; m<sup>3</sup>biogás/m<sup>3</sup>digestor\*d), como del proceso ( $\eta_{proceso}$ ; m<sup>3</sup>biogás/kg DQO) (Martí-Herrero *et al.*, 2015). Las eficiencias alcanzadas en este estudio para cada digestor son presentadas en la tabla 15.

**Tabla 15.** Eficiencias del reactor y del proceso de digestión para cada una de las cargas

Reactor	OLR [kg DQO <sub>sustratos</sub> / m <sup>3</sup> <sub>digestor</sub> *d]	Eficiencia del reactor [m <sup>3</sup> <sub>biogás</sub> /m <sup>3</sup> <sub>digestor</sub> *d]			Eficiencia del proceso [m <sup>3</sup> <sub>biogás</sub> /kg DQO]		
R1	0.5	0.11	±	0.08	0.46	±	0.31
R2	1	0.14	±	0.01	0.30	±	0.02
R3	1.5	0.13	±	0.07	0.17	±	0.10

**Figura 15.** Producción diaria de biogás para cada una de las cargas estudiadas



Estos resultados son comparables con otros estudios como los realizados por Castro *et al.*, (2017) donde se obtuvieron eficiencias de  $0.13 \text{ m}^3_{\text{biogás}}/\text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{d}$  y  $0.16 \text{ m}^3_{\text{biogás}}/\text{kg DQO}$  para el reactor y el proceso respectivamente, en un biodigestor para la gestión de EB a escala real. De igual forma, Garfi *et al.*, [63] obtuvieron eficiencias de  $0.11 \text{ m}^3_{\text{biogás}}/\text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{d}$  y  $0.32 \text{ m}^3_{\text{biogás}}/\text{kg SV}$  utilizando como sustrato EB. En comparación, las eficiencias reportadas por Garfi *et al.*, [63] pueden ser por el tipo de sustrato y por la carga utilizada ( $\text{OLR} = 0.34 \text{ kg SV}/\text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{d}$ ).

En resumen, estudios previos indican que la eficiencia de los reactores tubulares pueden oscilar alrededor de los  $0.13 \text{ m}^3_{\text{biogás}}/\text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{d}$ , donde los valores obtenidos en este estudio son similares. Hablando de una manera independiente acerca de la eficiencia del proceso, es evidente que el reactor con menor producción de biogás por kg de DQO adicionado es R3, lo cual confirma que con esta carga, existe una posible inhibición del proceso, reduciendo notoriamente la eficiencia del mismo. Como caso contrario se tiene R1, el cual presentó la mayor eficiencia de producción de biogás. Esto puede ser sustentado en el hecho que, a una menor carga, existe un mejor tiempo de retención hidráulico que permite mejorar el contacto del inoculo con los sustratos, aumentando el consumo de materia orgánica, presentándose una producción considerable de biogás [63]. Sin embargo, para el caso de R1 hay que tener en cuenta la dispersión presentada, la cual se acredita a la producción intermitente de biogás durante el proceso. Si se compara el comportamiento de la eficiencia de los tres reactores, R2 presentó la menor variabilidad sustentando el buen desarrollo del proceso bajo esta carga ( $1.0 \text{ kg DQO}_{\text{sustratos}}/\text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{d}$ ).

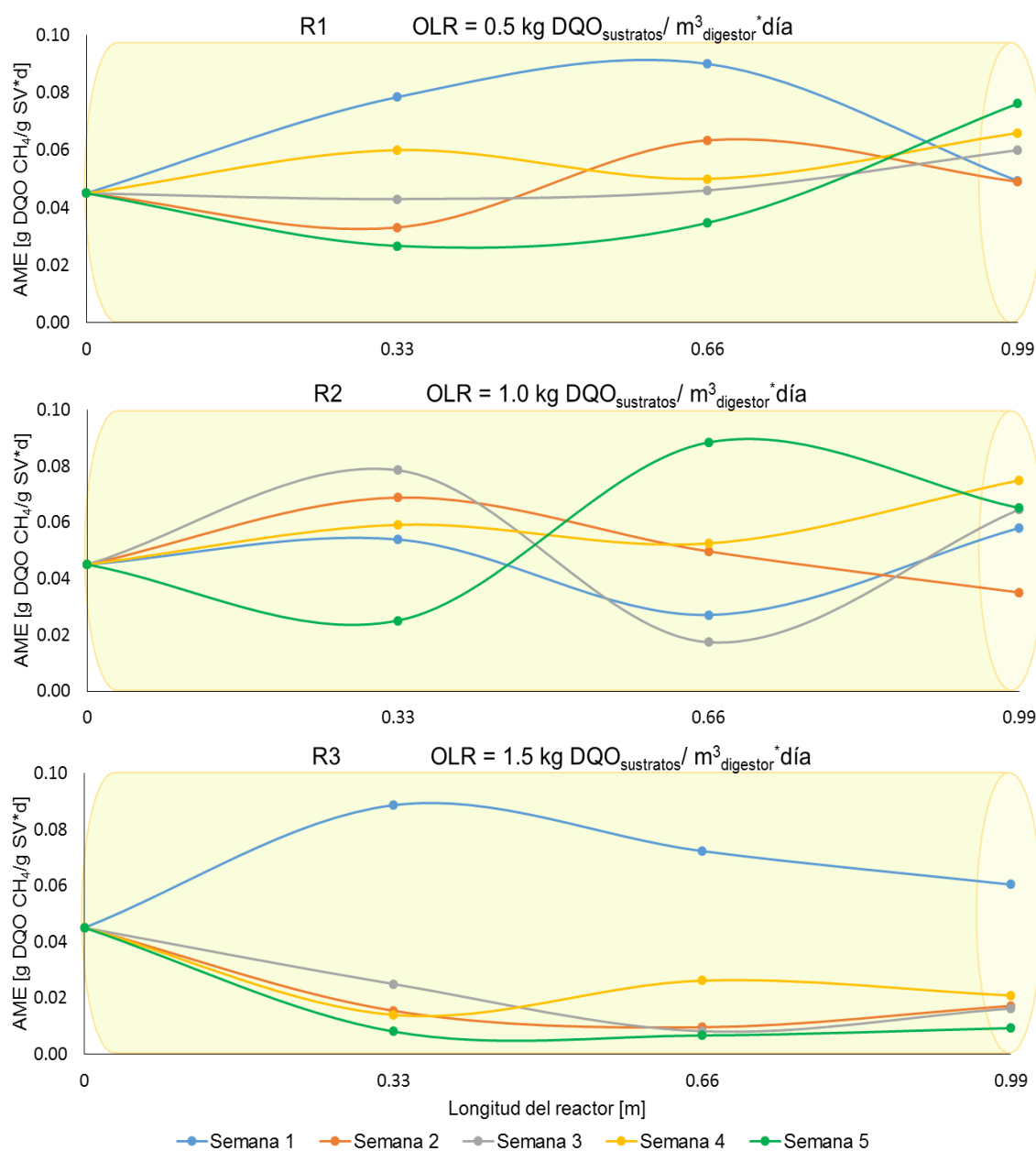
**Variación de la actividad metanogénica en la dirección axial del reactor a diferentes cargas.** Desde un punto de vista microbiológico se evaluó la actividad

metanogénica a lo largo de cada digestor (Figura 16). Lo anterior con el fin de evidenciar como afecta la carga orgánica al proceso y determinar la capacidad de las arqueas metanogénicas para producir metano. Las mediciones del AME se realizaron en los puntos de muestreo intermedios y en la salida del reactor.

El valor inicial del AME (longitud=0) para cada carga orgánica fue la actividad con que inició la digestión en estado semi-continuo (0.045 g DQO CH<sub>4</sub>/g SV\*d). En el caso de los reactores R1 y R2, la AME permaneció entre el rango de 0.02 y 0.09 g DQO CH<sub>4</sub>/g SV\*d. Lo anterior hace inferir que las arqueas metanogénicas contenidas en el inóculo (EB estabilizado) se adaptaron al sustrato y al proceso de una manera satisfactoria [42]. En el caso particular de R2, se puede diferenciar más fácilmente la separación de fases respecto a la AME, lo cual es un indicador de que una OLR de 1.0 kg DQO/ m<sup>3</sup><sub>digestor</sub>\*d es la adecuada para el proceso.

Como caso contrario, se tiene al digestor R3, que excluyendo la primer semana de operación, a lo largo del tiempo de estudio, su AME estuvo por debajo de los 0.02 g DQO CH<sub>4</sub>/g SV\*d, valores mínimos considerados adecuados para un proceso de DA utilizando como inóculo EB [62]. Como contraste de las actividades metanogénicas obtenidas en el presente estudio, Quintero *et al.*, [81] y Alzate-Moncada & Quintero [36] utilizaron un EB aclimatado a 37 °C y alcanzaron actividades entre 0.03 y 0.15 g DQO CH<sub>4</sub>/g SV\*d. En estos estudios, se utilizó como reactor un digestor tipo CSTR.

**Figura 16.** Comportamiento de la actividad metanogénica específica de la DA del LS a lo largo del reactor para tres diferentes cargas (R1, R2, R3)



Finalmente vale la pena mencionar que esta investigación permite demostrar que con un digestor tubular a condiciones bajas del régimen mesofílico ( $T_{operación} = 25^{\circ}\text{C} \pm 4$ ) y cargas adecuadas ( $0.5 - 1 \text{ kg DQO}/ \text{m}^3_{\text{digestor}} \cdot \text{d}$ ), el estiércol bovino previamente adaptado a una mezcla LS:EB (70:30) es un inóculo adecuado para

sustratos ácidos, gracias a su capacidad de promover la producción de biometano y su alta disponibilidad dentro del sector lechero.

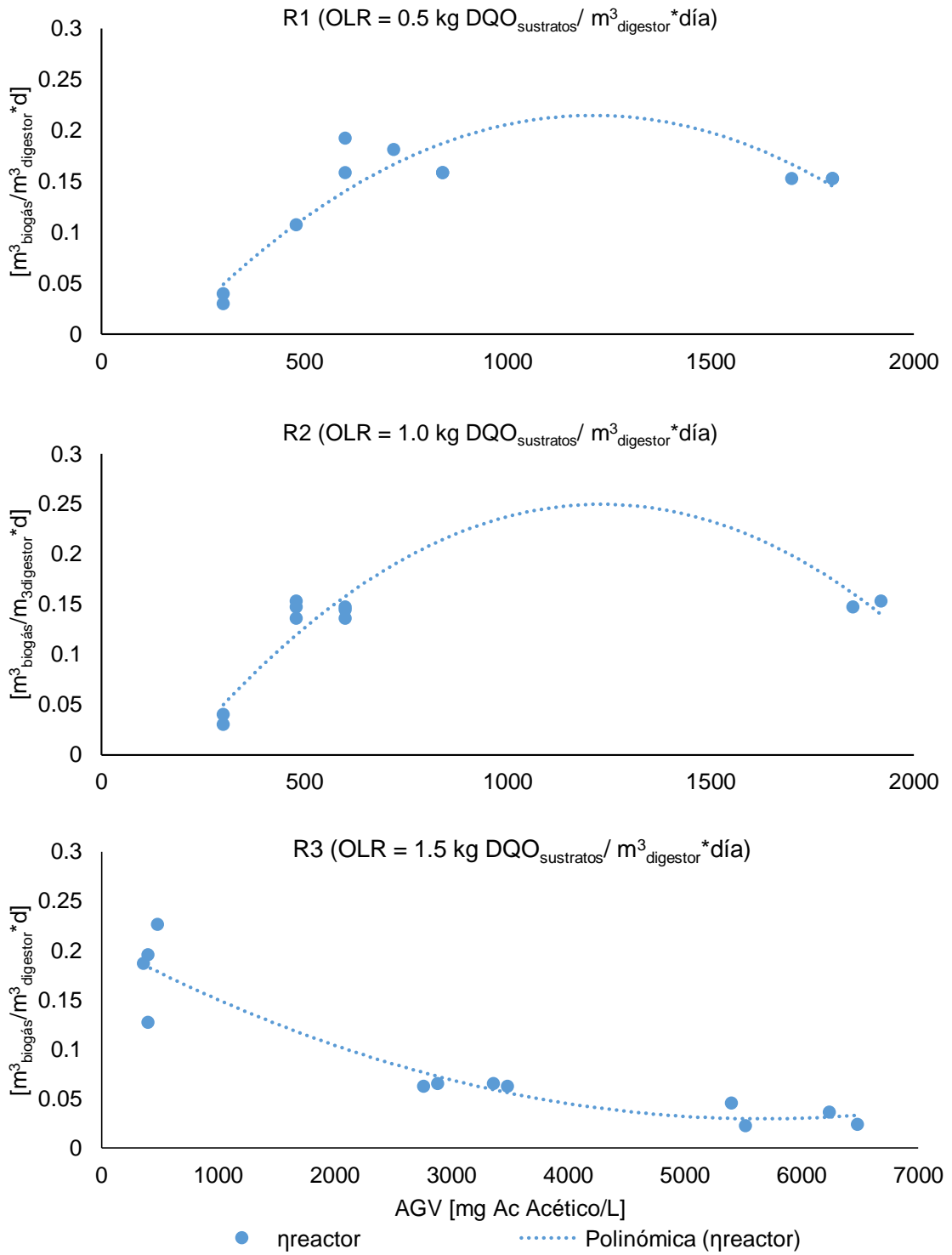
**Modelamiento de la eficiencia del proceso de digestión en operación semi-continua.** El efecto de los ácidos grasos volátiles sobre la eficiencia del reactor se determinó a partir del ajuste del modelo descrito en la ecuación 11. La tabla 16 muestra los coeficientes del modelo con su respectivo valor p.

**Tabla 16.** Parámetros de Ajuste de regresión polinómica para la eficiencia del reactor

Variable	Reactor	$\beta_0$	Valor p	$\beta_1$	Valor p	$\beta_2$	Valor p	R <sup>2</sup> [%]	Valor p del modelo
$\eta_{\text{reactor}}$	R1	-0.079	0.068	4.87E-04	0.001	-2.03E-07	0.001	81.3	0.001
	R2	-0.102	0.048	5.76E-04	0.001	-2.35E-07	0.002	81.7	0.003
	R3	0.209	0.000	-6.27E-05	0.001	5.48E-09	0.026	88.4	0.000

Como es posible apreciar, todos los modelos presentaron valores  $p < 0.05$ , lo cual indica que existe una relación estadísticamente significativa  $\eta_{\text{reactor}}$  y la concentración de AGV's. Lo anterior se traduce en que los AGV's mantuvieron un efecto directo y significativo sobre  $\eta_{\text{reactor}}$ . De igual forma, es importante mencionar que todas las ecuaciones presentaron un R<sup>2</sup> superior al 81%. De esta forma podemos decir que la variación observada para la eficiencia del proceso es explicada por el modelo de una manera satisfactoria. La simulación del efecto de los ácidos grasos sobre las variables de respuesta estudiadas para cada reactor es presentada en la figura 17.

**Figura 17.** Modelamiento del proceso de codigestión: efecto de los AGV sobre la eficiencia de cada reactor



Al hablar de la eficiencia de los reactores, es posible mencionar que para R1, R2 y R3 los valores máximos de  $\eta_{reactor}$  fueron de 0.195, 0.25 y 0.19  $m^3_{biogás}/m^3_{digestor} \cdot d$  respectivamente. Las eficiencias más altas alcanzadas por R1 y R2 estuvieron entre concentraciones de AGV's de 1100 y 1400 mg Ac Acético/L. Para el caso de R3, los valores más altos para la eficiencia se presentaron a concentraciones de ácidos grasos menores a 602.27 mg Ac Acético/L. El comportamiento de los modelos ajustados a cada carga orgánica ratifica el comportamiento de la sección anterior, donde es posible apuntar que cargas orgánicas superiores a 1.5 kg  $DQO_{sustratos}/m^3_{digestor} \cdot día$  son inhibitorias para el proceso de digestión de LS:EB. Esta tendencia es comprable con estudios en los cuales se realizó la digestión de subproductos agrícolas con estiércol bovino (Søndergaard *et al.*, 2015).

### 3.3. CONCLUSIONES

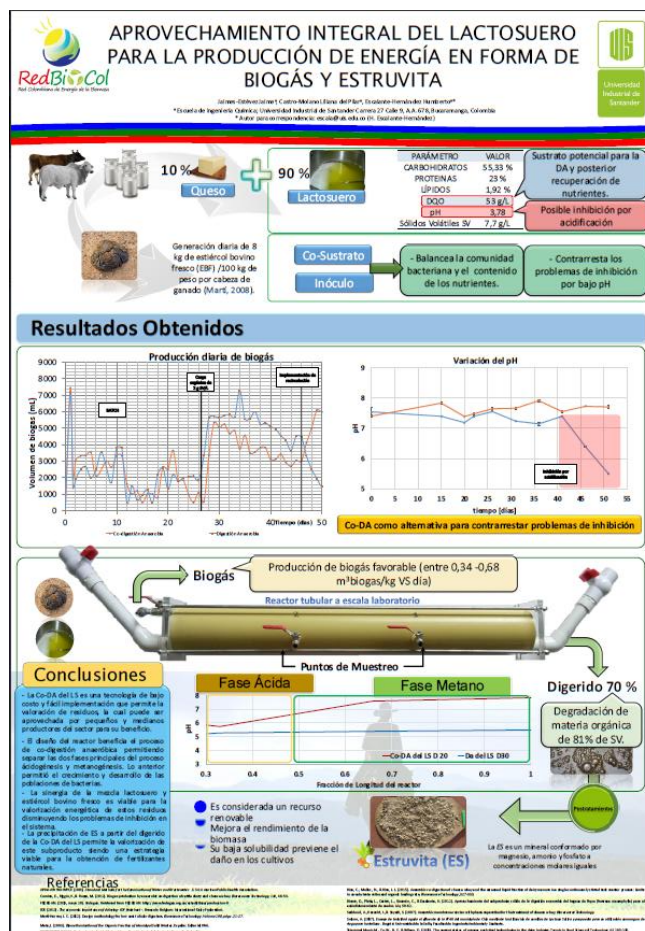
En este estudio se comprueba que en un digestor tubular operando en condiciones bajas del régimen mesofílico ( $T_{operación} = 25^{\circ}C \pm 4$ ) el estiércol bovino previamente adaptado a una mezcla LS:EB (70:30) es un inóculo adecuado para sustratos ácidos, gracias a su capacidad de promover la producción de metano, su favorable capacidad buffer y su alta disponibilidad dentro del sector lácteo. Con esta proporción de mezcla y a temperatura ambiente se obtuvieron eficiencias del reactor y del proceso entre 0.11 y 0.13  $m^3_{biogás}/m^3_{digestor} \cdot d$  y 0.17 y 0.44  $m^3_{biogás}/kg DQO$ , respectivamente.

Desde un punto de vista microbiológico, la actividad metanogénica se ve afectada directamente por el contenido de ácidos grasos volátiles. Concentraciones cercanas a los 4000 mg/L se pueden interpretar como la inhibición del proceso. De esta forma, la producción de biogás se ve altamente reducida hasta alcanzar valores por debajo de los 300  $mL_{biogás}/d$ .

Cargas orgánicas adecuadas (entre 0.5 - 1 kg DQO/ m<sup>3</sup>digestor\*d), permiten la estabilización del LS en un reactor tubular dando lugar a la separación de fases microbiológicas mejorando la estabilidad del proceso. Bajo estas condiciones se obtuvieron concentraciones de ácidos grasos volátiles alrededor de 1500 mg/L indicando el buen funcionamiento del proceso.

### 3.4. SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD

**Poster:** Jaimes- Estévez, J. Castro-Molano, L., Escalante, H. (2016). Aprovechamiento integral del lactosuero para la producción de energía en forma de biogás y estruvita. II Encuentro Nacional de La RedBioCol. Villavicencio, Colombia.



**Ponencia oral:** Escalante-Hernández, H., Castro-Molano, L., Besson, V., Jaimes-Estévez, J. (2016). Cheese whey anaerobic digestion in a plug flow reactor (PFR). XII Latin American Workshop and Symposium on Anaerobic Digestion. Cusco, Perú.

**XII DAAL**  
CUSCO, PERU  
OCTOBER 23-27 2016

Escuela de Ingeniería Química  
Colombia

Universidad Industrial de Santander

## Cheese whey anaerobic digestion in a plug flow reactor (PFR)

**Authors**

Jaime Jaimes Estévez MSc (C)	Véronique Besson Chemical Engineer	Liliana Del Pilar Castro Molano Chemical Engineer, Ph.D.	Humberto Escalante Hernández Chemical Engineer, Ph.D.
---------------------------------	---------------------------------------	---	--

**Ponencia oral:** Castro, L., Escalante, H., Díaz, L.J., Vecino, K., Jaimes-Estévez, J., Rojas G., Mantilla L. (2017) Low cost digester from a "non-interconnected" zone: monitoring at real scale. 15th IWA World Conference on Anaerobic Digestion (AD-15). Beijing, China.

IWA  
The International Water Association

## Low cost digester from a "non-interconnected" zone: monitoring at real scale

**JAIME JAIMES ESTÉVEZ**  
E-mail: [jaime.jaimes@correo.uis.edu.co](mailto:jaime.jaimes@correo.uis.edu.co) \*  
thursday october 19 2017

Laura Mantilla Chemical Engineer	Luisa Díaz Chemical Engineer	Kenia Vecino Chemical Engineer
Gustavo Rojas Chemical Engineer	Liliana Castro Chemical Engineer, Ph.D.	Humberto Escalante Chemical Engineer, Ph.D.

**Towards a More Sustainable World**

**Artículo publicado:** Castro, L., Escalante, H., Jaimes-Estévez, J., Díaz, L. J., Vecino, K., Rojas, G., & Mantilla, L. (2017). Low cost digester monitoring under realistic conditions: Rural use of biogas and digestate quality. *Bioresource Technology*, 239, 311-317.



## Low cost digester monitoring under realistic conditions: Rural use of biogas and digestate quality



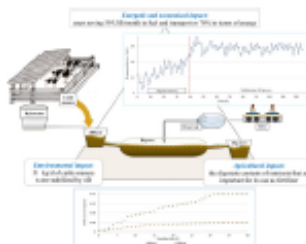
L. Castro\*, H. Escalante, J. Jaimes-Estévez, L.J. Díaz, K. Vecino, G. Rojas, L. Mantilla

Grupo de Investigación en Tecnologías de Valorización de Residuos y Fuentes Agrícolas e Industriales para la Sustentabilidad Energética (INTERFASE), Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander, Carrera 27, Calle 9 Ciudad Universitaria, Bucaramanga, Colombia

### HIGHLIGHTS

- A rural tubular digester was installed and monitoring during under realistic conditions.
- Biogas production was enough to supply 76% of energetic requirements.
- A Colombian family from a rural area saved 50 US\$/month by using biogas instead of propane.
- Biogas digestate has a good quality for agricultural systems.
- Digestate required a post-treatment for its final disposal.

### GRAPHICAL ABSTRACT



### ARTICLE INFO

**Article history:**  
Received 10 March 2017  
Received in revised form 5 May 2017  
Accepted 6 May 2017  
Available online 10 May 2017

**Keywords:**  
Anaerobic digestion  
Biogas digestate  
Cattle manure  
Energy  
Low-tech digester  
Nutrients  
Pathogens

### ABSTRACT

The purpose of this work was to assess the behaviour of anaerobic digestion of cattle manure in a rural digester under realistic conditions, and estimate the quality and properties of the digestate. The data obtained during monitoring indicated that the digester operation was stable without risk of inhibition. It produced an average of 0.85 Nm<sup>3</sup> biogas/d at 65.6% methane, providing an energy savings of 76%. In addition, the digestate contained high nutrient concentrations, which is an important feature of fertilizers. However, this method requires post-treatment due to the presence of pathogens.

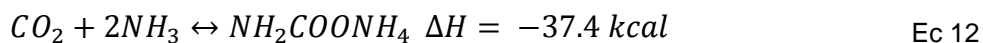
© 2017 Elsevier Ltd. All rights reserved.

#### 4. CAPÍTULO IV: PRECIPITACIÓN DE ESTRUVITA A PARTIR DEL DIGERIDO OBTENIDO DEL PROCESO DE DIGESTIÓN ANAERÓBICA DEL LACTOSUERO

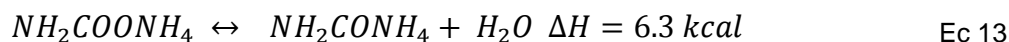
El alto uso de fertilizantes en la agricultura ha despertado alerta en la notable disminución de los recursos empleados para la producción de abonos con alto contenido nutricional. Los nutrientes más importantes y requeridos en la agricultura son el nitrógeno (N) y el fósforo (P). Al ser utilizados como fertilizantes, estos nutrientes son suministrados en altas cantidades al suelo para aumentar su fertilidad [10]. La FAO sostiene que el consumo de fertilizantes nitrogenados y con contenido de fósforo para el 2014 fue de 187 Mt y afirma que para el año 2018 se espera que alcance las 200,5 Mtoneladas. [82].

En este contexto, varios tipos de fertilizantes naturales y sintéticos son ampliamente utilizados en la agricultura. Entre los fertilizantes sintéticos se destaca la urea. Gracias a su alto contenido de nitrógeno (46% aprox), la urea es ampliamente utilizada como fertilizante, donde más del 90% de su producción es empleada en la inserción de nutrientes al suelo [83].

El proceso más conocido para la producción de urea es mediante la síntesis de amoníaco ( $\text{NH}_3$ ) y dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) a partir del gas natural. En este proceso, ocurren dos reacciones principales. Primero, el carbonato de amonio es formado a altas presiones mediante la reacción entre el  $\text{NH}_3$  y el  $\text{CO}_2$ .



Esta reacción viene precedida de la descomposición endotérmica del carbamato de amonio



La mayoría del  $\text{NH}_3$  es obtenido a través del proceso Haber-Bosch. Este proceso emplea altas temperaturas y presiones para tomar el nitrógeno del aire y combinarlo con hidrógeno para producir el amoníaco. Mediante la síntesis Haber-Bosch se producen aproximadamente 150 millones de toneladas de  $\text{NH}_3$  por año. A pesar de ser una metodología muy utilizada a nivel mundial, la implementación global del proceso de producción de urea ha sido un tema de interés ambiental ya que contribuye principalmente al incremento en las emisiones de  $\text{CO}_2$  y a la contaminación de fuentes hídricas. Los digeridos de procesos anaeróbicos cuentan una alta concentración de nitrógeno y fósforo, los cuales son importantes para la producción de fertilizantes. De manera ilustrativa, sólo el 20% del nitrógeno consumido por una vaca es utilizado para la generación de carne y leche. El 80% restante es dispuesto en el estiércol y la orina. La aplicación inapropiada de digeridos promueve la emisión de amonio y óxido nitroso. Respecto al amonio, las emisiones de  $\text{NH}_3$  posteriores a la aplicación del digerido en el suelo, se encuentra entre el 15 y 60 % del nitrógeno amoniacal total. Cuando el digerido es aplicado directamente, el  $\text{NH}_3$  se volatiliza a la atmósfera para regresar al suelo en forma de sales de amonio solubles ( $\text{NH}_4\text{SO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ , and  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), contribuyendo a la acidificación de suelos y la eutrofización de cuerpos de agua [4]. Para disminuir los problemas medioambientales, la precipitación de estruvita permite la aplicación de nutrientes de una manera más controlada, reduciendo las pérdidas nutricionales gracias a su baja solubilidad. La estruvita es considerada como un fertilizante de alta calidad, también como un agente absorbente al remover contaminantes del suelo [13]. Por estas razones, la transformación de los nutrientes del digerido en estruvita es un método sustentable y amigable con el medio ambiente que puede mejorar los rendimientos de tratamientos de aguas residuales. Por lo anterior, la transformación del digerido en estruvita es una metodología sustentable y amigable con el medio ambiente que puede remover contaminantes residuales y mejorar rendimientos en el tratamiento de residuos agroindustriales en áreas rurales, haciendo de un tratamiento anaeróbico un proceso de producción más limpio para las PYMEs.

El proceso de precipitación de estruvita ha sido ampliamente estudiado y ha sido implementado para la remoción de nutrientes de diferentes digeridos y aguas residuales como orina humana [84, 85], digerido de estiércol porcino [17, 86], digerido de estiércol bovino [87] y aguas residuales (industriales, municipales) [7, 88, 89, 12]. Sin embargo, los estudios de este proceso a partir del lactosuero son limitados, existiendo poca información disponible sobre la recuperación de fósforo a partir del digerido proveniente de la DA del lactosuero.

Por lo anterior, el objetivo de este capítulo fue la recuperación de nutrientes en forma de estruvita a partir del digerido proveniente de la digestión anaeróbica del digerido del proceso de codigestión de la mezcla lactosuero/estiércol bovino.

#### **4.1. METODOLOGÍA**

Esta etapa se orientó en la evaluación de las propiedades del digerido y la recuperación de nutrientes en forma de estruvita. Lo anterior a partir de la DA de la mezcla LS:EB considerada como más favorable. Este capítulo se desarrolló en tres pasos: En el primer paso se monitoreó el comportamiento del contenido de nutrientes ( $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{NH}_4^+$ ) presentes en el digerido de la DA del LS a tres diferentes cargas orgánicas. En el siguiente paso, con el digerido estudiado en la etapa anterior, se precipitó y se caracterizó la estruvita después de la recuperación del  $\text{PO}_4^{3-}$  y del  $\text{NH}_4^+$  presentes en el digerido. Finalmente, se modeló el contenido de fosfato disponible en el digerido para la precipitación de estruvita.

#### **4.1.1. Monitoreo del contenido de $\text{PO}_4^{3-}$ y del $\text{NH}_4^+$ presentes en el digerido.**

Con el fin de estudiar el comportamiento de los principales nutrientes necesarios para la precipitación de estruvita, cada siete días, durante cinco semanas, se determinó el contenido de  $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{NH}_4^+$  en el digerido mediante colorimetría (4500- $\text{NH}_3$  y 4500-P E respectivamente [32]).

#### **4.1.2. Recuperación de $\text{PO}_4^{3-}$ y $\text{NH}_4^+$ en forma de estruvita.**

Para evaluar el potencial de precipitación de estruvita, se recolectaron muestras de digerido semanalmente (durante cinco semanas) y se refrigeraron a 4 °C. Inicialmente, las muestras recolectadas fueron homogenizadas y se les cuantificó el contenido de  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{PO}_4^{3-}$  el método colorimétrico descrito por APHA [32]. Así mismo, se realizó la determinación del contenido de  $\text{Mg}^{2+}$  mediante el método de absorción atómica (NTC 1369).

**Descripción del proceso para la precipitación de estruvita.** La estruvita fue precipitada del digerido de cada uno de los reactores mediante la metodología propuesta por Zhao *et al.*, [87]. Con base en este trabajo, el digerido fue filtrado para retirar el material sólido. Posteriormente, el líquido obtenido fue sometido a un tratamiento de pH con el fin de protonar los iones fosfato presentes en la muestra, disminuyendo su acidez hasta un pH de 3 con HCl (1 N). Posteriormente, se añadió  $\text{MgCl}_2$  para alcanzar la relación molar  $\text{Mg}^{2+}:\text{PO}_4^{3-}$  más favorable (1.5:1). A continuación, se incrementó su pH hasta 9 (solución NaOH 1N), condición determinada como el pH óptimo para la precipitación de estruvita. La dosis de  $\text{Mg}^{2+}$  se calculó sobre la base de la concentración inicial de  $\text{PO}_4^{3-}$  de los digeridos. A continuación, la solución se agitó durante una hora (450 rpm) y se dejó sedimentar durante 30 min [85]. Una vez terminado el tiempo de sedimentación, las muestras fueron filtradas para separar el material sólido, el cual se dispuso en cajas Petri y fue secado en incubadora a temperatura de  $25 \pm 2$  °C. Inicialmente se determinó la precipitación espontánea de estruvita (sin tratamiento de pH) y luego la precipitación

de cada uno de los digeridos. Para llevar a cabo los experimentos, se utilizaron vasos de precipitado de 500 ml con un volumen de trabajo de 200 mL.

El porcentaje de recuperación de nutrientes ( $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{NH}_4^+$ ) se calculó después de la determinación de la concentración de  $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{NH}_4^+$  inicial y final en el proceso de precipitación de estruvita. Para esto, se propuso la siguiente ecuación (Ec 14).

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{\text{Concentración}_{\text{inicial}} - \text{Concentración}_{\text{final}}}{\text{Concentración}_{\text{inicial}}} \quad \text{Ecuación 14}$$

Vale la pena mencionar que el proceso de precipitación se realizó a temperatura ambiente y presión atmosférica y que cada ensayo se realizó por triplicado.

**Análisis cualitativo y cuantitativo de los cristales de estruvita.** El precipitado obtenido del potencial fertilizante que presenta el digerido representado en la estruvita extraída, la cual se determinó mediante análisis cualitativo. Inicialmente, al precipitado correspondiente a cada reactor se le realizó un análisis petrográfico que consistió en la caracterización de las muestras colectadas a través de un microscopio petrográfico de luz polarizada (LEICA DM750, con una cámara LEICA de 1200x180 pix), a 4, 10 y 50x de ampliación. También se caracterizaron con radiación infrarroja mediante transformada de Fourier, utilizando un infrarrojo FTIR-8400S. Por último, se usó espectroscopía de Raman con longitudes de onda de 532 y 780 nm para ratificar la presencia del mineral. El análisis cuantitativo corresponde a la determinación del potencial de estruvita (PES). Este potencial se cuantificó con base a la ecuación propuesta a continuación (Ec 15).

$$P_{ES} = \frac{\text{Masa}_{\text{Estruvita}}}{\text{Volumen}_{\text{digerido}}} \quad \text{Ecuación 15}$$

Donde:

$\text{Masa}_{\text{Estruvita}}$  = masa de la estruvita [g]

$\text{Volumen}_{\text{digerido}}$  = volumen del digerido [L]

**4.1.3. Modelamiento de la disponibilidad de fosfato durante el proceso de co-digestión en operación semi-continua.** Al igual que en el capítulo anterior, en esta sección se realizó un análisis de regresión en función del contenido de ácidos grasos volátiles con el fin de modelar en forma matemática el comportamiento del contenido de nutrientes para la precipitación de estruvita, representada en la disponibilidad de fosfato (valor obtenido a la salida de cada reactor). Por lo cual, la dinámica de la liberación de fosfatos para cada reactor (R1, R2 y R3) se describió usando el modelo de segundo orden presentado en la ecuación 11. Vale la pena mencionar nuevamente que los coeficientes del modelo fueron calculados y analizados mediante un análisis de varianza (ANOVA), utilizando el *software Statgraphics Centurion XV* (Versión 15.2.05).

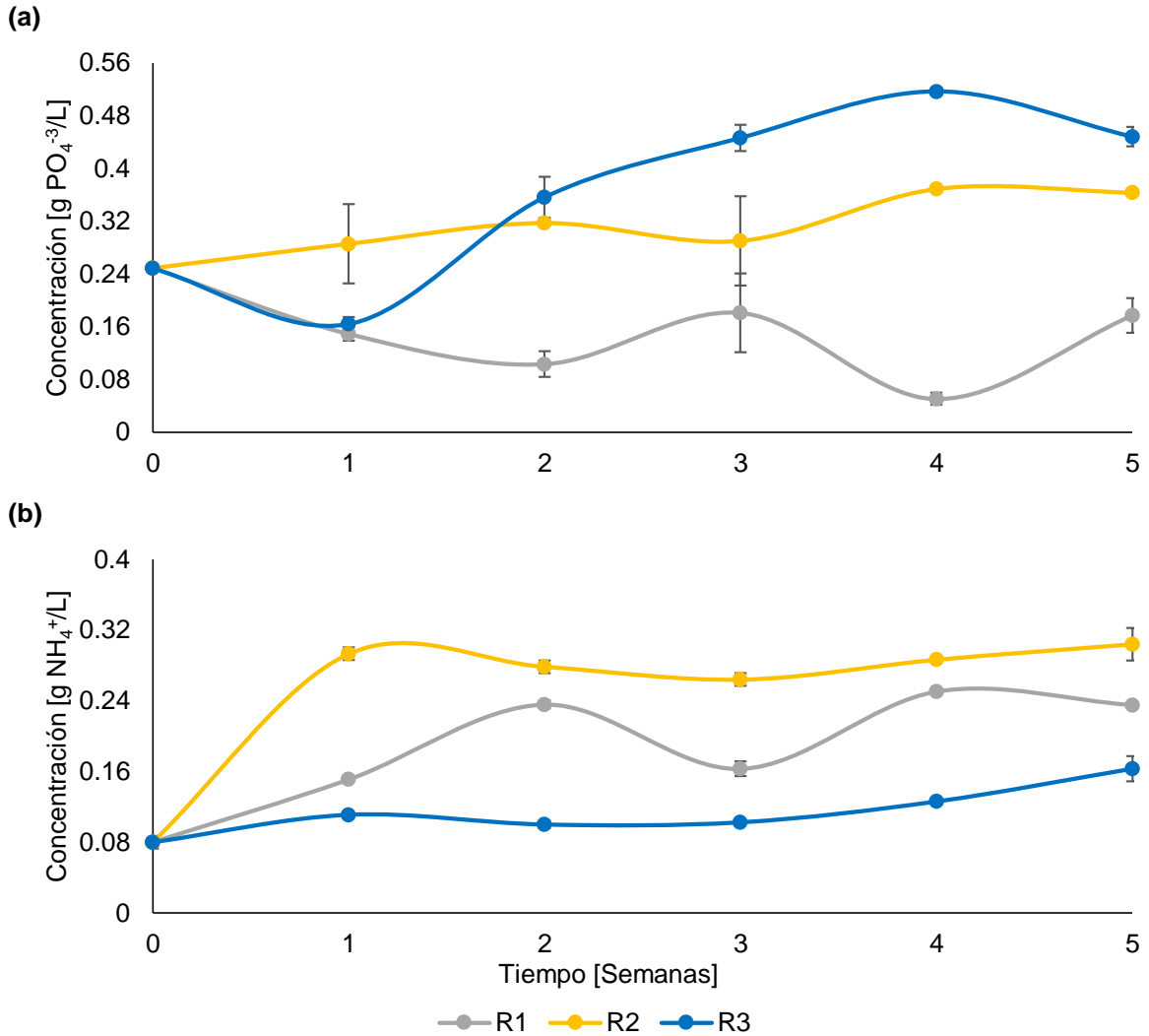
## **4.2. RESULTADOS**

**4.2.1. Monitoreo del contenido de  $\text{PO}_4^{3-}$  y del  $\text{NH}_4^+$  presentes en el digerido del proceso de DA del LS.** El comportamiento de estas variables se encuentra representado en la Figura 18. El digerido anaeróbico tiene un alto contenido de N y P, que son minerales importantes para la producción de fertilizantes. Gracias a la alta concentración de iones disueltos de ortofosfatos y amonio en el digerido de la mezcla 70:30 LS:EB, existe un alto potencial para la precipitación de estruvita.

De acuerdo con la degradación de materia orgánica, durante el metabolismo anaeróbico, el fósforo inorgánico es hidrolizado y convertido en su forma iónica, permitiendo la liberación del  $\text{PO}_4^{3-}$  [90, 91]. En este estudio, la concentración de fosfato estuvo entre  $0.05 \pm 0.001$  y  $0.52 \pm 0.01$  g  $\text{PO}_4^{3-}$ /L. Al comparar el contenido final del  $\text{PO}_4^{3-}$  entre R1 y R3, se puede ver un aumento de 2.6 veces su concentración. El aumento general en la concentración de fosfato para R3 se debe

a las altas concentraciones de AGV's existentes debido a la carga tan elevada para este reactor.

**Figura 18.** Comportamiento de los iones  $\text{PO}_4^{3-}$  (a) y  $\text{NH}_4$  (b) presentes en el digerido del proceso de DA del LS



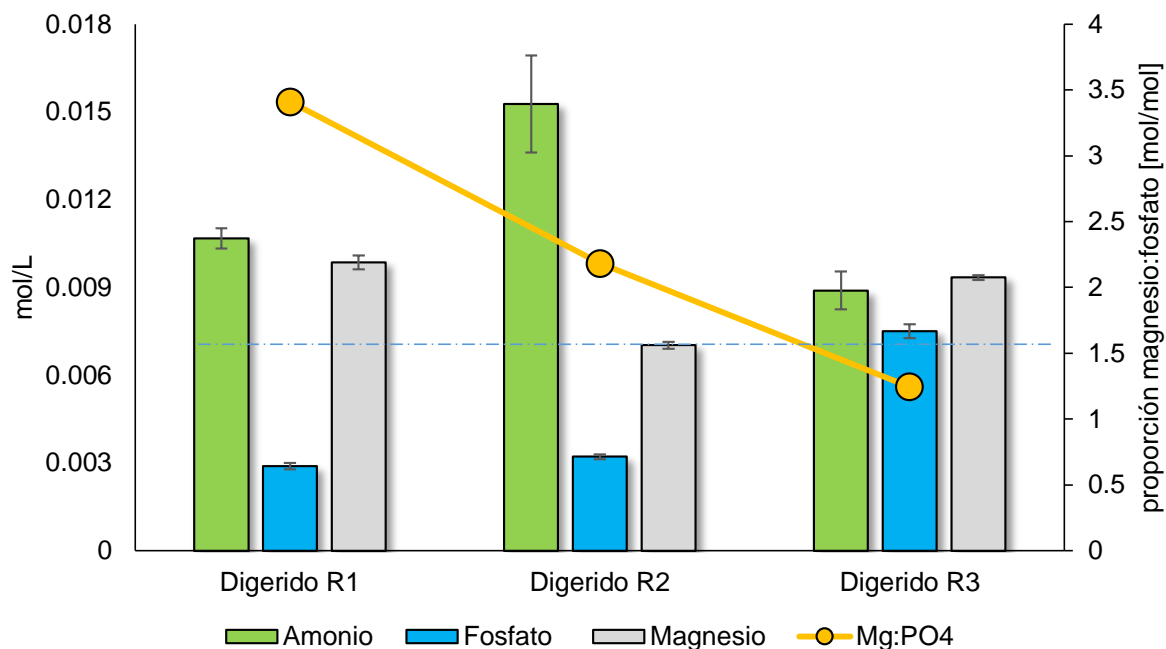
En este sentido, vale la pena mencionar que la tendencia mostrada por el reactor R1 y R2 es un indicador favorable de que el proceso de DA del LS se llevó a cabo satisfactoriamente y se benefició al consumo de materia orgánica mejorando la estabilidad del proceso.

Respecto al amonio, su presencia se atribuye a la mineralización de materia orgánica y es un indicador de estabilidad de la DA. En ese caso, concentraciones

inferiores a  $0.26 \text{ g NH}_4^- / \text{L}$  son beneficiosas para microorganismos anaeróbicos. No obstante, por encima de  $1.9 \text{ g de NH}_4^- / \text{L}$ , se puede inhibir la actividad de las archaeas metanogénicas [65, 67]. A lo largo de este estudio, el contenido de amonio permaneció por debajo de los niveles inhibitorios: la concentración máxima de amonio en los tres reactores fue de  $0.250 \pm 0.0$ ,  $0.29 \pm 0.01$  y  $0.16 \pm 0.01 \text{ g NH}_4^- / \text{L}$  para R1, R2 y R3 respectivamente. Lansing *et al.* [67], reportaron valores similares para influentes y efluentes de EB ( $0.26 - 0.24 \text{ g NH}_4^- / \text{L}$ ) y estiércol porcino ( $0.47$  a  $0.19 \text{ g NH}_4^- / \text{L}$ ). En consecuencia, el comportamiento de amonio en este estudio, ratifica el funcionamiento adecuado de los digestores tubulares. Vale la pena hacer énfasis en que el contenido de fosfato y amonio en el digerido de la DA del LS, son indicadores de su posible uso como fertilizante. La recuperación de estos nutrientes del digerido en forma de estruvita y su posterior aplicación puede mejorar calidad de suelos. Algunos estudios informan que el rendimiento de los cultivos aumenta entre  $15$  y  $28 \%$  con la aplicación de digerido [92]. Por lo tanto, es posible mencionar que los niveles alcanzados en este estudio, pueden beneficiar el rendimiento de cosechas y representar ahorros gracias a la disminución en el uso de fertilizantes químicos.

**4.2.2. Recuperación de  $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{NH}_4^+$  en forma de estruvita a partir del digerido de la DA del LS.** Como partida para la precipitación de estruvita, se determinó el contenido de  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{Mg}^{2+}$  para el digerido homogenizado (Figura 19). En el grafico se puede notar que el contenido molar de magnesio en los tres digeridos fue en promedio  $212.38 \pm 36.70 \text{ mg/L}$  ( $0.008 \pm 0.0015 \text{ mol Mg/L}$ ). Desde un punto de vista microbiológico, estas concentraciones son adecuadas, puesto que valores por encima de los  $400 \text{ mg Mg/L}$  limitan la tasa de crecimiento de las archaeas metanogénicas [93].

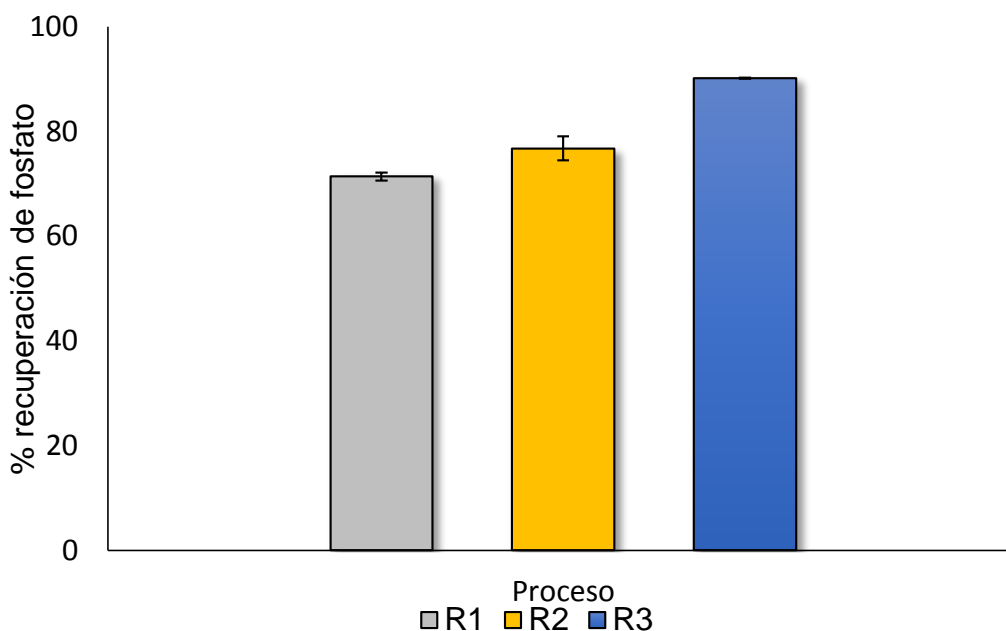
**Figura 19.** Concentración molar de  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{NH}_4^+$  y  $\text{Mg}^{2+}$  para el digerido homogenizado de los Reactores R1, R2 y R3



La línea amarilla corresponde al eje secundario y representa la proporción de  $\text{Mg}:\text{PO}_4$  presente en el digerido. Ya que relaciones  $\text{Mg}:\text{PO}_4$  por encima de 1.5 son considerables como favorables, para el digerido de R3 fue necesaria la adición de  $\text{MgCl}_2$  para alcanzar 1.5 mol  $\text{Mg}/\text{mol PO}_4$ . En este aspecto, es interesante mencionar que en el caso de un proceso de DA de LS la estabilidad del proceso también influye en la disponibilidad de nutrientes para la precipitación de estruvita.

Posterior a la caracterización de los digeridos se procedió con el proceso de precipitación. Con el fin de conocer el porcentaje de recuperación de fosfato, se midió esta variable en el líquido antes y después de la precipitación. Los resultados se poder ver en la figura 20.

**Figura 20.** Porcentajes de recuperación de fosfato a partir de cada uno de los digeridos de los reactores R1, R2 Y R3



Los porcentajes de recuperación de fosfato estuvieron entre el 71 y 90 %. Al ver la tendencia de la remoción de fosfato respecto al digerido proveniente de cada reactor, se podría inferir que la facilidad con que se remueva el fosfato, dependa de la disposición del mismo en la fracción líquida del digerido. Lo anterior se ve sustentado en que, en el caso de R3, al poseer mayor contenido de ácidos grasos, se liberó más fosfato en el medio, facilitando su remoción.

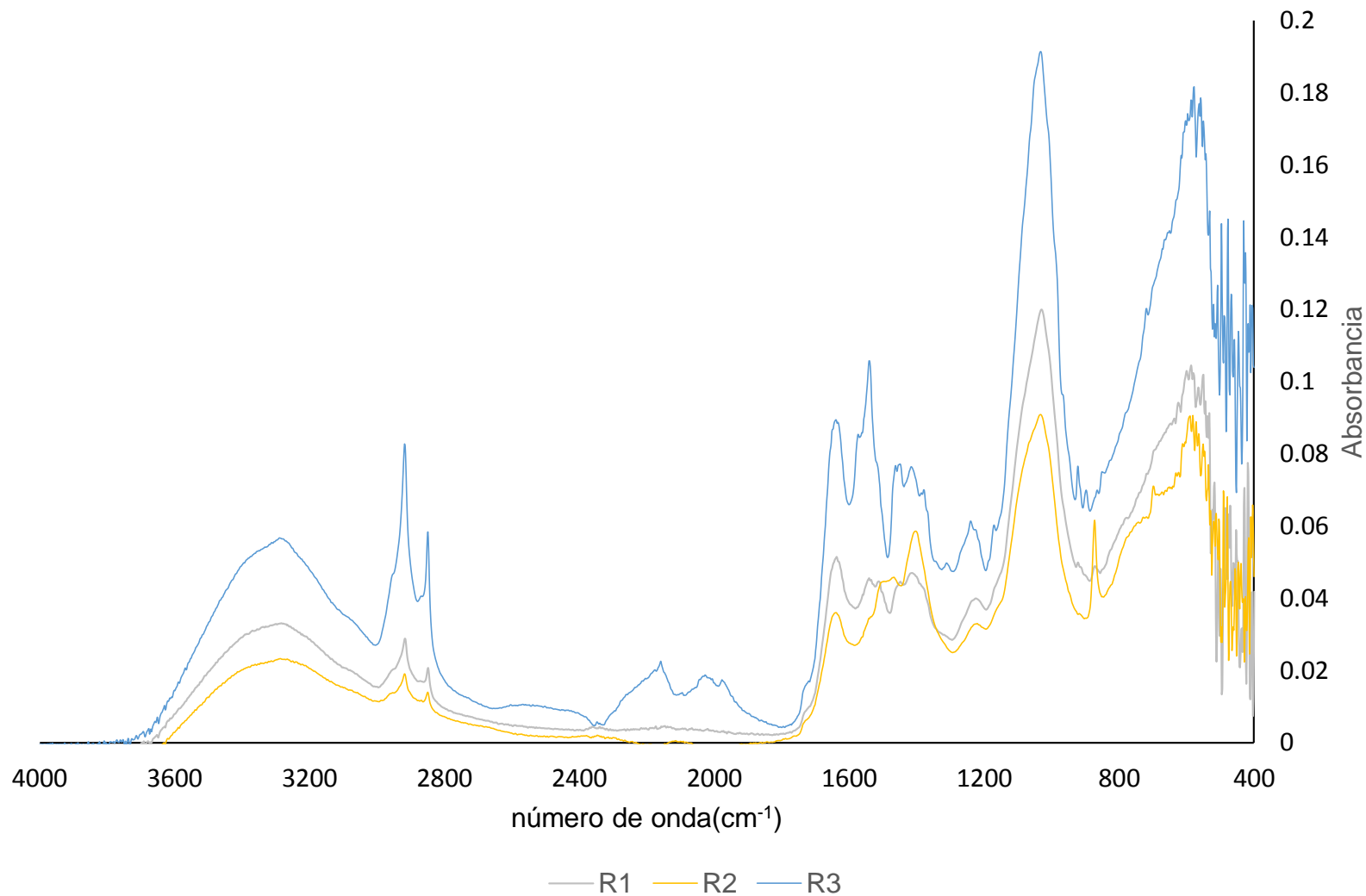
**4.2.3. Análisis cualitativo y cuantitativo de los precipitados.** Al obtener los precipitados se prosiguió con la caracterización cualitativa de los mismos, la cual se realizó mediante transformada de Fourier, utilizando un infrarrojo FTIR-8400S. La figura 21 muestra el espectro infrarrojo de los precipitados obtenidos en los diferentes experimentos. El espectro muestra las bandas de absorción que corresponden a los diferentes elementos o compuestos presentes en el cristal.

Las absorciones que ocurren en el rango ( $3240$  a  $3529\text{ cm}^{-1}$ ) se deben a vibraciones de estiramiento O-H y N-H. Esto también sugiere la presencia de agua de

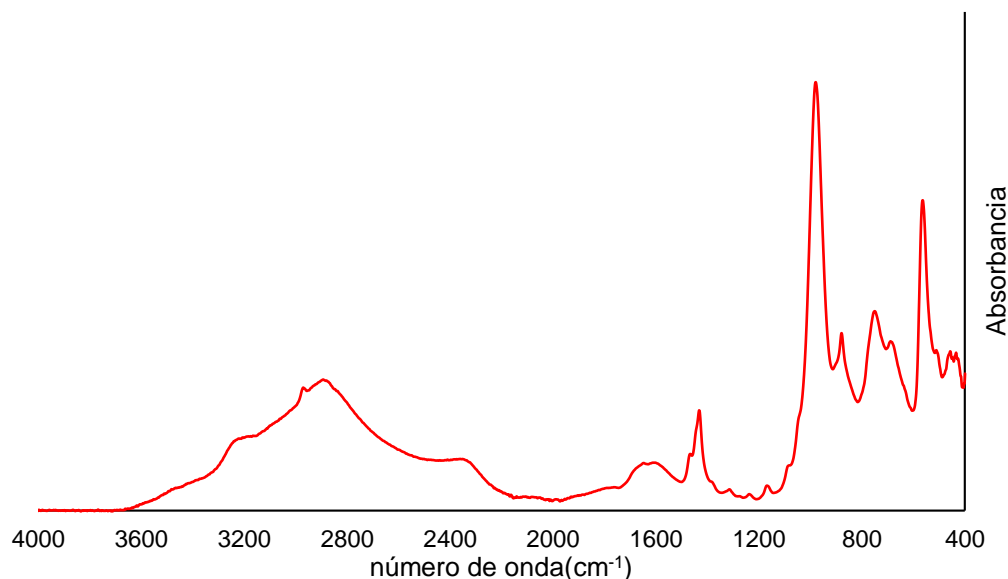
hidratación. La absorción que se produce en  $2854 \pm 1$  y  $2925 \pm 1 \text{ cm}^{-1}$  se debe al ion  $\text{NH}_4^+$ . Las absorciones que tienen lugar en  $511 \pm 2$ ,  $1010 \pm 1$  y  $1083 \pm 2 \text{ cm}^{-1}$  corresponden a los iones  $\text{PO}_4^{3-}$  y las que se producen en  $461 \pm 1$  y  $691 \pm 1 \text{ cm}^{-1}$  se deben al enlace metal-oxígeno (Mg-oxígeno). Estudios anteriores de estruvita a partir de orina humana, presentaron absorciones que ocurren en ( $2920,9$ ,  $2970$  y  $2889,26 \text{ cm}^{-1}$ ), ( $500$ ,  $1006$  y  $1064,5 \text{ cm}^{-1}$ ), ( $683,97$  y  $509,4 \text{ cm}^{-1}$ ) y ( $3276,9$  a  $3520,6$ ) correspondientes al  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  y  $\text{H}_2\text{O}$  respectivamente [94, 95, 96].

Los valores obtenidos en este estudio se relacionan con los mencionados anteriormente, comprobando la presencia de estos iones en forma de estruvita. La composición de elementos químicos confirmados en el espectro infrarrojo, y al comparar los precipitados obtenidos con un patrón, se puede confirmar la obtención de estruvita (Figura 22). Las diferencias entre los espectros de las muestras y el patrón, pueden ser acreditados a la presencia de impurezas como compuestos orgánicos contenidos en el precipitado).

**Figura 21.** Espectroscopia infrarroja para cada uno de los precipitados obtenidos a partir de l digestido de los procesos R1, R2 y R3

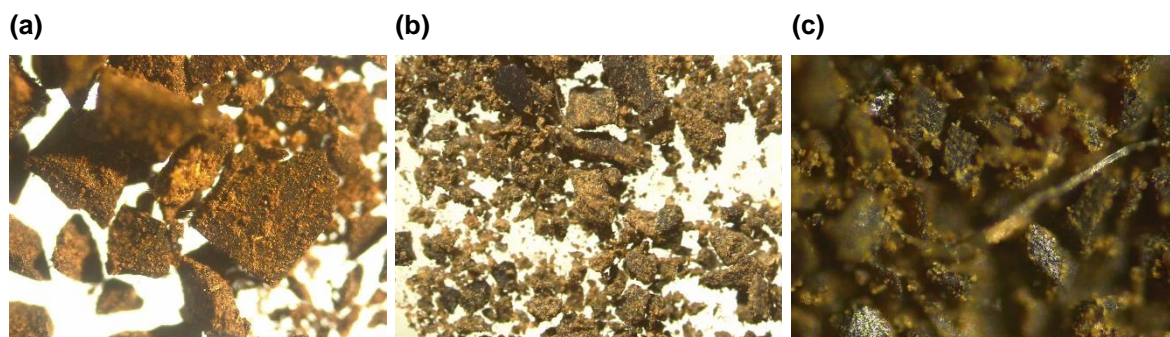


**Figura 22.** Espectro infrarrojo de un patrón de estruvita. Adaptado de Stefov *et al.*, (2005).



Como análisis cualitativo se realizó un ensayo de microscopía al precipitado proveniente del digerido de los tres reactores (Figura 23).

**Figura 23.** Micrografías de la estruvita precipitada para R1 (a), R2 (b) y R3 (c) con zoom de 10X



En el análisis por microscopía se evidenció la presencia del precipitado sólido de estruvita. Debido a la baja disponibilidad de investigaciones sobre el análisis de cristales de ES por microscopía con petrografía, los resultados no pueden ser comparados. Las imágenes microscópicas mostraron que la forma de los cristales no era uniforme. Chauhan & Joshi [97], realizaron un estudio del crecimiento de ES, los autores afirman que la estruvita podría presentarse en diferentes morfologías

(tipo cajón, tipo piramidal, tipo prismático, tipo aguja, forma de pluma, etc.) que dependen fuertemente de los parámetros de crecimiento [85, 98].

Por otra parte, los precipitados se analizaron de forma cuantitativa. El potencial de estruvita en esta investigación estuvo entre 2.29 y 4.89 g estruvita/L de digerido utilizado. Los resultados confirman que el digerido de la mezcla LS:EB posee un alto potencial nutricional para la precipitación de ES, esto gracias a su alto contenido de nutrientes ( $\text{PO}_4^{3-}$  y  $\text{NH}_4^+$ ), alcanzando valores superiores de precipitación comparados con los trabajos de Jaffer, Clark, Pearce, & Parsons [99], quienes reportaron un potencial de ES de 198 mg/L y 140 mg/L para lodo digerido y licor centrifugado de aguas residuales respectivamente, a un pH de 9.

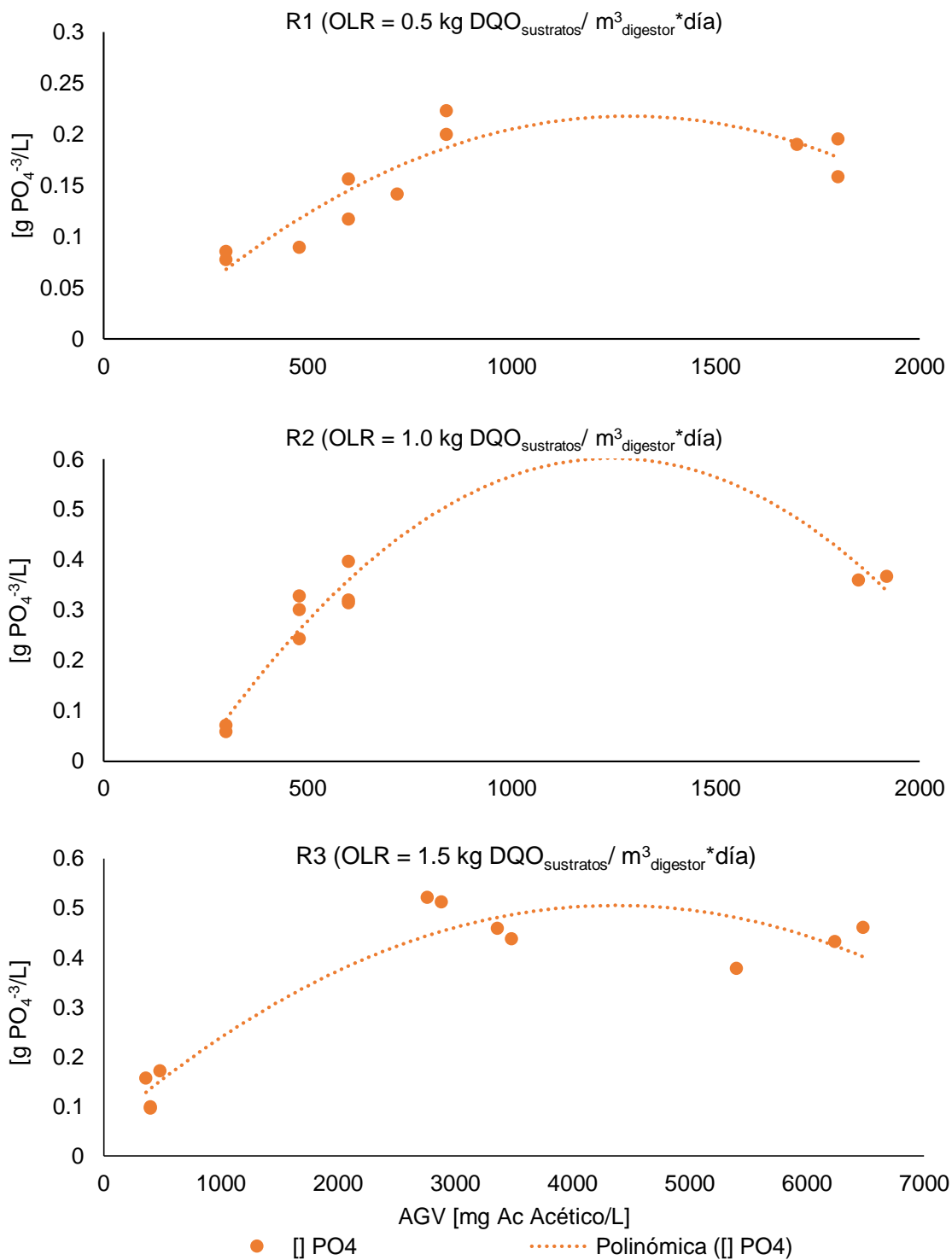
**4.2.4. Modelamiento de la disponibilidad de fosfato.** El efecto de los ácidos grasos volátiles sobre la disponibilidad de fosfato en el digerido, se determinó a partir del ajuste del modelo descrito en la ecuación 11. La tabla 17 muestra los coeficientes del modelo con su respectivo valor p.

**Tabla 17.** Parámetros de Ajuste de regresión polinómica para la disponibilidad de fosfato

Reactor	$\beta_0$	Valor p	$\beta_1$	Valor p	$\beta_2$	Valor p	R <sup>2</sup> [%]	Valor p del modelo
R1	-0.034	0.371	3.89E-04	0.002	-1.50E-07	0.004	81.1	0.001
R2	-0.297	0.011	1.44E-03	0.000	-5.77E-07	0.001	88.4	0.001
R3	0.059	0.165	2.04E-04	0.000	-2.34E-08	0.001	89.8	0.000

Como se puede evidenciar en la tabla 17, mediante el ajuste de segundo orden descrito en la ecuación 11, todos los modelos presentaron valores p < 0.05, lo cual indica que existe una relación significativa entre el contenido de AGV's y el  $\text{PO}_4^{3-}$  y que la variación observada para la disponibilidad de fosfato para cada reactor es explicada por el modelo de una manera satisfactoria. Este comportamiento fue similar al de la regresión realizada para la eficiencia de cada reactor (ver capítulo III).

**Figura 24.** Modelamiento de la disposición de fosfato para la precipitación de estruvita en función del contenido de AGV's



La tendencia de la  $[ ]_{PO_4}$  junto con el ajuste polinomial son presentados en la figura 24. El comportamiento inicial creciente de la variable de repuesta puede ser explicado por la liberación de fosfatos que se da cuando existe una concentración adecuada de AGV. En condiciones anaeróbicas, los AGV's son usados como fuente de carbono por los organismos fosfato acumuladores (PAO's, por sus siglas en inglés) para sintetizar polihidroxicanoatos (PHA). Las PAO's degradan los polifosfatos presentes, liberando el ion fosfato al medio (Demirer *et al.*, 2005). En este estudio, la fuente de carbono de fácil asimilación (contenido de AGV) aumentó progresivamente para cada digester debido a que la carga utilizada fue elevada. Por lo anterior se puede deducir el aumento en los AGV's favoreció la liberación de iones fosfato al medio aumentando las concentraciones de  $PO_4^{3-}$  [91]. Los valores máximos obtenidos mediante cada modelo fueron de 0.22, 0.60 y 0.51 mg  $PO_4^{3-}$ /L, para valores de AGV's de 1233.42, 1238.49 y 4194.49 mg Ac Acético/L respectivamente. En este caso, es importante entonces mencionar que la carga de 1 kg  $DQO_{\text{sustratos}}/m^3_{\text{digester}} \cdot \text{día}$  favorece tanto a la eficiencia como a la disponibilidad de  $PO_4^{3-}$  para un posterior proceso de recuperación de nutrientes, como se puede evidenciar en el capítulo anterior. Para el caso de R3, la liberación de fosfato continuó aun habiendo alcanzado valores inhibitorios de AGV, lo anterior puede ser sustentado en el hecho que las PAO's pueden resistir un medio con una mayor concentración de AGV's [100].

### 4.3. CONCLUSIONES

La disponibilidad de los nutrientes en el digerido del proceso de DA del LS está directamente relacionado con el buen funcionamiento del proceso. El digerido anaeróbico tiene un alto contenido de N y P, que son minerales importantes para la producción de fertilizantes. A lo largo de este estudio, el contenido de amonio permaneció por debajo de los niveles inhibitorios, donde la concentración máxima alcanzada fue de  $0.29 \pm 0.01$  g  $NH_4^-$  /L para R2. De igual forma, la concentración de fosfato estuvo entre  $0.05 \pm 0.001$  y  $0.52 \pm 0.01$  g  $PO_4^{3-}$ /L. Gracias a la alta

concentración de iones disueltos de fosfatos y amonio en el digerido de la mezcla 70:30 LS:EB, existe un alto potencial para la precipitación de estruvita, donde, al aumentar la carga orgánica, los rendimientos de recuperación son mayores gracias a la disponibilidad de fosfato.

Bajo las condiciones de operación estudiadas y observando el comportamiento de la disponibilidad de fosfato, se deben garantizar concentraciones de AGV's que no superen los 1500 mg Ac Acético/L para tener un buen proceso de digestión que permita obtener un digerido con un contenido de nutrientes apropiado para la posterior precipitación de estruvita. En este estudio, una carga orgánica de 1 kg  $DQO_{\text{sustratos}} / m^3_{\text{digestor}} \cdot \text{día}$  favorece tanto a la eficiencia del proceso como a la disponibilidad de  $PO_4^{-3}$ .

En este estudio, se alcanzaron rendimientos de estruvita alrededor de los 3.14 g ES/L digerido, obteniendo resultados de recuperación de fosfato entre el 71 y 90 %. Lo anterior demuestra que el digerido proveniente de la codigestión del lactosuero tiene un alto potencial fertilizante, haciendo del pos tratamiento de precipitación una alternativa para una mejor disposición de los residuos de la industria lechera concluyendo el ciclo de sinergismo existente entre las PYMEs y los pequeños productores del sector.

#### 4.4. SOCIALIZACIÓN DE RESULTADOS Y PRODUCTIVIDAD

**Trabajo fin de carrera:** Díaz, J; Vecino, K. (2017). Del Digerido de un Biodigestor Rural a la Estruvita. Universidad Industrial de Santander.

**Artículo sometido:** Castro-Molano, L., Vecino, K., Diaz, L., Jaimes-Estévez, J., Escalante, H. (2017). Lighting the anaerobic digestion process in rural areas: obtainment of struvite from bovine manure digestate. En revisión.

\*Manuscript  
[Click here to view linked References](#)

##### **Lighting the anaerobic digestion process in rural areas: obtainment of struvite from bovine manure digestate**

Liliana del Pilar Castro-Molano <sup>a</sup>, Kenia Paola Vecino-Gutiérrez <sup>a</sup>, Luisa Jasbleidy Diaz- Moyano <sup>a</sup>,  
Jaime Jaimes-Estévez <sup>a</sup> and Humberto Escalante-Hernández <sup>a</sup>

<sup>a</sup>Waste Recovery technology and agro-industrial sources for energy sustainability (in Spanish, Investigación en Tecnologías de Valorización de Residuos and Fuentes Agrícolas e Industriales para la Sustentabilidad Energética-INTERFASE) Research Group, School of Chemical Engineering at Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia. pilicasmo84@gmail.com, kenia.vecino@gmail.com, jasbleidy.1126@gmail.com, jamestev7@gmail.com, escala@uis.edu.co

##### **Abstract**

The objective of this research was to obtain struvite from digested matter from a bio rural digester fed with bovine manure. To determine operating variables to recover struvite ( $\text{PO}_4^{3-}$  and  $\text{NH}_4^+$  ions), researchers developed an experiment design in which they evaluated the combined effect of the  $\text{Mg}^{2+}$ :  $\text{PO}_4^{3-}$  molar ratio (1.5:1; 2.5:1 and 3.5:1), reaction time (10, 50 and 90 min) and stirring speed (100, 450 and 800 rpm). The recovery rates obtained were  $55 \pm 4.94\%$  and  $58 \pm 7.72\%$  for  $\text{NH}_4^+$  and  $\text{PO}_4^{3-}$  respectively. The favorable conditions were 1.5 molar ratio, 50 minute reaction time and 450 rpm stirring speed. Struvite crystal formation and composition were confirmed using petrographic microscopy and infrared radiation. Struvite yield was 295.75 mg /l from digestate employed.

**Keywords:** Biodigester; struvite; digested matter; bovine manure; infrared radiation

## 5. CONCLUSIONES GENERALES

El lactosuero, principal subproducto de la industria láctea representa un sustrato con un alto potencial para su utilización como recurso energético. Mediante la DA del LS es posible obtener rendimientos de producción de biogás y de estruvita de 30.5 L CH<sub>4</sub>/L LS y 10.4 g estruvita/L LS respectivamente. Lo anterior representa ahorros energéticos de US\$ 6.91/m<sup>3</sup> LS y agronómicos de US\$ 5.75/m<sup>3</sup> LS gracias a los potenciales de biometanización y de precipitación de estruvita con el que cuenta el LS. A su vez, Gracias a la codigestión anaeróbica del lactosuero con estiércol bovino en una relación 70:30, es posible mejorar los rendimientos de producción de metano en comparación con las monodigestiones. Respecto a lo anterior, la sinergia existente en el proceso de codigestión coadyuva al aumento de los rendimientos, incluso a las peores condiciones medioambientales (T < 20 °C) para los microorganismos metanogénicos. En este caso es posible afirmar que los efectos sinérgicos presentes en la codigestión anaerobia de la DA del lactosuero permiten que el proceso sea viable para productores de LS que habiten en zonas de baja temperatura. Sin embargo, los mejores rendimientos del proceso de digestión se dan a condiciones de temperatura, relación inóculo/sustrato y fracción de lactosuero de 34.4 °C, 2.2 y 0.7 respectivamente.

Al evaluar la mezcla sinérgica 70:30 LS:EB en un proceso de digestión en operación semicontinua, se puede afirmar que esta soporta cargas de hasta 1.0 kg DQO<sub>sustratos</sub>/m<sup>3</sup><sub>digestor</sub>\*d, obteniendo rendimientos de biogás de 1274.4 ± 91.36 mL biogás/d, sin presentar riesgos de inhibición por acumulación de amonio y ácidos grasos volátiles. Esta carga es considerada como la más favorable para un proceso de digestión en un reactor tubular, bajo las condiciones de temperatura más representativas de la región (25 ± 4 °C). Lo anterior es sustentado en que la carga adecuada junto con el diseño del reactor permiten la separación de fases la cual garantiza un mejor

crecimiento y por lo tanto, una actividad más favorable de los microorganismos metenogénicos. A su vez, una OLR de  $1.0 \text{ kg DQO}_{\text{sustratos}} / \text{m}^3 \text{ digester} \cdot \text{d}$  favorece la liberación de  $\text{PO}_4^{-3}$  con una producción adecuada de AGV's, lo cual permite obtener rendimientos de estruvita de  $2.29 \text{ g ES/L}$  de digerido sin generar riesgos de inhibición.

## **6. RECOMENDACIONES**

Los resultados obtenidos en esta investigación permiten confirmar la viabilidad de desarrollar un proceso de codigestión anaeróbica para el aprovechamiento integral del lactosuero. En este sentido se propone llevar a cabo el proceso de codigestión de este sustrato a escala real para beneficio de los pequeños productores de fincas lecheras.

## 7. BIBLIOGRAFÍA

- [1] FEDEGAN, «FEDEGAN,» 28 Mayo 2015. [En línea]. Available: <http://www.fedegan.org.co/estadisticas/produccion-0>. [Último acceso: 2016].
- [2] B. R. Energy, «<http://www.biogas-renewable-energy.info/>,» 20 mayo 2016. [En línea]. Available: [http://www.biogas-renewable-energy.info/biogas\\_composition.html](http://www.biogas-renewable-energy.info/biogas_composition.html).
- [3] D. Rivera, L. Plata, L. Castro, C. Guzmán y H. Escalante, «Aprovechamiento del subproducto sólido de la digestión anaerobia del bagazo de fique (*furcraea macrophylla*) para el acondicionamiento de suelos,» *Ión*, pp. 50-62, 2012.
- [4] R. Nkoa, «Agricultural benefits and environmental risks of soil fertilization with anaerobic digestates: a review,» *Agronomy for sustainable development*, pp. 473-492, 2014.
- [5] Appels, Baeyens, Degrevé y R. Dewil, «Principles and potential of the anaerobic digestion of waste-activated sludge,» *Progress in energy and combustion science*, pp. 755-781, 2008.
- [6] Y. Zeng, A. De Guardia y P. Dabert, «Improving composting as a post-treatment of anaerobic digestate,» *Bioresource Technology*, 2015.
- [7] P. Stolzenburg, A. Capdevielle, S. Teychené y B. Biscans, «Struvite precipitation with MgO as a precursor: Application to waste water treatment,» *Chemical Engineering Science*, vol. 133, pp. 9-15, 2015.
- [8] L. Shu, P. Schneider, V. Jegatheesan y J. Johnson, «An economic evaluation of phosphorus recovery as struvite from digester supernatant,» *Bioresource Technology*, pp. 2211-2216, 2006.
- [9] T. Karak, I. Sonar, J. R. Nath, R. K. Paul, S. Das, R. K. Boruah, A. K. Dutta y K. Das, «Struvite for composting of agricultural wastes with termite mound: Utilizing the unutilized,» *Bioresource Technology*, pp. 49-59, 2015.
- [10] M. Rahman, M. Amran, M. Salleh, U. Rashid, A. Ahsan, M. Mujaffar y C. Six, «Production of slow release crystal fertilizer from wastewaters through struvite crystallization – A review,» *Arabian Journal of Chemistry*, pp. 139-155, 2014.

- [11] K. S. Le Corre, E. Valsami-Jones, P. Hobbs, B. Jefferson y S. & Parsons, «Agglomeration of struvite crystals,» *Water Research*, 41(2), pp. 419-425, 2007.
- [12] M. Quintana, M. Colmenarejo, J. B. E. Sánchez, G. García, L. Travieso and R. Borja, "Removal of phosphorus through struvite precipitation using a by-product of magnesium oxide production (BMP): Effect of the mode of BMP preparation," *Chemical Engineering Journal*, vol. 136, pp. 204-209, 2008.
- [13] K. Yetilmezsoy y Z. Sapci-Zengin, «Recovery of ammonium nitrogen from the effluent of UASB treating poultry manure wastewater by MAP precipitation as a slow release fertilizer,» *Haz Mat*, p. 260–269, 2009.
- [14] B. Kim, W. Lee, H. Lee y J. Rim, «Ammonium nitrogen removal from slurry-type swine wastewater by pretreatment using struvite crystallization for nitrogen control of anaerobic digestion,» *Water Science and Technology*, 49(5-6), pp. 215-222, 2004.
- [15] Z. Ye, S. Chen, M. Lu, J. Shi, L. Lin y S. Wang, «Recovering phosphorus as struvite from the digested swine wastewater with bittern as a magnesium source,» *Water Science and Technology*, 64(2), pp. 334-340, 2011.
- [16] S. Demirer, G. N. Demirer y S. Chen, «Ammonia removal from anaerobically digested dairy manure by struvite precipitation,» *Process Biochemistry* 40, p. 3667–3674, 2005.
- [17] R. Taddeo, K. Kolppo y R. Lepistö, «Sustainable nutrients recovery and recycling by optimizing the chemical addition sequence for struvite precipitation from raw swine slurries,» *Journal of Environmental Management*, vol. 180, pp. 52-58, 2016.
- [18] C. Rico, N. Muñoz, J. Fernández y J. Rico, «High-load anaerobic co-digestion of cheese whey and liquid fraction of dairy manure in a one-stage UASB process: Limits in co-substrates ratio and organic loading rate,» *Chemical Engineering Journal*, 262, pp. 784-802, 2015.
- [19] C. Fernández, M. Cuetos, E. Martínez y X. Gomez, «Thermophilic anaerobic digestion of cheese whey: Coupling H<sub>2</sub> and CH<sub>4</sub> production,» *Biomass and Bioenergy*, 81, pp. 52-62, 2015.
- [20] J. Mata-Alvarez, D. Dosta, J. Romero-Güiza, X. Fonoll, M. Peces y S. Astals, «A critical review on anaerobic co-digestion achievements between 2010 and

- 2013,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 36, p. 412–427, 2014.
- [21] M. Dareioti y M. Kornaros, «Anaerobic mesophilic co-digestion of ensiled sorghum, cheese whey and liquid cow manure in a two-stage CSTR system: Effect of hydraulic retention time,» *Bioresource Technology* 175, p. 553–562, 2015.
- [22] A. Saddoud, I. Hassaïri y S. Sayadi, «Anaerobic membrane reactor with phase separation for the treatment of cheese whey,» *Bioresource Technology*, Volume 98, pp. 2102-2108, 2007.
- [23] R. Gonzalez, E. Lopez y C. 2. Plaza, «Lettuce response to phosphorus fertilization with struvite recovered from municipal wastewater,» *Hortscience* 44, pp. 426-430, 2009.
- [24] A. R. Prazeres, F. Carvalho y J. Rivas, «Cheese whey management : A review,» *Journal of Environment Management*, Volume 110, pp. 48-68, 2012.
- [25] H. Escalante-Hernández, L. Castro, V. Besson y J. Jaimes-Estévez, «Feasibility of the anaerobic digestion of cheese whey in a Plug Flow Reactor (PFR) under local conditions,» *ingeniería. Investigación y Tecnología*, 18(3), 2017.
- [26] I. Angelidaki, D. Karakashev, D. J. Batsone, C. Plugge y A. J. Stams, «Biomethanisation and its potential,» de *Methods in Enzymology*, vol. 494, A. M. Rosenzweig, & S.W. Ragsdale (Edits.), 2011, pp. 328-347.
- [27] A. Astals, M. Esteban-Gutiérrez, T. Fernández-Arávalo, E. Aymerich, J. García-Heras y J. Mata-Alvarez, «Anaerobic digestion of seven different sewage sludges: A biodegradability and modelling study,» *water research*, vol. 47, pp. 6033 - 6043, 2013.
- [28] T. Ergüder, U. Tezel, E. Güven y G. Demirer, «Anaerobic biotransformation and methane generation potential of cheese whey in batch and UASB reactors,» *Waste management*, 21(7), pp. 643-650, 2001.
- [29] R. Labatut, L. Angenent y N. Scott, «Biochemical methane potential and biodegradability of complex organic substrates,» *Bioresource technology*, 102(3), pp. 2255-2264, 2011.
- [30] X. Wang, G. Yang, F. Li, Y. Feng, G. Ren y X. Han, «Evaluation of two statistical methods for optimizing the feeding composition in anaerobic co-

- digestion: Mixture design and central composite design,» *Bioresource Technology*, vol. 131, p. 172–178, 2013.
- [31] W. Tao, K. Fattah y M. Huchzermeier, «Struvite recovery from anaerobically digested dairy manure: A review of application potential and hindrances,» *Journal of Environmental Management* 169, pp. 46-57, 2016.
- [32] APHA, «Standard methods for the examination of water and waste water APHA,» Washington: APHA., 2005.
- [33] B. Purser, S. Thai, T. Fritz, S. Esteves, R. Dinsdale y A. Guwy, «An improved titration model reducing over estimation of total volatile fatty acids in anaerobic digestion of energy crop, animal slurry and food waste,» *Water research*, 61, pp. 162-170, 2014.
- [34] F. Raposo, R. Borja, J. Cacho, J. Mumme, K. Orupöld, S. Esteves y I. Wierinck, «First international comparative study of volatile fatty acids in aqueous samples by chromatographic techniques: Evaluating sources of error,» *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, pp. 127-143, 2013.
- [35] J. Martí-Herrero y J. Cipriano, «Design methodology for low cost tubular digesters,» *Bioresource Technology*, 108,, pp. 21-27, 2012.
- [36] M. Alzate y M. Quintero Silva, «Caracterización de grupos tróficos durante un proceso de digestión anaerobia con lodo estiércol bovino usando un método de bajo costo,» *ION*, 2017.
- [37] I. Angelidaki, M. Alves, D. Bolzonella, L. Borzacconi, J. Campos, A. Guwy y J. Van Lier, «Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays,» *Water Science & Technology*, 2010.
- [38] M. Romero-Güiza, R. Wahid, V. Hernández, H. Møller y B. Fernández, «Improvement of wheat straw anaerobic digestion through alkali pre-treatment: Carbohydrates bioavailability evaluation and economic feasibility,» *Science of the Total Environment*, pp. 651-659, 2017.
- [39] K. Yetilmezsoy, F. Ilhan, E. Kocak y H. Akbin, «Feasibility of struvite recovery process for fertilizer industry: A study of financial and economic analysis,» *Journal of Cleaner Production*, 152, pp. 88-102, 2017.

- [40] F. KARGI y S. UZUNÇAR, «Simultaneous hydrogen gas formation and COD removal from cheese whey wastewater by electrohydrolysis.,» *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 37, pp. 11656-11665, 2012.
- [41] N. Brown, J. Güttler y A. Shilton, «Overcoming the challenges of full scale anaerobic co-digestion of casein whey,» *Renowable energy*, 96, pp. 425-432, 2016.
- [42] L. Castro, H. Escalante, J. Jaimes-Estévez, L. Díaz, K. Vecino, G. Rojas y L. Mantilla, «Low cost digester monitoring under realistic conditions: Rural use of biogas and digestate quality,» *Bioresource Technology*, 239, pp. 311-317, 2017.
- [43] C. F. Rodríguez, «SUBPRODUCTOS DE LA INDUSTRIA QUESERA Y FORMAS DE APROVECHAMIENTO,» de *Obtención de Biogás e hidrógeno*, Doctoral dissertation, Universidad de León, 2014, pp. 10-15.
- [44] J. Gelegenis, D. Georgakakis, I. Angelidaki and V. Mavris, “Optimization of biogas production by co-digesting whey with diluted poultry manure,” *Renewable Energy*, p. 2147–2160, 2007.
- [45] V. Riggio, E. Comino and M. Rosso, “Above ground part of common reed to enhance anaerobic co-digestion of farm biomasses: Potential, monitoring and efficiency,” *Ecological Engineering*, pp. 35-41, 2015.
- [46] C. Cavinato, F. Cavinato, D. Bolzonella y P. Pavan, «Thermophilic anaerobic co-digestion of cattle manure with agro-wastes and energy crops: comparison of pilot and full scale experiences,» *Bioresource technology*, 101(2), pp. 545-550, 2011.
- [47] F. Shah, Q. Mahmood, N. Rashid, A. Pervez, I. Raja y M. Shah, « Co-digestion, pretreatment and digester design for enhanced methanogenesis,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 42, pp. 627-642, 2015.
- [48] D. Mara y N. J. Horan, «Handbook of water and wastewater microbiology.,» *Academic press.*, 2003.
- [49] H. Escalante, L. Castro, M. Amaya, L. Jaimes y J. Jaimes-Estévez, «Anaerobic digestion of cheese whey: Energetic and nutritional potential for the dairy sector in developing countries,» *Waste Management*, 71, pp. 711-718, 2018.

- [50] F. M. Hernández, Producción de biogás con suero de queso: Tratamiento y generación de energía renovable a partir del lactosuero, Francisco M. Hernández, 2015, p. 24.
- [51] N. M. Ortega, «Phosphorus Precipitation in Anaerobic Digestion Process,» Universal publishers, 2006, pp. 10-11.
- [52] G. M. Hall y J. Howe, «Energy from waste and the food processing industry,» *Process Safety and Environmental Protection* 90(3), pp. 203-212, 2012.
- [53] P. D. Jensen, C. M. Mehta, C. Carney y D. J. Batstone, «Recovery of energy and nutrient resources from cattle paunch waste using temperature phased anaerobic digestion,» *Waste Management* 51, pp. 72-80, 2016.
- [54] C. Mao, Y. Feng, X. Wang y G. Ren, «Review on research achievements of biogas from anaerobic digestion,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 45, pp. 540-555, 2015.
- [55] A. Mawson, «Bioconversions for whey utilization and waste abatement.,» *Bioresource Technology*, 47, pp. 195-203, 1994.
- [56] G. K. Kafle y L. Chen, «Comparison on batch anaerobic digestion of five different livestock manures and prediction of biochemical methane potential (BMP) using different statistical models.,» *Waste Management*, 48., pp. 492-502, 2016.
- [57] N. Navaratnam, P. Topczewski, S. Royer y D. H. Zitomer, «Anaerobic Co-Digestion for Increased Renewable Energy,» *Water Environment Federation*, vol. 15, pp. 2723-2737, 2010.
- [58] N. Navaneethan, P. Topczewski, S. Royer y D. Zitomer, « Blending anaerobic co-digestates: synergism and economics,» *Water Science & Technology*, vol. 63, n° 12, pp. 2916-2922, 2011.
- [59] S. Astals, D. Batstone, J. Mata-Alvarez y P. Jensen, «Identification of synergistic impacts during anaerobic co-digestion of organic wastes,» *Bioresource Technology*, vol. 169, p. 421–427, 2014.
- [60] P. Venkateswara y S. Baral, «Experimental design of mixture for the anaerobic co-digestion of sewage sludge,» *Chemical Engineering Journal*, vol. 171, p. 977–986, 2011.

- [61] Y. Li, R. Zhang, Y. He, C. Zhang, X. Liu, C. Chen y G. Lui, «Anaerobic co-digestion of chicken manure and corn stover in batch and continuously stirred tank reactor (CSTR),» *Bioresource Technology* , vol. 156, p. 342–347, 2014.
- [62] S. Astals, D. Batstone, S. Tait y P. Jensen, «Development and validation of a rapid test for anaerobic inhibition and toxicity,» *Water Research*, p. 208–215, 2015.
- [63] M. Garfí, L. Ferrer-Martí, I. Perez, X. Flotats y I. Ferrer, «Codigestion of cow and guinea pig manure in low-cost tubular digesters at high altitude,» *Ecological engineering*, 37(12), pp. 2066-2070, 2011.
- [64] C. Zhang, H. Su, J. Baeyens y T. Tan, «Reviewing the anaerobic digestion of food waste for biogas production,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 38, pp. 383-392, 2014.
- [65] M. H. Gerard, *The microbiology of anaerobic digesters*, John Wiley & Sons, 2003.
- [66] S. Lansing, J. Viquez, H. Martínez, R. Botero y J. Martine, «Quantifying electricity generation and waste transformations in a low-cost, plug-flow anaerobic digestion system,» *Ecological Engineering*, 34 (4), vol. 34, pp. 332-348, 2008.
- [67] S. Lansing, R. B. Botero and J. F. Martin, "Waste treatment and biogas quality in small-scale agricultural digesters," *Bioresource Technology*, vol. 99, no. 13, pp. 5881-5890, 2008.
- [68] F. Raposo, M. De la Rubia, V. Fernández-Cegrí y R. Borja, «Anaerobic digestion of solid organic substrates in batch mode: an overview relating to methane yields and experimental procedures.,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(1), pp. 861-877, 2012.
- [69] K. Hagos, J. Zong, D. Li, C. Liu y X. Lu, «Anaerobic co-digestion process for biogas production: Progress, challenges and perspectives,» *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2017.
- [70] N. T. García y L. E. Lambis, *Estudio preliminar de la producción de biogás mediante codigestión de gallinaza de jaula con melaza, lodo residual y aceite de oliva como co-sustratos*, Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2013.

- [71] D. Cirne, X. Paloumet, L. Björnsson, M. Alves y B. Mattiasson, «Anaerobic digestion of lipid-rich waste—effects of lipid concentration,» *Renewable energy*, 32(6), pp. 965-975, 2007.
- [72] G. C. Ramírez Sánchez, Valoración de la producción de biogás durante un proceso de digestión anaerobia con contenido ruminal de origen bovino bajo condiciones de tiempo, carga y temperatura diferenciales., 2016.
- [73] CIEMAT, La biomasa como fuente de energía y productos para la agricultura y la industria, 2017.
- [74] DANE, «Encuesta Nacional de Calidad de Vida -ECV- 2016,» 2016. [En línea]. Available: <https://www.dane.gov.co/index.php/estadisticas-por-tema/salud/calidad-de-vida-ecv/encuesta-nacional-de-calidad-de-vida-ecv-2016>.
- [75] K. Aboudi, C. Álvarez y L. Romero, «Semi-continuous anaerobic co-digestion of sugar beet byproduct and pig manure: Effect of the organic loading rate (OLR) on process performance,» *Bioresource Technology* 194, p. 283–290, 2015.
- [76] P. E. Poh y M. F. Chong, «Development of anaerobic digestion methods for palm oil mill effluent (POME) treatment,» *Bioresource technology*, 100(1), pp. 1-9, 2009.
- [77] T. Liu y S. Ghosh, «Phase separation during anaerobic fermentation of solid substrates in an innovative plug flow reactor,» *Water Sciences Technology*, 36 (6), pp. 303-310, 1997.
- [78] K. Stamatelatou, N. Giantsiou, V. Diamantis, C. Alexandris, A. Alexandris y A. Aivasidi, «Anaerobic digestion of cheese whey wastewater through a two stage system,» de *3rd International Conference on Industrial and Hazardous Waste Management*, Chania, Greece, 2012.
- [79] K. Wang, «Anaerobic digestion of food waste for volatile fatty acids production with different types of inoculum: effect of pH,» *Bioresource Technology*, 161, pp. 396-401, 2014.
- [80] Z. Xu, M. Zhao, M. H. Z. Huang, S. Gao y W. Ruan, «In situ volatile fatty acids influence biogas generation from kitchen wastes by anaerobic digestion,» *Bioresource Technology*, Volume 163, pp. 186-192, 2014.

- [81] M. Quintero, L. Castro, C. Ortiz, C. Guzmán y H. Escalante, «Enhancement of starting up anaerobic digestion of lignocellulosic substrate: fique's bagasse as an example.,» *Bioresource Technology Vol 108* , pp. 8-13, 2012.
- [82] FAO, World fertilizer trends and outlook to 2018, Rome: Food an agriculture organization of the united nations, 2015.
- [83] A. Edrisi, Z. Mansoori y B. Dabir, «International Journal of Greenhouse Gas Control Urea synthesis using chemical looping process – Techno-economic evaluation of a novel plant configuration for a green production,» *International Journal of Greenhouse Gas Control 44*, pp. 42-51, 2016.
- [84] B. Etter, E. Tilley, R. Khadka and K. Udert, "Low-cost struvite production using source-separated urine in Nepal," *water re search*, vol. 45, pp. 852-862, 2011.
- [85] S. G. Barbosa, L. Peixoto, B. Meulman, M. M. Alves y M. A. Pereira, «A design of experiments to assess phosphorous removal and crystal properties in struvite precipitation of source separated urine using different Mg sources,» *Chemical Engineering Journal* , vol. 298 , pp. 146-153, 2016.
- [86] H. Huang, P. Zhang, Z. Zhang, J. Liu, J. Xiao and F. Gao, "Simultaneous removal of ammonia nitrogen and recovery of phosphate from swine wastewater by struvite electrochemical precipitation and recycling technology," *Journal of Cleaner Production*, vol. 127, pp. 302-310, 2016.
- [87] Q. Zhao, T. Zhang, C. Frear, K. Bowers, J. Harrison and S. Chen, "Phosphorous Recovery Technology in Conjunction with Dairy Anaerobic Digestion," *Climate Friendly Farming*, vol. 1, pp. 1-34, 2010.
- [88] J. D. Doyle y S. A. Parsons, «Struvite formation, control and recovery,» *Water Research*, vol. 36, pp. 3925-3940, 2002.
- [89] X. Zhang, J. Hu, H. Spanjers y J. B. v. Lier, «Struvite crystallization under a marine/brackish aquaculture condition,» *Bioresource Technology*, vol. 218, pp. 1151-1156, 2016.
- [90] R. Seviour, T. Mino y M. Onuki, «The microbiology of biological phosphorus removal in activated sludge systems,» *FEMS Microbiology Reviews* , nº 27, pp. 99-127, 2003.
- [91] N. Martí Ortega, Phosphorus Precipitation in Anaerobic Digestion Process, Florida: Dissertation.com, 2006.

- [92] K. Möller y T. Müller., «Effects of anaerobic digestion on digestate nutrient availability and crop growth: a review,» *Engineering in Life Sciences*, vol. 12, nº 3, pp. 242-257, 2012.
- [93] J. Schmidt y B. Ahring, «Effects of magnesium on thermophilic acetate-degrading granules in upflow anaerobic sludge blanket (UASB) reactors,» *Enzyme and microbial technology*, 15(4), pp. 304-310, 1993.
- [94] C. Chauhan, K. Joseph, B. Parekh y M. Joshi, «Growth and characterization of struvite crystals,» *Indian Journal of Pure & Applied Physics*, vol. 46 , pp. 507-512, 2008.
- [95] G. Kurtulus y A. Tas, «Transformations of neat and heated struvite (MgNH<sub>4</sub>PO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O),» *Materials Letters*, vol. 65, pp. 2883-2886, 2011.
- [96] S. Muryanto, S. Sutanti y M. Kasmiyatun, «Inhibition of struvite crystal growth in the presence of herbal extract orthosiphon aristatus BL.MIQ,» *MATEC Web of Conferences*, vol. 18, pp. 1-5, 2016.
- [97] C. K. Chauhan y M. J. Joshi, «In vitro crystallization, characterization and growth-inhibition study of urinary type struvite crystals,» *Journal of Crystal Growth*, vol. 362 2013, pp. 330-337, 2013.
- [98] E. Herald, F. Rahmawati, Heriyanto and D. P. Putra, "Preparation of struvite from desalination waste," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 5 , pp. 1666-1675, 2017.
- [99] Y. Jaffer, T. Clark, P. Pearce y S. Parsons, «Potential phosphorus recovery by struvite formation,» *Water Research*, vol. 36, p. 1834–1842, 2002.
- [100] X. Wang, G. Yang, F. Li, Y. Feng y G. Ren, «Response surface optimization of methane potentials in anaerobic co-digestion of multiple substrates: dairy, chicken manure and wheat straw,» *Waste Management & Research*, vol. 31, nº 1, p. 60 – 66, 2013b.