



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA
DEL ESTADO DE MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**“MEDICIÓN DE MATERIAL POLISACÁRIDO
EXTRACELULAR E IDENTIFICACIÓN DE
LA DISTRIBUCIÓN DE SITIOS
ANIÓNICOS EN LODOS
RESIDUALES”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA:

ELIZABETH LÓPEZ GONZÁLEZ

DIRECTOR INTERNO:

M. en I. CARLOS E. BARRERA DÍAZ

DIRECTOR EXTERNO:

Dr. JAIME M. GARFIAS SOLIZ



TOLUCA, MÉXICO

SEPTIEMBRE 2001.



Universidad Autónoma del Estado de México
UAEM FACULTAD DE QUIMICA

DEPENDENCIA: CONTROL ESCOLAR.
 3o. (EV. PROFESIONAL.)
 OFICIO No. 381/2001

TOLUCA, MEXICO
 08 DE AGOSTO DEL 2001

P. I. Q. ELIZABETH LOPEZ GONZALEZ
 FACULTAD DE QUIMICA, U.A.E.M.
 P R E S E N T E:

La Dirección de la Facultad de Química de la U.A.E.M., comunica a Usted que el Jurado de su Evaluación Profesional estará formado por:

QUIM. SERGIO ARTURO SALAZAR MAYA.
 PRESIDENTE.

M. EN I. THELMA BEATRIZ PAVON SILVA.
 SECRETARIO.

M. EN I. CARLOS EDUARDO BARRERA DIAZ.
 PRIMER VOCAL.

M. EN I. VICTOR FRANCISCO PACHECO SALAZAR.
 SEGUNDO VOCAL.

M. EN E. ARTURO COLIN CRUZ.
 TERCER VOCAL.

M. EN SHO. ESTHER GOMORA TORRES.
 SUPLENTE.

QUIM. JAIME FLORES ESTRADA.
 SUPLENTE.

A T E N T A M E N T E
 PATRIA, CIENCIA Y TRABAJO.
 " 2001, AÑO DE LA UNIVERSIDAD PUBLICA MEXICANA

M. EN ED. LUZ MARIA SOLÍS SEGURA
 DIRECTORA.



U. A. E. M.
 FACULTAD DE QUIMICA
 DIRECCION

c.c.p. Depto. de Control Escolar.- Fac. de Química, UAEM.

El presente trabajo se llevó a cabo en el Centro Interamericano de Recursos del Agua (CIRA), bajo la dirección del Dr. Jaime M. Garfias Soliz, como parte de un proyecto de investigación del CONACYT con clave 1310/98 y número de referencia 3642-A.

AGRADECIMIENTOS

Al Sistema Ecológico de Regeneración de Aguas Residuales Industriales S. A de C. V. (***RECICLAGUA***), por todas las facilidades y el apoyo brindado en el desarrollo del presente trabajo de investigación.

Al Centro Interamericano de Recursos del Agua (***CIRA***) por todas las facilidades otorgadas para el desarrollo de la parte experimental del presente trabajo.

A todo el personal de la *Facultad de Química* de la UAEM quienes contribuyeron a que el presente trabajo se llevara a cabo en buen término.

Agradezco al *M. en I. Carlos E. Barrera Díaz* por haber contribuido en mi formación profesional, y por el apoyo brindado al dirigir el presente trabajo.

Al *Dr. Jaime M. Garfias Soliz* por su valiosa cooperación en la dirección de este trabajo, y por las facilidades brindadas durante el desarrollo del mismo.

Al *M. en C. Jorge A. Lugo de la Fuente* por su ayuda en el análisis de carbohidratos, y por el apoyo recibido durante la realización de este trabajo.

A todo el personal del *Laboratorio de Edafología y de Micología* de la Facultad de Biología de la UAEM por el apoyo en el análisis de carbohidratos y toma de fotografías para el presente trabajo.

DEDICATORIAS

A Dios.

Gracias Señor por darme la oportunidad de vivir, de realizar mis sueños, y por permitirme estar al lado de mis seres queridos.

A mis padres

Cornelio y Silvia por su apoyo, paciencia y comprensión recibido durante todo momento de mi vida.

A mis hermanos.

Cristian y Vinicio gracias por apoyarme en los momentos más difíciles y por haber compartido conmigo momentos inolvidables

A mis amigos

Oswelia, Tania y Dense quienes en los momentos más importantes de mi vida han estado a mi lado apoyándome y alentándome a seguir adelante.

Gracias a todos las personas que de alguna manera me han apoyado a lo largo de mi vida.

RESUMEN

En el presente trabajo se realizó la caracterización fisicoquímica de lodos primarios, secundarios y mixtos, en donde se tomaron en cuenta algunos parámetros como: temperatura, pH, contenido de sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites. Los lodos residuales estudiados se obtuvieron de la planta de tratamiento de aguas residuales **RECICLAGUA**, la cual se encuentra ubicada en Lerma, Estado de México. Una vez realizada la caracterización, se empleó un marcador de tipo catiónico (rojo de rutenio) para localizar la distribución de sitios aniónicos que se observaron en un microscopio y que se realizó antes del acondicionamiento. Además el marcador rojo de rutenio fue utilizado para medir el material polisacárido extracelular que contienen los lodos, lo cual se realizó en los lodos antes y después del acondicionamiento.

Los resultados obtenidos en la caracterización de los lodos residuales muestran las semejanzas y diferencias existentes entre los lodos estudiados. En la caracterización, se observó que los lodos primarios y mixtos tienen una similitud en cuanto a sus características físicas, tales como el contenido de sólidos suspendidos en donde se encontró un contenido de 32.5 g/L en lodos primarios, 26.3 g/L en los lodos mixtos, en donde, ambos tienen la misma composición porcentual en sólidos con un 68% de sólidos suspendidos volátiles (SSV) y 32% de sólidos suspendidos fijos (SSF). Los lodos secundarios, sin embargo presentaron 7.2 g/L de sólidos suspendidos, cuya composición porcentual es de 79% de SSV y 21% de SSF. En estos resultados se puede ver que los lodos presentan en general un alto contenido de sólidos suspendidos volátiles, los cuales están directamente relacionados con la cantidad de materia orgánica que éste presenta.

En lo que respecta a las características químicas como: concentración de grasas y aceites, se encontró 4.3 g/L para los lodos primarios, 2.4 g/L en los lodos mixtos y 0.5 g/L en lodos secundarios. El contenido de carbohidratos encontrados en los lodos es de 5 g/L en lodos mixtos, 4.1 g/L en primarios y 2.7 g/L en lodos secundarios. En la caracterización química se aprecian diferencias más notables en los lodos estudiados, que las que se obtuvieron en la caracterización física.

El acondicionamiento de los lodos residuales se llevó a cabo mediante el empleo de tres polímeros, los cuales tienen diferente peso molecular y densidad de carga. Los polímeros que fueron empleados para este trabajo fueron: el **percol 757, 755 y 368**. El acondicionamiento con dichos polímeros se realizó a concentraciones de 200, 250 y 300 mg/L (ppm).

Los resultados obtenidos con el marcador rojo de rutenio para la identificación de sitios aniónicos en los lodos residuales, se puede apreciar en las microfotografías tomadas que se encuentran en el Capítulo IV, en donde, se pueden apreciar algunas células marcadas en los lodos, así en los lodos secundarios se observó una mayor cantidad de células marcadas, en donde dado que algunas células son diferentes, en cuanto a su composición, el marcado difirió también en las células. En los lodos primarios se observó una menor cantidad de material marcado y en los lodos mixtos el marcado fue mayor al de los lodos primarios y menor que en los secundarios.

En cuanto a la medición del material polisacárido extracelular, se encontró en los lodos secundarios la mayor concentración de material polisacárido extracelular, siendo esta de 0.0561 mg/mg lodo seco a pH de 7.2. En los lodos mixtos se encontró una cantidad de 0.0462 mg/mg lodo seco, y en los lodos primarios se tuvo una cantidad de 0.0206 mg/mg lodo seco en una muestra con las mismas características que la primera.

Los lodos secundarios son los que presentaron la mayor cantidad de sitios aniónicos y de material polisacárido extracelular, lo cual se debe principalmente a la actividad biológica desarrollada por los microorganismos en estos lodos. Los lodos primarios, sin embargo tienen la menor cantidad de sitios aniónicos y de material extracelular, debido a la escasa actividad biológica que tienen. Los lodos mixtos, sin embargo, están en un rango intermedio entre los lodos primarios y secundarios, en cuanto a sitios aniónicos y material extracelular, esto puede deberse principalmente a que estos, son el producto de la mezcla de estos dos (primarios y secundarios) antes de ser acondicionados con el polímero.

GLOSARIO

Biopelículas: Polímero sintetizado por las bacterias que se localiza en la parte externa de la membrana en forma de película.

Caracterización de los lodos: Para este trabajo, la caracterización de lodos residuales consta de la medición de temperatura, pH, sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites.

Exopolímeros o biopolímeros: Es el polímero producido por las bacterias presentes en los lodos, formando una membrana alrededor de la célula.

Flóculo: Pequeña masa gelatinosa formada en un líquido por la adición de coagulantes o por medio de procesos químicos o por aglomeración. Los flóculos están constituidos principalmente de materia orgánica procedente de las aguas residuales, poblados de bacterias y otras formas de vida biológica.

Hidrofilicidad: Es una característica, en la cual se tiene afinidad por el agua, es decir, que puede absorber agua.

Hidrofobicidad: Es una característica, en la cual no se tiene afinidad al agua.

Sedimentabilidad: Es la tendencia de los sólidos suspendidos a sedimentar.

Tiempo de succión capilar: Indica la resistencia a la eliminación de agua y se mide en unidades de tiempo.

GLOSARIO

Biopelículas: Polímero sintetizado por las bacterias que se localiza en la parte externa de la membrana en forma de película.

Caracterización de los lodos: Para este trabajo, la caracterización de lodos residuales consta de la medición de temperatura, pH, sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites.

Exopolímeros o biopolímeros: Es el polímero producido por las bacterias presentes en los lodos, formando una membrana alrededor de la célula.

Flóculo: Pequeña masa gelatinosa formada en un líquido por la adición de coagulantes o por medio de procesos químicos o por aglomeración. Los flóculos están constituidos principalmente de materia orgánica procedente de las aguas residuales, poblados de bacterias y otras formas de vida biológica.

Hidrofilicidad: Es una característica, en la cual se tiene afinidad por el agua, es decir, que puede absorber agua.

Hidrofobicidad: Es una característica, en la cual no se tiene afinidad al agua.

Sedimentabilidad: Es la tendencia de los sólidos suspendidos a sedimentar.

Tiempo de succión capilar: Indica la resistencia a la eliminación de agua y se mide en unidades de tiempo.

ÍNDICE GENERAL

<i>RESUMEN</i>	<i>I</i>
<i>GLOSARIO</i>	<i>III</i>
<i>ÍNDICE GENERAL</i>	<i>IV</i>
<i>ÍNDICE DE CUADROS</i>	<i>VII</i>
<i>ÍNDICE DE FIGURAS</i>	<i>VIII</i>

CAPÍTULO I GENERACIÓN DE LODOS PROVENIENTES DEL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES *I*

1.1 INTRODUCCIÓN	1
1.1.1 Tratamiento del agua residual	2
1.1.2 Tratamiento preliminar	3
1.1.3 Tratamiento primario	3
1.1.4 Tratamiento secundario	4
1.1.5 Tratamiento terciario	5
1.1.6 Tratamiento cuaternario	6
1.1.7 Cloración	6
1.2 BENEFICIOS DEL TRATAMIENTO DEL AGUA RESIDUAL	9
1.3 DESCRIPCIÓN DE LA GENERACIÓN DE LODOS INDUSTRIALES	9
1.4 TRATAMIENTO DE LODOS RESIDUALES	12
1.4.1 Tipos de lodos residuales	13
1.4.2 Tratamiento de lodos	15
1.5 USO Y DISPOSICIÓN FINAL	21

**CAPÍTULO II PARTICULARIDADES DE LA DESHIDRATACIÓN
DE LOS LODOS RESIDUALES _____ 23**

2.1 INTRODUCCIÓN _____	23
2.2 PROPIEDADES BIOQUÍMICAS DE LOS LODOS RESIDUALES _____	25
2.2.1 Tiempo de succión capilar _____	26
2.2.2 Sólidos totales _____	26
2.2.3 Proteínas _____	27
2.2.4 Carbohidratos _____	27
2.2.5 Lípidos _____	28
2.3 DESHIDRATACIÓN DE LODOS RESIDUALES _____	29
2.3.1 Deshidratación natural _____	29
2.3.2 Deshidratación mecánica _____	29
2.3.3 Acondicionamiento de lodos con polielectrolitos _____	30
2.3.4 Problemática de los lodos a la deshidratación _____	36
2.3.5 Composición y estructura de los flóculos de los lodos residuales. _____	38
2.4 MATERIAL POLISACÁRIDO EXTRACELULAR _____	42
2.4.1 Origen y caracterización del polímero extracelular _____	47
2.4.2 Localización de sitios cargados aniómicamente en lodos _____	51
2.4.3 Medición del material polisacárido extracelular en los flóculos de los lodos _____	54
2.5 HIPÓTESIS _____	55
2.6 OBJETIVO GENERAL _____	55
2.6.1 Objetivos particulares _____	55

CAPÍTULO III DESARROLLO EXPERIMENTAL _____ 57

3.1 INTRODUCCIÓN _____	57
3.2 ORIGEN DE LAS MUESTRAS _____	59
3.3 MUESTREO Y CONSERVACIÓN DE LAS MUESTRAS _____	59
3.4 METODOLOGÍA _____	60
3.5 CARACTERIZACIÓN _____	60
3.6 LODOS MARCADOS CON ROJO DE RUTENIO _____	62
3.6.1 Identificación de la distribución de los sitios aniónicos en lodos residuales _____	63
3.6.2 Medición del material polisacárido extracelular _____	63
3.6.3 Acondicionamiento de lodos con polímeros _____	64
3.6.4 Preparación del polielectrolito _____	65
3.6.5 Prueba de jarras _____	65

CAPÍTULO IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN	67
4.1 INTRODUCCIÓN	67
4.2 PRESENTACIÓN DE RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN	
DE LODOS RESIDUALES	67
4.2.1 Temperatura	73
4.2.2 Concentración de iones hidrógeno (pH)	74
4.2.3 Sólidos suspendidos	75
4.2.4 Grasas y aceites	77
4.2.5 Carbohidratos	78
4.3 PRESENTACIÓN DE RESULTADOS CON EL MARCADOR ROJO	
DE RUTENIO	80
4.3.1 Distribución de los sitios aniónicos en los lodos residuales	81
4.3.2 Medición del material polisacárido extracelular	92
CONCLUSIONES	105
RECOMENDACIONES	109
REFERENCIAS	110
ANEXOS	115
A. DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA ^(15, 20)	115
B. DETERMINACIÓN DEL pH ^(15, 20)	117
C. SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES, FIJOS Y VOLÁTILES ^(15, 20)	119
D. GRASAS Y ACEITES ^(15, 20, 35)	123
E. POLISACÁRIDOS LÁBILES (CARBOHIDRATOS) ⁽⁵⁾	128
F. MÉTODO DE ADSORCIÓN DEL MARCADOR ROJO DE RUTENIO ⁽¹³⁾	131

ÍNDICE DE CUADROS

CAPÍTULO II

<i>Cuadro 2. 1</i>	<i>Características físicas y bioquímicas de los lodos.</i>	26
<i>Cuadro 2. 2</i>	<i>Tipos de residuo y microorganismos asociados.</i>	48

CAPÍTULO III

<i>Cuadro 3. 1</i>	<i>Características de los polielectrolitos.</i>	65
--------------------	-------------------------------------------------	----

CAPÍTULO IV

<i>Cuadro 4.1</i>	<i>Anotaciones en el muestreo.</i>	68
<i>Cuadro 4.2</i>	<i>Datos para la curva de calibración de Carbohidratos.</i>	69
<i>Cuadro 4.3</i>	<i>Características Físicoquímicas de los lodos primarios.</i>	70
<i>Cuadro 4.4</i>	<i>Características Físicoquímicas de los lodos secundarios.</i>	71
<i>Cuadro 4.5</i>	<i>Características Físicoquímicas de los lodos mixtos.</i>	72
<i>Cuadro 4.6</i>	<i>Datos para la curva de calibración del marcador Rojo de Rutenio.</i>	92
<i>Cuadro 4.7</i>	<i>Lodos primarios sin acondicionar y marcados a diferente pH.</i>	94
<i>Cuadro 4.8</i>	<i>Lodos secundarios sin acondicionar y marcados a diferente pH.</i>	94
<i>Cuadro 4.9</i>	<i>Lodos mixtos sin acondicionar y marcados a diferente pH.</i>	94
<i>Cuadro 4.10</i>	<i>Lodos primarios acondicionados y marcados con rojo de rutenio.</i>	95
<i>Cuadro 4.11</i>	<i>Lodos secundarios acondicionados y marcados con rojo de rutenio.</i>	96
<i>Cuadro 4.12</i>	<i>Lodos mixtos acondicionados y marcados con rojo de rutenio.</i>	97
<i>Cuadro 4.13</i>	<i>Características de los flóculos obtenidos en el acondicionamiento.</i>	102

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO I

<i>Figura 1. 1</i>	<i>Tratamiento del agua residual.</i>	<i>8</i>
<i>Figura 1. 2</i>	<i>Esquema simplificado de la Planta de Tratamiento RECICLAGUA.</i>	<i>11</i>
<i>Figura 1. 3</i>	<i>Producción de lodos residuales.</i>	<i>20</i>

CAPÍTULO II

<i>Figura 2. 1</i>	<i>Mecanismo de floculación con polielectrolitos.</i>	<i>32</i>
<i>Figura 2. 2</i>	<i>Cortes secuenciales de un flóculo de lodo.</i>	<i>41</i>
<i>Figura 2. 3</i>	<i>Composición de las paredes celulares de las bacterias gram positivas y negativas.</i>	<i>49</i>
<i>Figura 2. 4</i>	<i>Estructura de la Membrana Celular.</i>	<i>50</i>
<i>Figura 2. 5</i>	<i>Lodo marcado con rojo de rutenio.</i>	<i>52</i>

CAPÍTULO III

<i>Figura 3. 1</i>	<i>Esquema del Desarrollo Experimental.</i>	<i>58</i>
<i>Figura 3. 2</i>	<i>Fórmula general del marcador rojo de rutenio.</i>	<i>62</i>
<i>Figura 3. 3</i>	<i>Fórmula General de los polielectrolitos.</i>	<i>64</i>
<i>Figura 3. 4</i>	<i>Prueba de Jarras con agitador de propelas.</i>	<i>66</i>

CAPÍTULO IV

Figura 4. 1	Curva de calibración de Carbohidratos.	69
Figura 4. 2	Temperatura de los lodos residuales.	73
Figura 4. 3	Concentración de iones hidrógeno (pH) en lodos residuales.	74
Figura 4. 4	Concentración de sólidos suspendidos en lodos residuales.	76
Figura 4. 5	Concentración de grasas y aceites en lodos residuales.	78
Figura 4. 6	Concentración de carbohidratos en lodos residuales.	80
Figura 4. 7	Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.	82
Figura 4. 8	Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.	83
Figura 4. 9	Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.	83
Figura 4. 10	Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.	84
Figura 4. 11	Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.	84
Figura 4. 12	Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.	86
Figura 4. 13	Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.	86
Figura 4. 14	Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.	87
Figura 4. 15	Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.	87
Figura 4. 16	Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.	88
Figura 4. 17	Microfotografía de una muestra de lodo mixto marcado con rojo de rutenio.	89
Figura 4. 18	Microfotografía de una muestra de lodo mixto marcado con rojo de rutenio.	90
Figura 4. 19	Microfotografía de una muestra de lodo mixto marcado con rojo de rutenio.	90
Figura 4. 20	Curva de calibración del marcador Rojo de rutenio.	93
Figura 4. 21	Microfotografía tomada a un flóculo de lodo primario.	100
Figura 4. 22	Microfotografía tomada a un flóculo de lodo secundario.	100
Figura 4. 23	Microfotografía tomada a un flóculo de lodo mixto.	101
Figura 4. 24	Microfotografía tomada a una muestra de lodo que contiene burbujas de aire.	101

CAPÍTULO I

GENERACIÓN DE LODOS PROVENIENTES DEL TRATAMIENTO DE AGUAS RESIDUALES

1.1 INTRODUCCIÓN

En nuestro planeta el agua está en todas partes, se puede encontrar en los océanos, lagos, ríos, y en los campos extensos de hielo de los polos; cubriendo así cerca de las tres cuartas partes de la superficie de la Tierra; conjuntamente estas extensiones contienen más de 1,350 millones de kilómetros cúbicos de agua. Así mismo, por debajo de la superficie, podemos encontrar filtrándose por suelos y rocas, más de 7 millones de kilómetros cúbicos de aguas subterráneas, y en la atmósfera terrestre existen otros 15,000 kilómetros cúbicos de agua, casi toda ella en forma de vapor⁽³¹⁾.

Teóricamente el volumen del agua que existe en el planeta es el mismo, desde hace millones de años. Sin embargo, el agua dulce disponible (de ríos y aguas subterráneas), que la humanidad puede utilizar para desarrollar sus actividades (el consumo humano, riego agrícola, procesos industriales, etc.), representa menos del 1% del total del agua que existe en el planeta. El indiscriminado e inadecuado uso que se le ha dado, han conducido a la actual "Crisis del agua", esto es debido a que cada vez se va produciendo mayores cantidades de agua residual ya que se consume más agua limpia,

rebasando la capacidad de depuración natural del agua. Esto origina que se acumule más agua sin depurar por lo que se vuelve una necesidad el tratar el agua antes de reintegrarla al ecosistema^(14, 31).

México no escapa a esta crisis y actualmente en el país se enfrentan grandes retos para poder proveer de agua potable a las grandes poblaciones, por ello es urgente y necesaria la concientización de la población sobre su adecuado uso, manejo, y conservación para su máximo aprovechamiento, evitando el desperdicio y contaminación, con el objeto de poder seguir obteniendo los beneficios que produce su empleo. Ante esta situación, se ha hecho necesario el implementar el tratamiento de las aguas residuales, primero para no contaminar más los ríos y cuerpos receptores de las aguas residuales y en segundo término, para poder reutilizarla⁽³¹⁾.

1.1.1 TRATAMIENTO DEL AGUA RESIDUAL

El término *agua residual* es usado para referirse al agua, la cual tiene cambios en su composición y características fisicoquímicas y biológicas, por su intenso uso en la vida humana. Las principales fuentes de contaminación son: el sistema de drenaje de las ciudades, las descargas industriales y la agricultura⁽³⁰⁾.

El tratamiento de las aguas residuales es el conjunto de operaciones físicas unitarias y procesos químicos y/o biológicos unitarios que se llevan a cabo para separar de ellas la cantidad suficiente de contaminantes; de tal manera que los sólidos remanentes, al ser descargados a las aguas receptoras no interfieran con el mejor o más adecuado empleo de éstas⁽²⁴⁾.

Las plantas de tratamiento de aguas residuales son diseñadas para eliminar los contaminantes sólidos y disueltos. El grado de tratamiento dependerá del uso final que se quiera dar a las aguas tratadas y a los desechos sólidos; en lo que respecta a estos últimos, debe darse un tratamiento para sólidos y licores eliminados (lodos), donde puede

llegar a necesitarse un tratamiento para controlar los olores, para retardar las actividades biológicas o destruir los microorganismos patógenos⁽³¹⁾.

Un proceso de tratamiento de aguas residuales ideal, sería aquel que incluyera las siguientes etapas:

1.1.2 TRATAMIENTO PRELIMINAR

El tratamiento preliminar sirve para proteger el equipo de bombeo y hacer más fáciles los procesos subsecuentes del tratamiento. Fundamentalmente, esta etapa del tratamiento consiste en retirar botellas, residuos sólidos orgánicos e inorgánicos (trozos de madera, tela, papel, material fecal, arena, grava e incluso objetos metálicos), separar cantidades excesivas de aceites o grasas y toda la basura grande que pueda contener el agua residual al llegar a la planta de tratamiento, con el fin de poder iniciar el tren de tratamiento en la planta^(11, 17, 19).

En el tratamiento preliminar se emplean comúnmente los siguientes equipos: rejas y cribas de barras, cribas finas, desarenadores y tanques de preareación^(11, 17).

1.1.3 TRATAMIENTO PRIMARIO

Consiste en la separación de una fase líquida y otra sólida, se emplea la decantación de los sólidos sedimentables y material flotante y, por tanto reducir el contenido de sólidos suspendidos. El tratamiento primario utiliza como equipo: tanques de sedimentación^(11, 14, 19, 24).

La actividad biológica en las aguas residuales durante este proceso, tiene escasa importancia^(11, 14).

1.1.4 TRATAMIENTO SECUNDARIO

En particular el tratamiento biológico emplea cultivos de microorganismos para efectuar la descomposición del material orgánico, hasta transformarlos en sólidos orgánicos e inorgánicos más estables de fórmula química más sencilla y en gases; su eficiencia depende de:

- La actividad metabólica de los organismos
- Del mantenimiento de las condiciones ambientales que favorezcan su desarrollo como el pH, la temperatura, la fuerza iónica, la salinidad, la presencia de nutrientes traza y elementos tóxicos, etc.
- Del control en la cantidad de materia orgánica que se le suministre al cultivo, pues su eficiencia se ve afectada por la sobrealimentación o la alimentación deficiente.

El tratamiento biológico puede ser del tipo Aeróbico o Anaerobio.

El *tratamiento biológico aeróbico*, se lleva a cabo en presencia de oxígeno disuelto, y es efectuado por microorganismos aeróbicos. En general, las instalaciones para este tratamiento, requieren de una inversión económica elevada por la infraestructura que debe existir para efectuarlo y por la cantidad de oxígeno y energía que se requiere durante el proceso. Es muy usado por su eficiencia para el tratamiento aguas de residuales con carga orgánica relativamente baja (de 0 a 100 DBO₅) y carga hidráulica elevada (de 3 a 4 m³/s), es decir, que es capaz de soportar cambios de carga tanto orgánica como hidráulica.

Al final del proceso se obtiene una gran cantidad de biomasa, que posteriormente dará origen a los llamados lodos secundarios (son los sólidos que sedimentan en el tratamiento secundario) de color café con olor a bosque, compuestos de partículas más

finas que las de los lodos primarios. Es necesario tratar estos lodos antes de efectuar su disposición final por la gran cantidad de microorganismos activos y patógenos que contienen.

El tratamiento biológico es un proceso similar al que interviene en la auto depuración natural de un río. Las cantidades de oxígeno requeridas para la oxidación biológica aeróbica de los sólidos orgánicos contenidos en esta agua, es un factor importante para el desarrollo de los organismos vivos. Este tratamiento implica, ante todo a microorganismos aeróbicos, que promueven la descomposición bioquímica de los sólidos orgánicos^(11, 28).

El *tratamiento biológico anaeróbico*, es un proceso en el cual los microorganismos crecen en ausencia de oxígeno y rompen biológicamente los sólidos orgánicos que se encuentran en los lodos y como resultado, un número de cambios beneficiosos en los lodos ocurre, entre los que se puede mencionar:

- La supervivencia de los microorganismos patógenos es reducida debido a la ausencia de oxígeno.
- El olor es disminuido considerablemente.

Para el tratamiento secundario, se utilizan reactores aeróbicos o anaeróbicos y clarificadores o sedimentadores^(11, 14, 19, 24).

1.1.5 TRATAMIENTO TERCIARIO

El tratamiento terciario tiene por finalidad la depuración del agua una vez que las bacterias han actuado, este tratamiento se impone o no, según el uso que espera hacerse de las aguas residuales.

Entre las técnicas y procedimientos utilizados se encuentran: clarificación, cloración, filtración, remoción de nutrientes empleando lodos basándose en diatomeas y lodos activados con carbón activado. Este tratamiento contribuye a reducir los patógenos, factores de eutroficación y productos orgánicos recalcitrantes^(11, 19).

1.1.6 TRATAMIENTO CUATERNARIO

Es un proceso más sofisticado, con la finalidad de remover los iones minerales solubles mediante técnicas de salinización como: ultracentrifugación, ósmosis inversa, diálisis, intercambio iónico, etc., las cuales contribuirán a reducir el exceso de sales en las aguas residuales⁽¹¹⁾.

1.1.7 CLORACIÓN

La cloración es un método de tratamiento que puede emplearse al final del tratamiento de aguas residuales. Generalmente se aplica cloro al agua con los siguientes propósitos:

- Desinfección o destrucción de los organismos patógenos.
- Prevención de la descomposición de las aguas residuales para controlar el olor.
- Como auxiliar en la operación de la planta para la sedimentación.
- Ajuste o abatimiento de la demanda bioquímica de oxígeno^(11, 19, 24).

Hemos visto el tren de tratamiento de aguas residuales ideal, sin embargo los procesos de tratamiento de las plantas tratadoras de aguas residuales incluyen, casi siempre, las siguientes etapas como se muestra en la **Figura 1.1**.

- Tratamiento preliminar
- Tratamiento primario
- Tratamiento secundario (químico o biológico)
- Desinfección del afluente (frecuentemente es usada la cloración)
- Tratamiento de lodos^(14, 31).

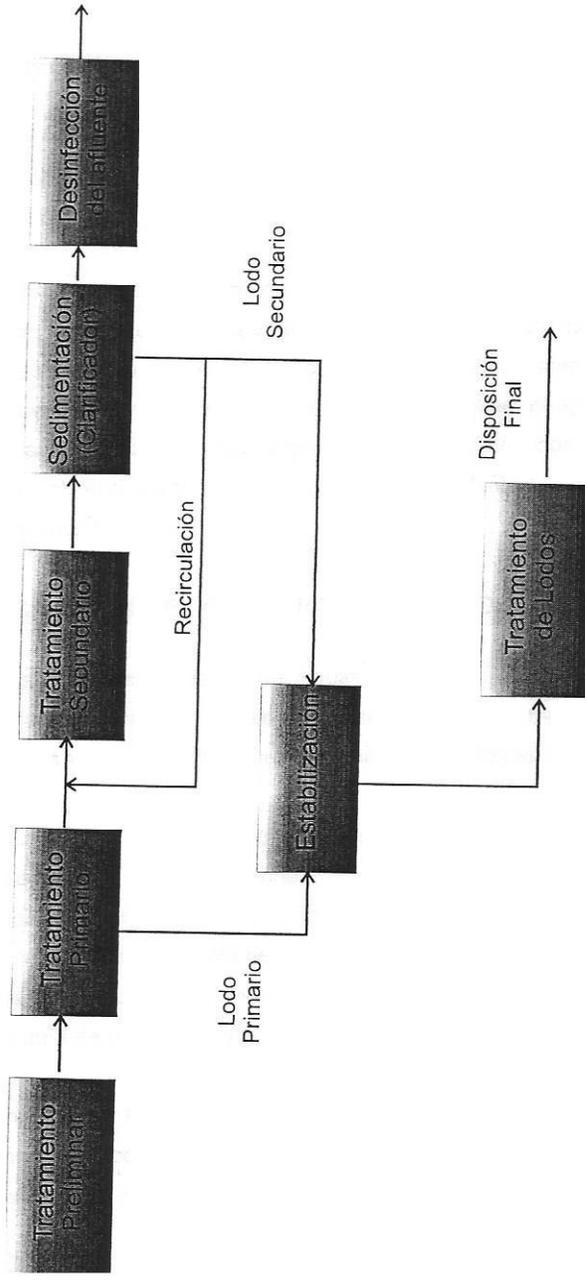


Figura 1.1 Tratamiento del agua residual (Gómez, 1987).

1.2 BENEFICIOS DEL TRATAMIENTO DEL AGUA RESIDUAL

El tratamiento del agua contribuye a solucionar el problema de la contaminación ya que, a mayor grado de tratamiento, hay un mayor incremento en la calidad del efluente final.

Cuando se aplica el tratamiento primario y secundario hay una reducción notable de los peligros a la salud pública e impacto al ambiente, pero no se logra eliminar la mayoría de las sustancias nocivas, las cuales constituyen fuentes de contaminación de ríos en los que se vierten. Teniendo un tratamiento terciario, el agua se puede reutilizar para riego, aunque todavía hay supervivencia de patógenos. Con el tratamiento cuaternario se obtiene agua de buena calidad, no obstante los costos se incrementan considerablemente⁽¹⁴⁾.

1.3 DESCRIPCIÓN DE LA GENERACIÓN DE LODOS INDUSTRIALES

La planta de tratamiento de aguas residuales **RECICLAGUA**, opera como sociedad anónima de capital variable. El objeto social de la empresa es tratar las aguas residuales de las industrias y evitar que la contaminación llegue al Río Lerma.

Actualmente la planta de tratamiento RECICLAGUA recibe el agua de 132 usuarios de empresas ubicadas en una zona que va desde la vialidad Alfredo del Mazo, en Toluca, hasta el parque industrial Lerma, es decir, abarcando lo que es la parte de la Cuenca del Alto Lerma. La planta tiene una capacidad de tratamiento para 400 litros por segundo, los cuales dan aproximadamente 34 mil 560 metros cúbicos al día, lo que significa que durante el año se tratan 12 614 400 metros cúbicos de aguas residuales.

El proceso de la planta de tratamiento RECICLAGUA, consiste en retener las aguas contaminadas por 24 horas, lapso en el que a través de varias etapas o ciclos se les da un tratamiento intensivo, que es biológico. Por ejemplo, se siembran las bacterias

para que hagan su trabajo de depurar y limpiar los líquidos en 24 horas, mismo procedimiento que en el orden natural llevaría meses.

El proceso de tratamiento da comienzo con un colector denominado Toluca-RECICLAGUA sobre el cual descargan sus aguas una gran parte de las industrias a las cuales se les da el servicio. Esa agua llega a la planta y se le da un tratamiento primario que fundamentalmente consiste en retirar botellas, residuos sólidos y toda la basura grande. Posteriormente, los líquidos pasan a lo que se llaman los clarificadores primarios, donde el agua se deja en reposo. Más tarde viene el tratamiento biológico en ocho reactores con una capacidad para 34 mil 560 metros cúbicos. Las bacterias en presencia de oxígeno eliminan la materia orgánica, la cual transforman en agua y en gases, eliminando gran parte de la contaminación.

La siguiente etapa es la de tres clarificadores secundarios, en donde sedimenta la materia orgánica, pasando el agua después por un tratamiento de cloración, con lo que sale de la planta y se vierte al Río Lerma. Los lodos que se acumulan con el proceso regenerativo, son espesados, posteriormente son acondicionados con polielectrolitos para realizar la deshidratación en el filtro banda para lodos y los lodos obtenidos se incineran a temperaturas de 800 o 900 grados centígrados.

Una vez que se ha expuesto el proceso de tratamiento de la planta RECICLAGUA (**Figura 1.2**). En la misma figura se indican los puntos de generación de lodos dentro de la planta. Dichos puntos se localizan en los tanques de sedimentación primaria, en los cuales se proporciona el tiempo para la sedimentación de las partículas suspendidas en el agua, provenientes del tratamiento primario, otro punto se localiza, en los tanques de sedimentación secundaria, en donde se sedimenta el material degradado en los reactores biológicos, es decir, los que provienen del tratamiento secundario. Finalmente, los lodos mixtos se toman en el filtro banda para lodos antes de su acondicionamiento con el polielectrolito⁽¹⁷⁾. Estos sitios se encuentran marcados con un asterisco (*) en la **Figura 1.2**.

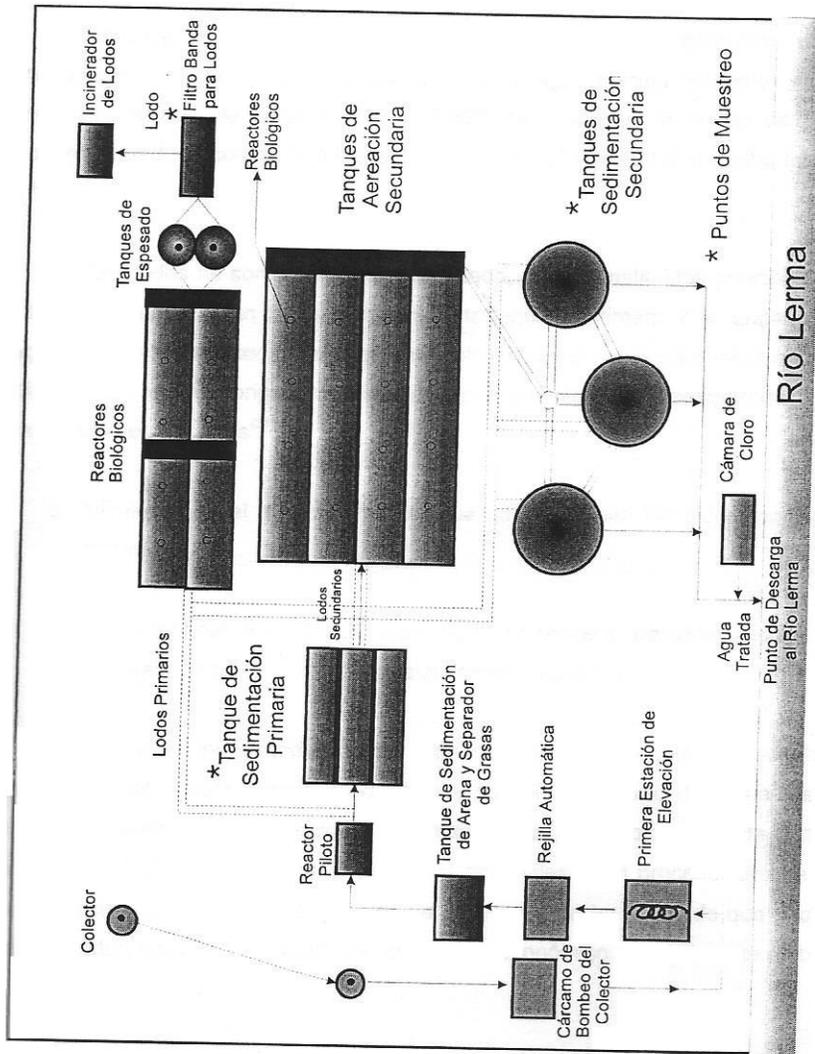


Figura 1.2 Esquema simplificado de la Planta de Tratamiento RECICLAGUA (Gutiérrez, 1998).

1.4 TRATAMIENTO DE LODOS RESIDUALES

Durante el proceso de tratamiento de las aguas residuales domésticas e industriales se obtienen como productos finales: agua tratada (efluente) y una cantidad muy considerable de lodos (cerca de 7,000 ton al año en la ciudad de Toluca), cuyo volumen puede encontrarse entre el 5 y 25% del volumen total del agua tratada^(6, 7, 14, 31, 38).

Los lodos no son un producto terminado, están constituidos principalmente por los sólidos que se eliminan de las unidades de tratamiento primario y secundario, junto con el agua que se separa con ellos. Generalmente es necesario acondicionar a los lodos para disponer de ellos sin originar condiciones inconvenientes. El tratamiento de los lodos tiene los siguientes objetivos⁽³¹⁾:

- Eliminar parcial o totalmente el agua que contienen los lodos, para disminuir su volumen.
- Descomponer los sólidos orgánicos putrescibles transformándose en sólidos minerales o sólidos orgánicos relativamente estables.

Así, se le llama “lodos” a las suspensiones de concentración variable que son eliminadas de la fase líquida en el transcurso del tratamiento del agua residual y que están compuestas por los elementos contaminantes o sus productos de transformación. La característica común de todos los lodos residuales o sin procesar es que constituyen un desecho con consistencia muy líquida en los que se ha estimado que el contenido de agua fluctúa entre el 93.0%–99.5%, cuyo valor económico generalmente es bajo o nulo^(4, 31).

Una clasificación general de los lodos residuales es la siguiente:

Los lodos pueden ser clasificados *por su origen*: lodos primarios, lodos secundarios, o lodos químicos; *por su estado*: lodos frescos o lodos sépticos; *por el tratamiento recibido*: crudos, digeridos, elutriados, húmedos o secos^(11, 19, 31).

1.4.1 TIPOS DE LODOS RESIDUALES

Las características organolépticas, físicas, químicas y biológicas de los lodos dependen del tipo de agua de origen, del tipo de tratamiento de aguas residuales utilizado y del tipo de acondicionamiento utilizado. A continuación se describen los diferentes tipos de lodos.

Lodos primarios: Están constituidos por arenas, sílice y compuestos húmicos, tienen color pardo, son inocuos cuando son frescos y se descomponen más lentamente que otros lodos no digeridos, provienen de la sedimentación de las partículas grandes al inicio del proceso de tratamiento. Cuando se encuentran en estado de descomposición su olor es verdaderamente pestilente, pero su digestión es más fácil^(11, 24, 31).

Lodos secundarios o lodos biológicos: Son lodos obtenidos por cualquiera de los métodos de tratamiento biológico, generalmente son de color café y consistencia floculenta; si está en óptimas condiciones su olor no es tan desagradable. Si su color es muy oscuro, es indicativo de que tiende a condiciones sépticas y a adquirir un olor putrefacto^(11, 24, 31).

Los sólidos de este tipo de lodos tienden a sedimentar más lentamente, cuando el lodo ha estado aireado insuficientemente. Estos lodos, por ocupar mucho espacio y ser difíciles de deshidratar, son los que provocan la mayoría de los problemas para su disposición.

Los lodos activados pueden ser digeridos solos o mezclados con sólidos de aguas residuales frescas (lodos primarios). Los lodos de los tanques sépticos o de tanques de digestión son de color negro y huelen a ácido sulfhídrico^(11, 31).

Lodos digeridos (aeróbicos): Son de color oscuro y tienen apariencia floculenta. El olor de este lodo no es molesto y cuando están bien digeridos se deshidratan fácilmente.

Lodos digeridos (anaerobios): Son de color café oscuro-negro y contienen grandes cantidades de gas, cuando están completamente digeridos su color es relativamente débil parecido al de la brea, plástico quemado o a pescado. Los lodos digeridos se obtienen por medio del almacenamiento prolongado y a condiciones controladas de temperatura y pH, de los lodos secundarios^(11, 31).

Otra clasificación de lodos puede ser establecida en función de la composición del agua que los origina.

El tipo orgánico hidrofílico: Es una de las clases más comunes, la dificultad de deshidratación de estos lodos se debe a la presencia de una fracción importante de coloides hidrofílicos. Se encuentra dentro de esta categoría todos los lodos resultantes del tratamiento biológico en los que el contenido de materia volátil puede ser el 90% del total de los sólidos suspendidos. La relación de materia orgánica / materia seca está en el rango de 40–90%.

El tipo mineral hidrofílico: Contiene hidróxidos metálicos, formados en el curso de los procesos fisicoquímicos por la precipitación de los iones metálicos presentes en el agua a tratar (Al, Fe, Zn, Cr), debido al empleo de floculantes minerales (sales ferrosas o férricas, sales de aluminio).

El tipo oleoso: Proviene de aguas residuales conteniendo aceites, grasas animales y/o minerales (de refinerías), contienen aceites en emulsión adsorbidos a las partículas de lodos hidrofílico o hidrofóbico.

El tipo mineral hidrofóbico: Proviene de aguas de siderúrgicas, fundiciones, industria del carbón, etc. La característica principal de estos lodos es que poseen un gran contenido de material granular con poca capacidad de retener agua. Ejemplos de éstos son las arenas, limonitas escorias, sales cristalizadas, etc. Estos lodos provienen de aguas de siderúrgicas, fundiciones, industrias del carbón, etc.

El tipo mineral hidrofílico–hidrofóbico: Está constituido principalmente de material hidrofóbico, conteniendo suficiente material hidrofílico que provoca problemas al efectuar la deshidratación. Frecuentemente los materiales hidrofílicos son los hidróxidos metálicos provenientes de los coagulantes.

El tipo fibroso: En general es fácil de deshidratar, sólo cuando es necesaria la recuperación de las fibras del proceso, se vuelve del tipo hidrofílico por la presencia de hidróxidos o de lodos biológicos. Este tipo de lodos es frecuente en las aguas residuales de la industria cartonera y papelera⁽³¹⁾.

1.4.2 TRATAMIENTO DE LODOS

Como se había mencionado antes una planta de tratamiento remueve los lodos que produce durante su tratamiento por dos caminos:

- a) Por sedimentación de los lodos suspendidos (tratamiento primario).
- b) Por conversión de sólidos disueltos a sólidos suspendidos (tratamiento secundario) que subsecuentemente son removidos.

Durante el tratamiento primario, el agua residual fluye para una clarificación, donde los sólidos suspendidos van a caer por gravedad y son llamados lodos residuales primarios. En el tratamiento secundario, los microorganismos van a metabolizar los sólidos disueltos tales como carbohidratos, lípidos, proteínas y producen nuevos microorganismos, los cuales se convierten en sólidos suspendidos. En esta etapa el agua residual fluye para una clarificación secundaria, donde los microorganismos son removidos por sedimentación, estos lodos son llamados lodos secundarios^(11, 14).

Algunos lodos son químicamente inertes, pero los que provienen de tratamientos biológicos son frecuentemente nauseabundos. Todos los lodos de carácter orgánico necesitan un tratamiento específico de inactivación de sus características sépticas (para poder disponer de ellos sin poner en peligro la salud de la población) antes de ser reciclados, reutilizados, o remitidos al medio natural. Esto es debido a que la legislación no sólo en el ámbito internacional, sino también en el ámbito nacional es cada vez más estricta al respecto, debido a las crecientes corrientes ecológicas que pugnan por un mejor y mayor cuidado al ambiente. Así pues, es importante recalcar que el tratamiento del lodo es una fase inevitable en el proceso de tratamiento del agua residual, y para ello cada vez se requiere de mayores medios técnicos y financieros para efectuarlo⁽³¹⁾.

Obviamente la cantidad y calidad del lodo depende enteramente del origen de las aguas residuales, del tipo de planta de tratamiento y el método de operación de ésta. Es decir, las características de los lodos producidas en el tratamiento pueden variar grandemente debido a todos estos factores, que incluso aún en la misma planta se tienen diariamente^(7, 38).

Con el tratamiento de lodos se pretende disminuir, el volumen para subsecuentes tratamientos por eliminación de agua, y realizar la disposición o transformación de los sólidos orgánicos putrescibles en sólidos orgánicos o inorgánicos más estables o inertes.

Muy especialmente en la fase del tratamiento secundario los contaminantes orgánicos e inorgánicos, solubles e insolubles son convertidos en una gran cantidad de biomasa constituida de microorganismos y partículas coloidales a las que se le da el nombre de lodos secundarios.

El tratamiento de lodos residuales se puede lograr con la combinación de dos o más de los métodos siguientes^(11, 19, 31):

- 1) Espesamiento.
- 2) Estabilización y digestión.
- 3) Secado con calor.
- 4) Secado en lechos de arena, cubiertos o descubiertos.
- 5) Acondicionamiento con productos químicos.
- 6) Elutriación.
- 7) Filtración al vacío.

La utilización de cada uno de estos métodos dependerá de las características de los lodos que se van a tratar y de las características que se requieran al final del tratamiento. Por ello, es importante caracterizar los lodos residuales que serán tratados.

A continuación se describe algunos de estos procesos:

Espesamiento: El espesamiento se realiza para concentrar la cantidad de sólidos antes de su disposición final, para descomponer la materia orgánica putrescible en compuestos orgánicos e inorgánicos más estables, para mejorar la eficiencia del proceso de deshidratación, el cual se obtiene por gravedad o por flotación con aire disuelto.

Estabilización y Digestión: La estabilización se puede efectuar mediante la adición de un producto químico como la cal, pero en la mayoría de los casos, se efectúa de manera que los microorganismos se consumen entre ellos (digestión)^(11, 14, 19, 24, 31).

La digestión es un proceso microbiológico que convierte los complejos químicos orgánicos del lodo en metano, dióxido de carbono y material inerte. La digestión ayuda a reducir la cantidad de compuestos orgánicos y volátiles, para aminorar la cantidad de microorganismos patógenos, el volumen del líquido y disminuir o eliminar los malos olores, cuyo proceso puede ser aeróbico o anaerobio^(14, 24, 31).

Secado con Calor: El secado con calor se realiza en diferentes tipos de hornos, en los cuales el grado de disminución de la humedad dependerá del uso final que se le vaya a dar a los lodos. Sin embargo, si el objetivo del secado es la incineración, los lodos deben de secarse hasta el punto en que puedan encenderse y quemarse a una temperatura superior a los 800 °C⁽³¹⁾.

Secado en Lechos: Este secado es la combinación de dos factores, el drenaje y la evaporación; en donde los lodos que se apliquen al lecho deben de estar lo más espeso posible. En este proceso el desprendimiento de los gases que se encuentran en los lodos, hace que los sólidos floten permitiendo así el drenaje del agua contenida en estos. Este proceso depende de las condiciones climatológicas⁽³¹⁾.

Acondicionamiento Químico: El acondicionamiento químico se logra por medio del empleo de productos químicos, como los polímeros, cargados positiva o negativamente, de altos y bajos pesos moleculares, los cuales actúan desestabilizando las cargas de las partículas coloidales en suspensión, favoreciendo la formación flóculos, que al sedimentar favorecen la separación^(14, 31).

Deshidratación: Es necesario deshidratar los lodos para facilitar su transportación y, en caso de incineración, limitar el consumo de energía. La deshidratación puede efectuarse por medio de filtración o sedimentación^(4, 14, 28, 31).

Disposición Final: La disposición final de los lodos puede efectuarse utilizando los lodos como abono, como combustible o en lechos de secado^(7, 11).

En la **Figura 1.3** se puede observar la producción de lodos residuales durante el tratamiento de las aguas residuales:

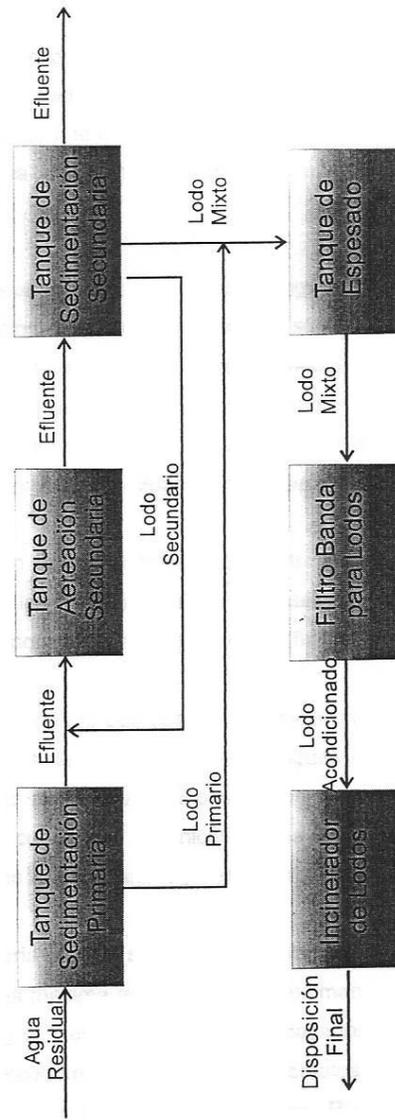


Figura 1.3 Producción de lodos residuales (Gutiérrez, 1998).

1.5 USO Y DISPOSICIÓN FINAL

En el proceso de tratamiento de aguas residuales domésticas e industriales se obtienen como productos finales, agua tratada (efluente) y una cantidad muy considerable de lodos. La cantidad de lodos producidos depende directamente del tipo de agua residual de origen, de la cantidad de materiales en suspensión y del tipo de tratamiento utilizado⁽³⁸⁾.

La cantidad de lodos producidos origina el problema del “*que hacer*” con ellos, pues la disposición diaria de cantidades de sólidos y volúmenes tan grandes no es tarea sencilla; por ello es necesario implementar medidas para la disminución de los volúmenes de lodos y métodos efectivos para su tratamiento^(31, 38). Es necesario deshidratar los lodos para facilitar su transportación y, en caso de incineración, limitar el consumo de energía. La deshidratación puede efectuarse por medio de filtración o sedimentación^(4, 28, 31).

El manejo de los lodos, incluye el tratamiento de los lodos para la remoción o destrucción de los constituyentes no deseados, la deshidratación de los lodos, y finalmente la disposición, debiéndose especificar el sitio⁽³⁸⁾.

Hay básicamente dos tipos de aprovechamiento diferentes para el manejo de los lodos provenientes del tratamiento de las aguas residuales: *el reuso y la disposición*. El aprovechamiento del reuso está basado en la recirculación de los lodos, así que los nutrientes y los contenidos orgánicos en los lodos son reusados beneficiosamente. Los sólidos orgánicos son un recurso potencial de energía, cercano a 10, 500 btu / libra.

La mayoría de los sistemas de disposición, incorporan técnicas de tratamiento para proveer una máxima reducción en el volumen del lodo para su posterior disposición. La disposición y el reuso, deben de estar basados en la evaluación de muchos factores incluyendo los económicos, impactos ambientales, consumo de energía, etc., asociados con cada uno de los procesos involucrados. Por ejemplo, la factibilidad de incorporar lodos a la tierra para el reuso en la agricultura o como un fertilizante, es dependiente de la

calidad de los lodos y la disponibilidad, localización, uso, naturaleza y el valor de la tierra^(7, 11, 31, 38). La disposición final de los lodos puede efectuarse utilizando los lodos como abono, como combustible o en lechos de secado, es decir, que la disposición final de los materiales contenidos en los lodos debe ser la tierra, el aire (por productos de incineración) o el agua^(7, 11, 14, 24, 31).

Una consideración importante de tipo operacional y económica es que el costo de las dos últimas fases, la deshidratación y disposición de la gran cantidad de sólidos producidos, puede exceder el 50% de los gastos totales de una planta de tratamiento de aguas residuales⁽³¹⁾.

CAPÍTULO II

PARTICULARIDADES DE LA DESHIDRATACIÓN DE LOS LODOS RESIDUALES

2.1 INTRODUCCIÓN

Antes de iniciar cualquier tipo de tratamiento en lodos residuales, es importante realizar la caracterización de los lodos que van a ser sometidos a algún tratamiento, en este caso para el proceso de deshidratación con polielectrolitos. A continuación se describirán algunas características de los lodos residuales.

En particular los lodos secundarios, obtenidos del tratamiento biológico están conformados por la masa celular de los microorganismos que intervienen y se obtienen en el tratamiento secundario, la cual se encuentra unida a grandes cantidades de agua, llegando el contenido de agua de los lodos a ser de alrededor del 95%^(4, 11, 31).

Se ha encontrado que los lodos secundarios activados, tienen niveles elevados de proteínas y carbohidratos. Ambos compuestos tienen gran capacidad para retener el agua, lo que explica la dificultad que representan los lodos para ser deshidratados^(3, 31).

Es un hecho el que los lodos secundarios son especialmente problemáticos cuando se trata de deshidratarlos; lo anterior se debe a que el agua se encuentra unida a las partículas de lodos de diferentes maneras. El agua libre, que representa la mayor parte del agua presente en los lodos, puede ser eliminada por espesamiento o por la aplicación de fuerzas mecánicas, el agua unida representa la menor porción, pero su eliminación sólo es posible por medios térmicos potentes como el acondicionamiento térmico por secado o por la incineración^(4, 29, 31, 34, 39.)

La proporción de agua libre y de agua unida es determinante en el proceso de deshidratación de los lodos. Algunos investigadores consideran que existen tres tipos de agua unida: el agua unida mecánicamente que se encuentra en los micro y macrocapilares de los cuerpos porosos, después de la eliminación del agua libre en el proceso de secado, es la primera en ser eliminada; el segundo es el agua físicamente unida, que está unida a las partículas de lodo por absorción o adsorción; y el tercero es el agua químicamente unida^(4, 29, 31).

La capacidad de retener el agua se debe principalmente a la materia hidrofílica; de especial consideración es el material extracelular (biopolímero) que proviene del metabolismo y lisis de los microorganismos (proteínas, DNA, lípidos y polisacáridos) y de la celulosa y ácidos húmicos que se encuentran en el agua residual; este material extracelular posee una gran cantidad de cargas negativas y forma una red o capa alrededor de la célula, esto provoca una alta demanda de polielectrolito y explica los altos costos y la ineficiencia del acondicionamiento y por lo tanto de la deshidratación. Cabe mencionar que el acondicionamiento puede representar hasta 25% del costo total del tratamiento de los lodos. Algunos investigadores mencionan que es muy probable que sean las propiedades del polímero extracelular y no su cantidad lo que afecta la sedimentabilidad de los lodos. Esta situación se presenta únicamente en los lodos secundarios y no se presenta en los lodos primarios; sin embargo, otros atribuyen esto a su diferente composición ya que los lodos primarios tienen elevadas concentraciones de sólidos, lípidos y carbohidratos y menor concentración de proteínas que los lodos

secundarios por que éstos (los primarios), no han sido sometidos a transformaciones microbiológicas o a procesos de floculación y por lo tanto la concentración de cargas negativas superficiales no se encuentra tan alta y el acondicionamiento resulta más sencillo y eficiente^(3, 31).

En la actualidad son insuficientes los conocimientos acerca de los factores que afectan directamente el proceso de deshidratación de los lodos, tales como las propiedades y características de las partículas que constituyen los lodos. Por ello es necesario su conocimiento para desarrollar nuevos procesos más eficientes para el tratamiento de lodos, en especial de los lodos secundarios. Estudios recientes muestran que una modificación de la materia orgánica presente en los lodos secundarios proporciona una variación en la demanda de polielectrolito al momento del acondicionamiento. De lo anterior se podría suponer que la ruptura de la membrana extracelular o biopolímero debería influir en la interacción polielectrolito-célula y por lo tanto en el acondicionamiento y deshidratación de los lodos^(3, 31, 32).

Las investigaciones se han enfocado a la disposición y tratamiento de los lodos, y subrayan la importancia que hoy en día, se debe de dar al estudio de las propiedades y caracterización de los lodos, ya que esto constituiría la base para solucionar los problemas que se presentan en el proceso de deshidratación de los lodos⁽³¹⁾.

2.2 PROPIEDADES BIOQUÍMICAS DE LOS LODOS RESIDUALES

La diferente composición de los lodos, es un factor importante a considerar antes de que un lodo sea deshidratado, ya que la cantidad de algunos compuestos como las proteínas, lípidos y carbohidratos en los lodos cambian de acuerdo con el tipo de lodo. Estas diferencias son debido a las diferentes propiedades intrínsecas en la fuente que genera el lodo^(3, 31). A continuación, se muestran algunas características bioquímicas de los lodos primarios, activados y anaeróbicos, en donde se muestran diferencias, tal como, se observa en el **Cuadro 2.1**.

Cuadro 2. 1 Características físicas y bioquímicas de los lodos (Bowen y Tyagi, 1989).

<i>Parámetro / tipo de lodo</i>	<i>Primario</i>	<i>Activado</i>	<i>Anaerobio</i>
<i>Tiempo de Succión Capilar (s)</i>	93.13	32.08	718.15
<i>Sólidos Totales (g / L)</i>	12.54	8.86	20.06
<i>Proteínas (mg / g)</i>	359.32	445.63	701.69
<i>Carbohidratos (mg / g)</i>	460.82	119.97	76.04
<i>Lípidos (mg / g)</i>	186.34	72.15	104.37

2.2.1 TIEMPO DE SUCCIÓN CAPILAR

El tiempo de succión capilar, indica la resistencia a la eliminación de agua, siendo esta agua de tipo "libre". El tiempo de succión capilar se ve influenciada por la concentración de sólidos totales, por lo que, en concentraciones bajas de sólidos como en los *lodos activados* ocasionan un valor bajo de tiempo de succión capilar y en concentraciones altas como la de los *lodos anaeróbicos* el tiempo de succión es alto.

2.2.2 SÓLIDOS TOTALES

Los sólidos totales, reflejan la cantidad de sólidos que se encuentran presentes en los lodos residuales. Los *lodos anaeróbicos* tienen la más alta concentración de sólidos, mientras que los *lodos activados* tienen la mínima.

2.2.3 PROTEÍNAS

La concentración de proteínas en los lodos residuales, refleja la naturaleza activa de la biomasa que se encuentra presente en éstos.

Los *lodos primarios* tienen baja concentración de proteínas, indicando que estos lodos tienen una baja actividad en la biomasa. Los *lodos activados* muestran un incremento en comparación con los lodos primarios en la concentración de proteínas, lo cual es esperado, debido a la actividad biológica de los microorganismos en estos lodos, durante la conversión de los substratos orgánicos a substratos orgánicos o inorgánicos más estables y de la fase de crecimiento activo en la que se encuentran los microorganismos. Los *lodos anaerobios* tienen la más alta concentración de proteínas, debido a que estos lodos tienen una alta actividad biológica, además de que la proteína residual procedente de la destrucción de la célula se adiciona al nivel activo, incrementando el valor en la concentración de las proteínas en estos lodos.

2.2.4 CARBOHIDRATOS

Los carbohidratos en los tres lodos, muestran una concentración máxima en el lodo primario y mínima en los lodos anaeróbicos.

En los *lodos primarios*, el contenido de carbohidratos es alto, debido a la limitada actividad biológica. Los *lodos activados* contienen bajas cantidades de carbohidratos, debido principalmente a que durante el metabolismo aeróbico, los carbohidratos son utilizados, así como generados, como biopolímero extracelular, pero la pequeña producción de este biopolímero decremента debido a la utilización de este, durante el metabolismo aeróbico. En los *lodos anaeróbicos*, estos niveles bajos de concentración de carbohidratos, son debido al sustrato limitado que se encuentra disponible en los digestores anaeróbicos. Los microorganismos en estos reactores no producen material polisacárido extracelular u otros productos.

Se han encontrado valores para el contenido de carbohidratos en muestras de lodos activados del 6 al 18% (base húmeda). Los lodos secundarios tienen un menor nivel de carbohidratos y lípidos porque ambos substratos orgánicos son utilizados como alimento por los microorganismos para su desarrollo y en consecuencia de producción de biomasa y, por lo tanto, para la producción de polímero extracelular, esto también se refleja en la disminución de sólidos totales⁽³⁾.

Los lodos anaerobios tienen la mayor concentración de proteínas que provienen de la actividad microbiana y de la lisis celular; los altos niveles de lípidos provienen de las natas y espumas de los clarificadores cuando se añaden a los lodos en la etapa de la digestión y de los lípidos intracelulares que son vertidos al medio después de la lisis celular durante la digestión; los bajos niveles de carbohidratos se deben a que éstos son utilizados en la fase previa de desarrollo para el metabolismo celular⁽³¹⁾.

2.2.5 LÍPIDOS

La concentración de lípidos es más alta para los lodos primarios y mínimo para los lodos activados. Las aguas domésticas contienen lípidos y grasas, siendo estos dos, sus principales constituyentes.

Los *lodos primarios* son derivados de la clarificación primaria, debido a esto, tienen altas concentraciones de lípidos y grasas, además de, que la actividad biológica en este proceso es limitada. Los *lodos activados* tienen bajas concentraciones de lípidos debido a la degradación de estos materiales durante la actividad biológica. La concentración de lípidos en los *lodos anaeróbicos* son más altos, que en los lodos activados por varias razones: los desechos y las grasas rozan de los clarificadores y son adicionados a los lodos en ruta a la digestión. Así mismo, los lípidos almacenados en las células son liberados en la lisis de las células durante la digestión. Estos lípidos resisten la degradación anaeróbica y se acumulan en la digestión⁽³⁾.

2.3 DESHIDRATACIÓN DE LODOS RESIDUALES

En el capítulo anterior se habló del tratamiento de lodos residuales que se efectúa en éstos antes de su disposición. En este apartado se hablará sobre uno de los métodos del tratamiento de lodos, que en este caso es la deshidratación con polielectrolitos o polímeros sintéticos.

Tradicionalmente, el proceso de separación ha empleado algunas propiedades, usando fuerzas tales como gravedad, vacío o presión, ultrasonido, acústica, electricidad y fuerzas magnéticas, son también utilizadas, pero algunas veces las aplicaciones de estos métodos de separación son limitadas⁽⁶⁾.

Sin embargo, la tecnología de la deshidratación puede ser clasificada como natural o mecánica.

2.3.1 DESHIDRATACIÓN NATURAL

La deshidratación natural, incluye sistemas de lagunas, lechos de arena de secado, camas de secado, mediante plantas y la deshidratación por congelamiento. Estos medios requieren de la fuerza de gravedad, energía solar o procesos biológicos.

Los procesos de deshidratación natural generalmente son menos caros que los sistemas de deshidratación mecánicos, sin embargo, son menos controlables⁽²⁹⁾.

2.3.2 DESHIDRATACIÓN MECÁNICA

El primer paso en algunos procesos mecánicos es el acondicionamiento del lodo, lo cual facilita la separación de los lodos sólidos del agua. En este paso, un agente químico ya sea orgánico o inorgánico es adicionado al lodo líquido, así de esta forma los sólidos se agregan o flocculan. Entre los flocculantes inorgánicos más comunes que se

utilizan están las sales de hierro (cloruro férrico y cloruro ferroso), las cuales se utilizan en grandes cantidades y cuando se usa incrementa la cantidad de lodos de un 20% a un 50%. En cambio los floculantes orgánicos, tal como los polímeros orgánicos, son mucho más efectivos en menores cantidades y además no tienen un incremento significativo en la cantidad de lodos producidos^(12, 29).

2.3.3 ACONDICIONAMIENTO DE LODOS CON POLIELECTROLITOS

El acondicionamiento de los lodos con polímeros tiene como objetivo ajustar las condiciones fisicoquímicas, para desestabilizar la carga de las partículas. De tal forma, que el acondicionamiento químico prepara a los lodos para un mejor y más económico tratamiento ulterior (con filtros al vacío o centrifugas), esto se logra por medio del empleo de productos químicos muy variados, que actúan desestabilizando las cargas de las partículas coloidales en suspensión, favoreciendo la formación de aglomerados y flóculos que al sedimentar son fácilmente separables. Comúnmente se utilizan polímeros orgánicos sintéticos de alto peso molecular^(7, 26, 29, 31, 33).

Los polímeros solubles en agua de alto peso molecular ($M_w > 10,000$) han sido de gran importancia como floculantes en el tratamiento de las aguas residuales⁽²²⁾.

Los polímeros más utilizados en la deshidratación de los lodos residuales son los polielectrolitos, los cuales son polímeros sintéticos orgánicos de alto peso molecular, que están compuestos de cadenas de monómeros que dan polímeros lineales o no lineales, los cuales contienen un grupo ionizable, tal como el carboxílico, amino o sulfónico, estos polielectrolitos son solubles en agua, y son de alta, media y baja densidad de carga, así como, de alto o bajo peso molecular. Cuando estos polímeros son disueltos en agua, los grupos funcionales son ionizados, de tal forma que en solución acuosa podemos clasificar a los polielectrolitos como: aniónicos, catiónicos y no-iónicos, que desestabilizan la suspensión coloidal, al mismo tiempo que, favorecen la agregación de partículas pequeñas y finas, y la formación de flóculos grandes, esto es debido a la naturaleza

flexible y extensa que presentan estos polímeros, porque les permite adsorberse sobre la superficie de muchas partículas suspendidas, formando flóculos, con lo cual se facilita la eliminación del agua durante la operación de deshidratación por medio de la aplicación de fuerzas mecánicas (presión positiva o negativa y fuerza centrífuga)^(2, 7, 9, 10, 12, 22, 33).

Se ha propuesto un esquema que explica el mecanismo por el cual se lleva a cabo el acondicionamiento de los lodos con polímeros, como sigue y se muestra en la **Figura 2.1**:

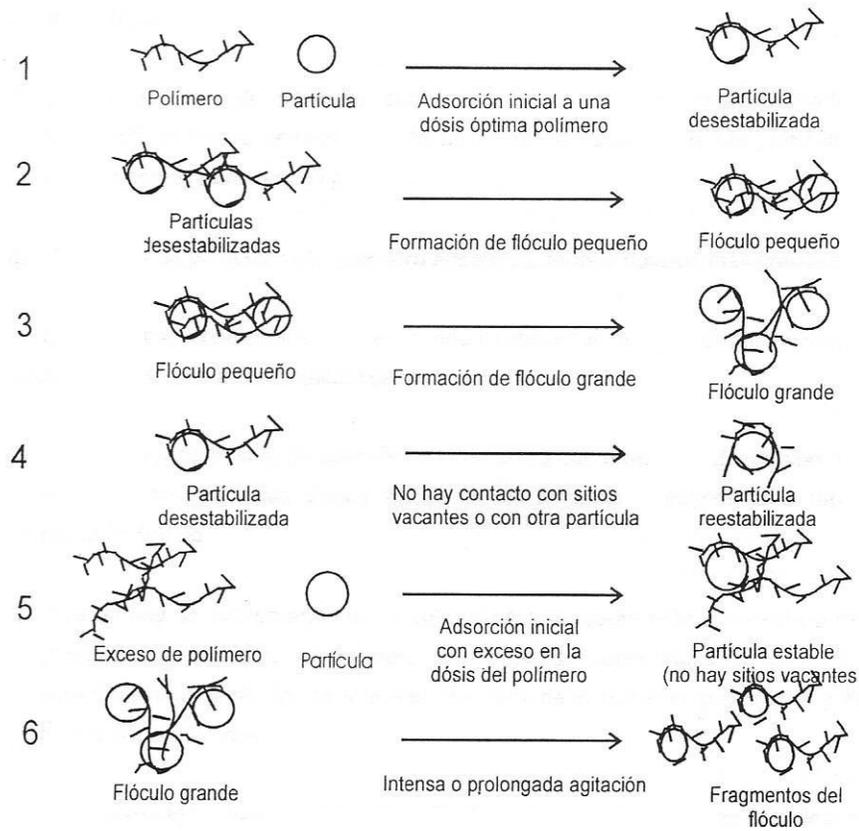


Figura 2.1 Mecanismo de floculación con polielectrolitos (Faust, 1998).

- 1) El transporte de las moléculas de polímero hacia las partículas suspendidas, provoca la desestabilización de las partículas cuando el polímero interactúa con la partícula. Además existe la adsorción de la cadena de polímero a la superficie de la partícula.
- 2) La porción libre de polímero puede interactuar con una segunda partícula, formando un floculo pequeño. Existe un puente de unión entre las partículas, la cual da como resultado una pequeña floculación.
- 3) Colisiones de partículas con polímero adsorbido, forman floculos más grandes.

Existen otras condiciones que se pueden considerar durante el mecanismo del acondicionamiento, que a continuación se mencionan:

- 4) Cuando la porción libre de polímero no interactúa con otra partícula, debido a que no hay sitios vacantes donde pueda hacer contacto, entonces sólo hay un pequeño floculo.
- 5) Cuando hay un exceso en la dosis del polímero, se cubre toda la superficie de la partícula, sin embargo, el polímero sólo debe de cubrir hasta un 50% de la superficie de la partícula, para que el otro 50% de la partícula quede libre y ésta pueda interactuar con otra.
- 6) Cuando existe un exceso en la agitación de la solución en donde se está llevando a cabo la floculación, hay un rompimiento del floculo formado^(2, 7, 12, 22, 23, 29).

Las principales características de los floculantes poliméricos incluyen: el peso molecular, su densidad de carga y la naturaleza de los grupos funcionales. La fracción de polímero con más alto peso molecular actúa como un floculante y la fracción de menor peso molecular actúa como un dispersante^(22, 26).

La interacción entre cargas opuestas permite la formación de floculos. Para que la floculación ocurra por este mecanismo, el polímero y las partículas deben de estar cargadas. La molécula del polímero debe de contener grupos funcionales, para que la desestabilización de las partículas en suspensión sea efectiva, ya que pueden interactuar con los sitios sobre la superficie de las partículas suspendidas. La adsorción de los segmentos del polímero a la superficie de la partícula puede efectuarse por atracción electrostática, puentes de hidrógeno y uniones covalentes^(2, 16, 22, 26, 27).

Debido a que las aguas residuales y las partículas del lodo están cargadas negativamente, los polímeros catiónicos son usados comúnmente para la floculación de estos lodos⁽⁹⁾.

Algunas características variables de los lodos que pueden afectar la dosis del polímero son: el pH, alcalinidad, temperatura, contenido orgánico, contenido de sólidos y otros. Después de que los lodos han sido acondicionados, pueden usarse filtros de vacío, filtros de presión o centrifugas. La adición y la mezcla rápida del polielectrolito favorecen la eficiencia del acondicionamiento^(12, 26). Los lodos acondicionados deben filtrarse lo más rápido posible después de la adición de los productos químicos. En general, son más fáciles de filtrar los lodos crudos que los lodos sépticos y los lodos completamente digeridos que los parcialmente digeridos, esto se debe principalmente a las diferentes características superficiales de los lodos.

Los costos de operación de la filtración son mayores que la de los lechos de secado, pero la filtración tiene la ventaja de requerir mucho menor superficie, y de ser independiente de la estación del año (clima local).

La incineración es un método muy común para la disposición de los lodos en las plantas grandes, pues para las pequeñas no es rentable. En efecto, una gran ventaja es que todo tipo de lodos pueden ser sometidos a este proceso, los productos finales del proceso son cenizas, que hay que eliminar y gases de combustión que se mantienen a

temperaturas mayores de 800°C (hasta que quedan totalmente incinerados)⁽³¹⁾. En el caso de la planta de tratamiento Reciclagua, las cenizas obtenidas según Cretib, no son un residuo peligroso y los gases que se eliminan durante la combustión son lavados previamente antes de ser enviados a la atmósfera.

La caracterización de un lodo es fundamental para poder escoger el método y la tecnología adecuada para su óptimo tratamiento. Su composición depende de la naturaleza de la contaminación inicial del agua y de los procesos de depuración a los que el agua es sometida como son los tratamientos físicos, fisicoquímicos y biológicos^(31, 39).

Se ha creado una clasificación de los factores que afectan a la deshidratación de los lodos, en tres categorías:

1. Las propiedades de los fluidos, que incluyen el contenido de agua unida, viscosidad, fuerza iónica y densidad.
2. Las propiedades de las partículas, entre las que se encuentran el tamaño de la partícula y su distribución de frecuencia, potencial de superficie, área y densidad.
3. Las propiedades del lodo, como la concentración de sólidos, permeabilidad, consistencia y propiedades electrocinéticas^(2, 31).

La eliminación del agua de los lodos es cara y laboriosa, debido a la fuerte unión de las moléculas de agua a las partículas de lodo y puede realizarse por métodos naturales, como los lechos de secado que utilizan la energía solar para secar los lodos, pero cuya desventaja es el requerir mucho espacio. También se tienen los métodos físicos, entre los que se encuentran el tratamiento térmico con frío o calor, ambos métodos eficientes pero costosos por el gasto de energía que involucran. Por último los métodos mecánicos, filtración y centrifugación, no son muy eficientes pero son menos

costosos, lo cual hace que sean frecuentemente escogidos como métodos para lograr la deshidratación de los lodos^(4, 31).

2.3.4 PROBLEMÁTICA DE LOS LODOS A LA DESHIDRATACIÓN

La deshidratación de los lodos, consiste en la eliminación del agua libre y de algunos o todos los tipos de agua unida (intersticial, superficial y químicamente unida) de los lodos⁽³¹⁾.

La retención de agua se presenta de manera más problemática en los lodos secundarios que en los primarios. Principalmente se atribuye esto a la diferente composición de ambos.

Los lodos primarios están constituidos por el sedimento recuperado en el tratamiento primario (sedimentación primaria) y no presentan mayor dificultad a la deshidratación. Por otra parte, los lodos secundarios son el concentrado de la biomasa generada en el tratamiento biológico, la cual, es separada en el clarificador o sedimentador secundario y representan la parte más problemática en el tratamiento de los lodos. Esto se debe, a que la biomasa tiene un alto contenido de materia hidrofílica. Además los lodos secundarios contienen una gran cantidad de partículas finas dispersas que la que existe en los lodos primarios, es decir, hay una carencia de material rígido y grueso^(7, 9).

Por otra parte, existe en los lodos secundarios un material de alto peso molecular disuelto llamado material extracelular ó biopolímero, esta sustancia tiende a disminuir la permeabilidad del sistema y a incrementar el consumo de polielectrolitos. Los biopolímeros de los lodos y las partículas coloidales son los principales consumidores de polielectrolito, el cual sin embargo, es necesario para la formación de flóculos. Al polímero extracelular (exopolímeros o biopolímeros) se le define, como el polímero producido por

las bacterias presentes en los lodos, formando una membrana alrededor de la célula^(7, 9, 10).

El polímero extracelular actúa como una malla protectora que une a los microorganismos con las partículas de los materiales orgánicos e inorgánicos, y le da rigidez al flóculo. Los constituyentes principales del polímero extracelular son: polisacáridos, proteínas y ácidos nucleicos. Está demostrado que el biopolímero constituye una gran demanda en floculante, así como también los grupos funcionales hidrofílicos, por ejemplo, los ácidos húmicos. Los biopolímeros de los lodos son necesarios para generar los flóculos^(31, 32).

Los polielectrolitos sintéticos juegan un rol importante como agentes acondicionantes en la deshidratación de los lodos residuales. En el caso de los lodos activados, se encontró que las partículas en los coloides y bajos supracoloides, están en el rango dentro del cual se encuentran las partículas. Se ha mostrado la importancia de los biopolímeros aniónicos como consumidores de los agentes acondicionantes catiónicos. También se encontró que el pH y la cantidad de lípidos, proteínas y carbohidratos en los lodos tiene un efecto significativo sobre la dosis necesaria de polímero catiónico. Así mismo, algunas investigaciones concluyeron que el peso molecular del polielectrolito y la densidad de carga influyen sobre los requerimientos en la dosis y el peso molecular fue el que se encontró como el factor más importante. Estos estudios sugieren que la distribución del tamaño de las partículas y las propiedades de la superficie, la resistencia del flóculo y la cantidad de biopolímeros disueltos, son importantes parámetros para la deshidratación y el acondicionamiento de los lodos.

Finalmente se puede llegar a algunas observaciones:

1. El polielectrolito es consumido principalmente en la neutralización de los biopolímeros y en la floculación de los coloides, y un poco en la formación del flóculo, es decir, en la agregación de fragmentos de flóculos con los flóculos existentes. Esto sin embargo, depende de las características del lodo.

2. Los biopolímeros unidos en los flóculos también consumen polielectrolito, aunque sin causar considerables cambios en la deshidratación.
3. Los lodos con altas cantidades de partículas dispersas y pequeños flóculos resistentes son mejor acondicionados por los polímeros de alto peso molecular. La alta densidad de carga del polímero parece ser el más importante factor para la buena floculación de los lodos⁽¹⁰⁾.

Las interacciones electrostáticas entre las superficies bacterianas, el polímero extracelular y los iones de los metales polivalentes, son importantes en la floculación de los lodos activados. Los iones metálicos sirven como una unión iónica, entre los sitios cargados negativamente sobre las superficies y los polímeros^(8, 16, 37).

En los lodos activados existen ciertos microorganismos capaces de formar pequeños flóculos, por este motivo, se dice que la floculación es causada por el polímero extracelular microbiano. La cantidad de polímero extracelular es responsable de la determinación de las características de la carga superficial del lodo. Altas concentraciones de polímero extracelular con superficies aniónicas pueden consecuentemente ser correlacionadas con el deterioro en las características de sedimentabilidad por la influencia de la repulsión^(8, 25).

2.3.5 COMPOSICIÓN Y ESTRUCTURA DE LOS FLÓCULOS DE LOS LODOS RESIDUALES.

En particular los lodos secundarios activados obtenidos del tratamiento biológico están conformados por la masa celular de los microorganismos, la cual se encuentra como una suspensión de flóculos de microorganismos vivos y muertos, y partículas de materiales orgánicos e inorgánicos (cationes), manteniéndolos unidos por medio de una malla compleja de heteropolímero (polímero extracelular o exopolímero), que actúa como una barrera protectora para los microorganismos y al mismo tiempo le da integridad y

rigidez a los flocos. Todo este material se encuentra unido a grandes cantidades de agua, alcanzando a ser este hasta del 95% o entre el 93% y 99.5%. Lo anterior hace que el agua sea el componente mayoritario; el segundo componente es la masa celular y el tercer componente es el polímero extracelular producido por las bacterias del lodo^(4, 29, 31, 32).

Los componentes principales del polímero extracelular son: polisacáridos, proteínas, lípidos y ácidos nucleicos. Todos ellos forman grandes moléculas en forma de cadenas, de elevado peso molecular y de longitud prolongada; a lo largo de su estructura interna presentan una gran cantidad de enlaces covalentes. La estructura secundaria de los compuestos en forma de hélices está dada por uniones intramoleculares, por medio de puentes de hidrógeno. A lo largo de su estructura externa, presentan gran cantidad de grupos funcionales (-COOH, -OH) hidrofílicos, que tienden a retener las moléculas del agua^(25, 31, 32).

El tamaño de las partículas de los lodos fluctúa entre partículas coloidales y supracoloidales (hasta 100 μm), lo que pone en evidencia la importancia de las fuerzas de superficie o corto alcance (Van der Waals, interacción eléctrica, fuerzas de hidratación, interacciones hidrofóbicas) con relación a las fuerzas de volumen o largo alcance, ya que las primeras tienen poca influencia en el transporte de partículas, pero tienen un gran efecto en la eficiencia de las colisiones y la adhesión de las partículas. Con relación a esto es imprescindible señalar la importancia de la presencia de dipolos eléctricos y de cargas superficiales que juegan un papel determinante, ya que las fuerzas electrostáticas evitan la agregación y por lo tanto la formación de flocos^(12, 16, 31).

Se ha detectado que el polímero extracelular afecta las características de sedimentabilidad y deshidratación de los lodos activados, pero hasta ahora no se tiene el conocimiento pleno de la relación que existe entre la cantidad de polímero presente y⁽³²⁾:

- a) Las propiedades físicas de los lodos activados;
- b) La estructura de los flocúlos;
- c) Las variables que rigen la formación y el crecimiento del flocúlo;
- d) Las uniones electrostáticas y las interacciones hidrofóbicas y
- e) Las uniones del polímero extracelular y los cationes.

El estudio de la estructura interna de los flocúlos de los lodos activados ha demostrado que la distribución de los microorganismos y el polímero extracelular en los flocúlos es totalmente al azar. Esto implica que no existe uniformidad en su estructura, teniéndose sobretodo la abundancia del polímero extracelular amorfo rodeando los microorganismos.

La secuencia de cortes de un flocúlo (corte **a**) a la **e**)), presentada en la **Figura 2.2**, demuestra la presencia de espacios, y grandes canales de agua internos.

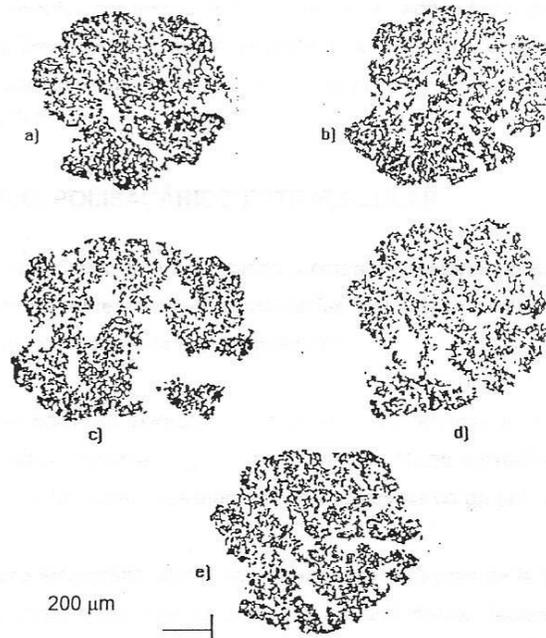


Figura 2.2 Cortes secuenciales de un flóculo de lodo (Salguero, 1998).

Se ha encontrado que la cohesión de los flóculos de los lodos activados es controlada por la relación exopolímero hidrofílico (en el cual las bacterias se encuentran inmersas) y las interacciones hidrofóbicas⁽³¹⁾.

De igual manera, se ha establecido que existe una correlación negativa entre la hidrofiliidad del exopolisacárido y la sedimentabilidad del lodo y una correlación positiva entre las interacciones hidrofóbicas dentro del flóculo y la sedimentabilidad del mismo.

Suponen también que los primeros núcleos de granulación (pequeños flóculos), son los contribuyentes pesados del flóculo, a los cuales están adheridas o pueden adherirse las bacterias, en las áreas hidrofóbicas. Al producirse las bacterias, el flóculo crece, al mismo tiempo que las partículas inertes muy ligeras y las bacterias dispersas son eliminadas por presión positiva^(31, 37).

2.4 MATERIAL POLISACÁRIDO EXTRACELULAR

Durante este capítulo se ha hablado a cerca del material polisacárido extracelular que se encuentra presente en los lodos residuales, por este motivo es que, se describirán los aspectos más importantes de este biopolímero.

El término *polímero extracelular*, es usado para referirse a la estructura formada por los polisacáridos bacterianos y por los productos líticos microbianos. Este polímero forma uniones entre las superficies inorgánicas y orgánicas cargadas negativamente.

El polímero extracelular contribuye en las características de la carga superficial de los lodos. Esta carga superficial se cree que es uno de los factores primarios en la determinación de las propiedades de los lodos. La deshidratación de los lodos puede ser afectada por la presencia de este polímero. El polímero extracelular tiene también algunas propiedades únicas ya que busca la unión con ciertos cationes. En algunas investigaciones realizadas, se ha encontrado que los cationes polivalentes contribuyen en el crecimiento efectivo del flóculo, por unión de los polímeros cargados negativamente a otros polímeros y a las superficies cargadas negativamente⁽³²⁾.

El polímero extracelular también influye en las características del lodo. La concentración y naturaleza de tales polímeros presentes en la superficie de los lodos determinará la carga superficial del lodo, la cual generalmente es negativa. El incremento en la concentración de este polímero en el lodo, origina una mala característica de sedimentabilidad del lodo. La naturaleza química de la superficie del lodo, influenciará la carga del flóculo, así como la sedimentabilidad. La composición del polisacárido

extracelular bacteriano ha sido extensamente revisado y se ha encontrado que, el polímero producido por ciertas especies bacteriales, está compuesto por azúcar neutra y un limitado número de ácidos urónicos.

En los lodos anaeróbicos, el polímero extracelular tienen como fracción dominante a las proteínas, en cambio los lodos activados tienen como fracción dominante los carbohidratos⁽²²⁾.

El material extracelular está compuesto principalmente de compuestos polisacáridos, que predominan en este y representan un porcentaje mayor al 65%. La composición de los polisacáridos muestra la predominancia de un limitado número de monómeros tales como la glucosa, manosa y fructosa^(1, 25).

Los lodos activados tienen altos niveles de polímero extracelular, el cual tiene una pobre sedimentabilidad. Además de esto, es bien conocido que la carga superficial es también un factor crítico en la floculación de los coloides en el agua y por ende, para el tratamiento de aguas residuales. Los floculos de los lodos activados generalmente llevan cargas negativas a un pH neutro. Esto es debido a la ionización de los grupos funcionales, tales como carboxílicos y fosfatos, sobre la superficie del lodo^(8, 25).

En el proceso de tratamiento biológico del agua residual, las bacterias tienden a aglutinar floculos y películas. El polímero extracelular es un biopolímero producido por microorganismos durante el anabolismo y metabolismo. Con abundante sustrato, los microorganismos tienden a producir más polímero extracelular porque incrementa la actividad anabólica. El incremento inicial del polímero extracelular debe ser atribuido al crecimiento profílico de las bacterias⁽²⁰⁾.

El polímero extracelular se acumula sobre la superficie de los microorganismos, por ello, es probable que la superficie cargada se deba a los grupos funcionales del polímero extracelular, los cuales llevan cualquier carga ya sea positiva o negativa, dependiendo de la naturaleza de los grupos funcionales y del pH. A un pH neutro, los grupos funcionales tales como, los carboxílicos y los fosfatos llevan cargas negativas, mientras que los grupos aminos llevan cargas positivas. Sin embargo, la carga superficial de los lodos es fuertemente dependiente de la composición química del polímero extracelular y de su concentración, como se reporta para los lodos activados^(8, 20).

Algunas investigaciones realizadas por Jia, Fang y Furamai⁽²¹⁾, mencionan que la carga superficial negativa de los lodos incrementa linealmente con el contenido total del polímero extracelular. Tanto el polímero extracelular y la carga superficial negativa de los lodos anaeróbicos son dependientes de la fase de crecimiento de los microorganismos. Sin embargo, cuando el sustrato llega a ser reducido, algunos polímeros extracelulares son metabolizados por bacterias para obtener energía y/o carbono y así la concentración del polímero extracelular, es reducida a sus niveles iniciales. Algunos estudios revelan que bajo condiciones anaeróbicas, los biopolímeros pueden ser degradados por las bacterias formando CO₂ y CH₄ como subproductos.

Los lodos activados tienden a formar mejores flóculos cuando las bacterias están en la fase de crecimiento declinada⁽²⁰⁾.

El polímero extracelular tiene dos orígenes:

- 1) Metabolismo o lisis de los microorganismos (proteínas, DNA, polisacáridos y lípidos).
- 2) Materiales presentes en las aguas residuales como la celulosa y los ácidos húmicos⁽³⁷⁾.

La producción de este polímero depende fuertemente de la composición de las aguas residuales, del diseño y operación de la planta de tratamiento. Así, estos factores pueden variar y los límites de las propiedades de los flóculos y la sedimentabilidad y la deshidratación también deben de diferir fuertemente^(9, 32).

La superficie de las bacterias, el polímero extracelular y las partículas inorgánicas proporcionan eventualmente sitios de adsorción negativos⁽³⁷⁾.

El polisacárido extracelular puede ser descrito como un compuesto de alto peso molecular ($M_w > 10\ 000$), el cual es producido por microorganismos bajo ciertas condiciones ambientales. Tales biopolímeros originados de la síntesis biológica y la excreción, o como producto de la lisis de la actividad lítica, predominantemente de las bacterias, generalmente se encuentran en la superficie del flóculo. Este polímero está compuesto de proteínas, carbohidratos, ácido nucleico y de lípidos, sin embargo los polisacáridos son los compuestos que predominan en el polímero extracelular y representan un porcentaje mayor al 65% del material extracelular^(25, 41).

Los polisacáridos son polímeros de unidades de azúcar monosacáridos como por ejemplo la glucosa, manosa y la fructosa. Las bacterias producen una gran variedad de polisacáridos, los cuales pueden ser divididos en tres grupos basados en la localización que tienen en la célula^(1, 13):

1. Polisacárido intracelular
2. Polisacárido en las paredes de la célula
3. Polisacárido extracelular

Los polisacáridos pueden ser clasificados en tres grupos de acuerdo a la carga electrostática de los monosacáridos que los constituyen en: polisacáridos ácidos, básicos y neutros. El polímero extracelular de las bacterias contiene, predominantemente polisacáridos ácidos⁽¹³⁾.

En los polisacáridos la abundancia de los grupos hidróxilo y carboxilo y su configuración lineal favorecen las interacciones con metales, así como, con los coloides inorgánicos, interacciones con los iones metálicos. Los enlaces múltiples de la molécula de los polisacáridos, más que los de la partícula mineral influyen en la agregación y, por lo tanto, en las propiedades físicas del lodo⁽³⁷⁾.

Los polisacáridos son eficientes para mantener la estabilización de macroagregados, además éstos son frecuentemente hidrofílicos, lo que les ayuda a contribuir en la retención del agua en los lodos⁽²⁰⁾.

El polímero extracelular se considera que puede tener un rol importante durante la floculación de los lodos. Los flóculos están constituidos de muchas especies de bacterias y protozoarios, los cuales están ligados por un material polimérico. Las células de las bacterias generalmente son menores de 2 μm , así por ejemplo, el diámetro de las partículas de los flóculos de los lodos activados son del orden de 100 μm ⁽¹³⁾.

El polisacárido extracelular puede tener puentes de hidrógeno y estos interactúan con cationes polivalentes de calcio y uniones entre los pequeños flóculos o con partículas, es así que, una de las funciones que realiza el biopolímero o material extracelular en los lodos residuales, es la de mantener unidos a dos o más células para formar un flóculo en el lodo^(3, 32).

La concentración de los biopolímeros no es tan importante íntimamente para la estabilización de las biopelículas, porque un gran número de contactos pueden existir entre éstos y las bacterias. Probablemente lo más importante es el arreglo de los grupos funcionales expuestos a lo largo de la superficie de los polímeros⁽²⁵⁾.

Muchos investigadores desarrollaron técnicas que les permitieran medir el material polisacárido extracelular, que se encuentra presente en las células de los lodos residuales. Sin embargo no todas las técnicas tuvieron buenos resultados, debido a que

durante su desarrollo, la presencia de proteínas y ácidos nucleicos en los extractos de los lodos, sugería la destrucción de la membrana de la célula, debido a que estos compuestos son componentes intracelulares⁽¹³⁾.

Sin embargo, existe un método no destructivo de medir el material polisacárido extracelular en los flóculos de los lodos, esto se puede realizar usando la adsorción de un marcador, como el marcador rojo de rutenio. La medición del polímero extracelular por este método se realiza mediante la adsorción de un marcador específico de carbohidratos en los flóculos de los lodos, seguido por la medición de la inadsorbancia del marcador en el sobrenadante^(3, 13).

2.4.1 ORIGEN Y CARACTERIZACIÓN DEL POLÍMERO EXTRACELULAR

Son numerosos los grupos de organismos que pueden participar en la formación de los lodos activados entre los que se puede citar principalmente, la gran cantidad de géneros de bacterias, protozoarios (Rhizopodos, Amibas, Epistylis, Opercularia, Vorticella, Acineta, Trachelophyllum, Paramecium) y algunas veces hongos, rotíferas.

Las bacterias (algunas de tipo filamentoso) constituyen el grupo más importante, pues son las responsables de la eliminación de la contaminación y formación de los flóculos^(19, 24,31, 36). La presencia o ausencia de un determinado género y especie está determinada por la temperatura, el pH, el oxígeno disuelto y la naturaleza de los contaminantes orgánicos presentes en las aguas residuales, como se señala en el **Cuadro 2.1**.

Cuadro 2. 2 Tipos de residuo y microorganismos asociados (Salguero, 1998).

<i>Géneros de bacterias predominantes</i>	<i>Tipo de residuo</i>
<i>Alcaligenes, Bacillus, Flavobacterium.</i>	<i>Rico en proteínas</i>
<i>Pseudomonas</i>	<i>Rico en carbohidratos y glúcidos</i>
<i>Thionthrix, Microthrix</i>	<i>Presencia de azufre reductor</i>

Figura 2. 3 Composición de los polímeros extracelulares de las bacterias gram positivas.

Como ya se mencionó, el polímero extracelular se produce por las bacterias presentes en lodos secundarios (los protozoarios no son formadores de polímero extracelular).

Las bacterias son células procarióticas, que morfológicamente están conformadas por material genético (no tiene núcleo como tal), membrana citoplasmática, pared celular, ribosomas y algunos poseen flagelos.

Las bacterias se clasifican en: *gram negativas* y *gram positivas* y su diferencia radica en la diferente composición de la pared celular que es más compleja en las gram negativas como se puede observar en la **Figura 2.3**. Las principales bacterias productoras de polímero extracelular son en gran mayoría gram negativas y mucho menores lo son las bacterias gram positivas y las levaduras. La constitución química de la membrana celular y la pared celular juega un papel importante en la hidrofobicidad del polímero extracelular, pues parte de estos compuestos originan el polímero extracelular.

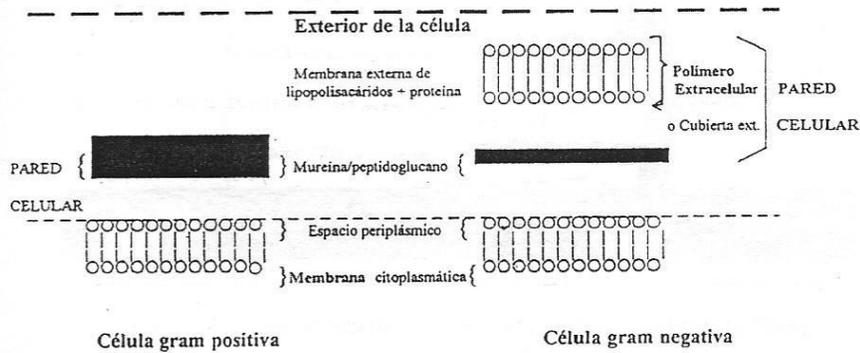


Figura 2.3 Composición de las paredes celulares de las bacterias gram positivas y negativas (Salguero, 1998).

La membrana citoplasmática es la capa limitante de la célula; como bien puede apreciarse en la **Figura 2.4**, es una barrera diferencial permeable, que se compone de una doble capa de fosfolípidos que tienen terminaciones polares (hidrofílicas) y no polares (hidrofóbicas compuestas de ácidos grasos) dispuestos de manera que la parte hidrofílica apunta hacia el interior y hacia la pared celular y las partes hidrofóbicas de los fosfolípidos se orientan unas contra otras y forman la matriz interna de la membrana^(31, 36).

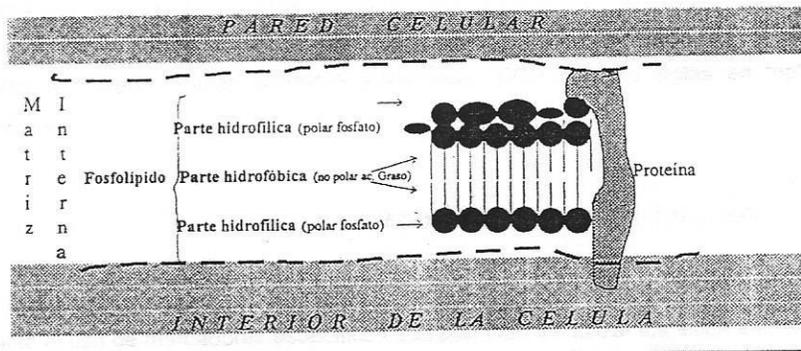


Figura 2.4 Estructura de la Membrana Celular (Salguero, 1998).

La pared celular permite el paso de las moléculas, pero no el de macromoléculas como las de los polímeros. Rodea la membrana citoplasmática de casi todas las bacterias procarióticas; esta estructura es muy importante porque protege a la célula del choque osmótico y es relativamente porosa. La existencia del grupo de bacterias gram positivas y gram negativa se debe a una diferencia en la composición de la pared celular. Como se muestra en la **Figura 2.3** ambas paredes están constituidas bioquímicamente de mureína (compuesta de una cadena larga de aminoazúcares N-acetil-glucosamina y ácido N-acetilmurámico que forman una red cruzada llamada porción péptido-glucano de la molécula), que también es conocida como peptidoglucano o mucopéptido. Pero las gram positivas, tienen una capa de péptido glucano gruesa que equivale al 90% de la pared celular y ácidos teicoicos (son polímeros lineales componentes de la pared de las gram positivas) que contienen: glucosa, fosfato y un alcohol, por su carga negativa los ácidos teicoicos son parcialmente responsables de la carga negativa de la superficie bacteriana como un todo. Las gram negativas tienen una composición más compleja, con una

delgada capa interna de peptidoglucanos (10%) sin ácido teicoicos, y una capa externa que contiene lípidos, polisacáridos y proteínas (lipopolisacáridos también llamados endotoxinas) y fosfolípidos; las dos capas forman lo que se conocen con el nombre de envoltura o cubierta celular, *polímero extracelular* (ECP por sus siglas en Inglés) o *Exopolímero*^(31, 36).

2.4.2 LOCALIZACIÓN DE SITIOS CARGADOS ANIÓNICAMENTE EN LODOS

La localización de sitios aniónicos en lodos residuales puede ser observada mediante el uso de marcadores específicos que permitan visualizar los sitios aniónicos, al respecto se han realizado algunas investigaciones con el marcador rojo de rutenio en tres tipos de lodos, los cuales fueron lodos primarios, activados y anaeróbicos.

El marcador rojo de rutenio es un marcador de tipo catiónico, que puede ser utilizado para marcar los sitios aniónicos de las partículas coloidales que tienen los lodos residuales. El empleo de los marcadores permiten observar la forma en la cual están distribuidos los sitios aniónicos en estructura de las células de manera más fácil, como se puede observar en la **Figura 2.5**. Las manchas oscuras en la capa exterior de la célula, indican la presencia de material extracelular o biopolímero, que está presente en las células y que son marcados con rojo de rutenio de diferente manera. Además de algunas otras partículas que no son muy distinguibles, pero aparecen en muchas secciones de las muestras analizadas de los lodos activados.

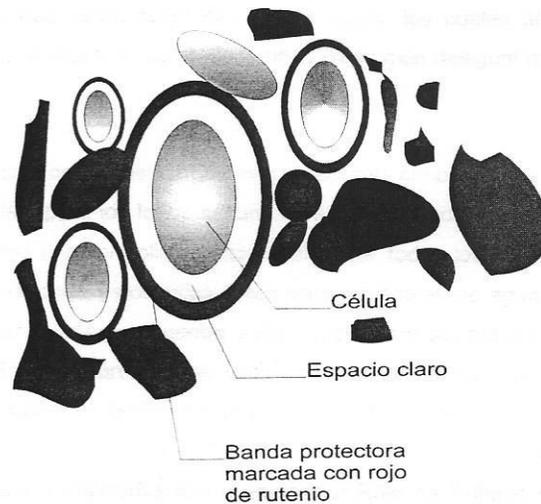


Figura 2. 5 Lodo marcado con rojo de rutenio (Bowen y Tyagi, 1989).

En forma interesante, se logró localizar las cargas negativas superficiales que se encuentran sobre las partículas de los lodos, usando un marcador (rojo de rutenio). En los *lodos activados o secundarios* el marcado de los biopolímeros por el rojo de rutenio muestra la presencia de una banda que rodea la superficie de la célula, así mismo, esta localización refiere a sitios cargados aniónicamente, mientras que la masa central es un área donde hubo un marcado pobre con rojo de rutenio, lo que indica que existen distintos sitios cargados sobre la superficie de esta masa. Sin embargo, esta banda no se encontró tan marcada en los *lodos primarios*, es decir, cuando los lodos primarios fueron examinados, menos cantidad de material extracelular fue observado, esto es debido a que durante el proceso de tratamiento primario, la actividad biológica tiene escasa importancia. Asimismo, los *lodos anaeróbicos* también fueron analizados, sin embargo se encontró que contenían pequeñas cantidades de material marcado con rojo de rutenio.

También debe de considerarse que existen diferentes biopolímeros en las células de los microorganismos que están presentes en los lodos, los cuales absorben de diferente forma al marcador y entonces se produce una distribución desigual del marcado alrededor de las células.

Así de esta forma, las cargas negativas son concentradas en esta banda que rodea a las células, para los lodos secundarios y dispersadas para los primarios, lo que explica la dificultad para el polielectrolito a alcanzar todos los sitios aniónicos en lodos secundarios, así dejando estos sitios libres para moléculas de agua. Al contrario, en los lodos primarios, el polímero encuentra y tiene fácilmente acceso a estos sitios dispersos en la solución. Se han marcado con éxito los sitios aniónicos usando rojo de rutenio y determinado las isoterms de Freundlich para la adsorción del polímero.

Otros estudios realizados con el marcador Rojo de Rutenio y el catión de ferrita sobre diferentes tipos de lodos han mostrado que, la localización de las cargas negativas está asociada con la presencia de material polisacárido extracelular. Por lo que, las características de la superficie de los lodos son significativamente alteradas por la presencia de biopolímeros y material extracelular. Ambos, el biopolímero extracelular y la estructura de la pared de la célula determinan la carga superficial aniónica. Una capa de biopolímero extracelular puede proveer una nueva superficie para las partículas de lodo.

Después de haber analizado tres tipos de lodos (lodos primarios, activados y anaeróbicos) Bowen y Tyagi, se encontraron diferencias tanto en la magnitud, como en la distribución de los sitios cargados aniónicamente. Los cambios en las cargas superficiales de los lodos pueden ser debido a variaciones bioquímicas en la superficie de las partículas de los lodos y/o al proceso de tratamiento que los generan. Además de las variaciones en la cantidad de polímero extracelular y propiedades bioquímicas en la matriz del lodo, afectan a la localización de los sitios cargados. En lo que se refiere a la distribución del tamaño de las partículas, se encontró que la mejor deshidratación ocurre al tener un contenido proporcional de partículas finas y gruesas. En realidad cuanto más

superficie coloidal haya expuesta a la solución, más grande será el número de sitios negativos a desestabilizar.

Basándose en el estado del crecimiento de los microorganismos y la actividad de los lodos, las diferencias que existen entre los lodos primarios, activados y anaeróbicos al ser marcados con el marcador rojo de rutenio, son las que se esperaban, debido a la diferencia en las propiedades bioquímicas de los lodos⁽³⁾.

2.4.3 MEDICIÓN DEL MATERIAL POLISACÁRIDO EXTRACELULAR EN LOS FLÓCULOS DE LOS LODOS

El método de adsorción del marcador Rojo de Rutenio, es el más utilizado para la medir la cantidad de material polisacárido que se encuentra presente en los flóculos de los lodos, ya que este método, ofrece a diferencia de otros métodos químicos, como la extracción con hidróxido de sodio y de EDTA, una menor contaminación de los extractos químicos con el material intracelular, disminuyendo así los errores asociados en la medición del polímero extracelular. Este método permite conocer la cantidad de material polisacárido presente, mediante la adsorción de un marcador específico sobre la superficie del lodo, seguido por la medición de la inadsorbancia del marcador en el sobrenadante. Así la destrucción de la membrana de la célula es minimizada. Los polisacáridos ligan a muchos agentes por medio de los grupos hidroxilo, carboxilo, o sulfato sobre los componentes monosacáridos, y muchos de estos son marcados. El uso del marcador como adsorbato simplifica la medición, debido a que la adsorción puede ser cuantificada usando un espectrofotómetro de luz visible. Además el marcador Rojo de Rutenio ha sido encontrado para unirse selectivamente con los polisacáridos, mediante una reacción con el ácido de los polisacáridos. Durante el proceso de adsorción del rojo de rutenio, existen algunas variables que han sido tomadas en cuenta como la temperatura, la concentración del marcador, el pH y la solución buffer, sin embargo, los estudios efectuados revelaron que el único factor a tomar en cuenta es el pH, ya que tiene

un fuerte efecto sobre el proceso de adsorción del marcador en la superficie del lodo, debido a que hay una mayor adsorción del marcador en el flóculo del lodo⁽¹³⁾.

En este trabajo se emplearon las técnicas anteriormente descritas, los cuales se aplican en los capítulos 3 y 4.

2.5 HIPÓTESIS

El contenido de sitios aniónicos es proporcional a los requerimientos del polielectrolito necesario para el proceso de floculación de los lodos mixtos, en el tratamiento del agua residual.

2.6 OBJETIVO GENERAL

Basado en la problemática planteada en los párrafos anteriores, el objetivo principal de esta investigación es:

Cuantificar los sitios aniónicos en los lodos primarios, secundarios, y mixtos y relacionarlo con el tipo y capacidad de floculación de polielectrolitos de PM y viscosidad intrínseca diferente.

El objetivo principal puede desglosarse en los siguientes objetivos particulares:

2.6.1 OBJETIVOS PARTICULARES

Caracterización de los lodos primarios, secundarios y mixtos, mediante la evaluación de sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites. La medición de estos permitirá obtener información referente a la cantidad de material polisacárido extracelular.

Establecer un método de determinación de sitios aniónicos mediante el uso de Rojo de Rutenio como marcador.

Establecer una correlación entre la cantidad de sitios aniónicos mediante Rojo de Rutenio y la cantidad de floculante requerido.

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se describirán las partes relacionadas con la parte experimental de la investigación, se presenta la forma y tiempos en que se llevó a cabo el muestreo y finalmente la metodología empleada.

En este trabajo de investigación se pretende localizar la distribución de los sitios aniónicos en lodos residuales (primarios, secundarios y mixtos), así como, de la medición del material polisacárido extracelular, el cual es un biopolímero que interviene en el proceso de floculación para la deshidratación de estos lodos, sin embargo su presencia en los lodos residuales dificulta este proceso, debido principalmente a su capacidad para retener agua.

Lo anterior se realizará mediante la caracterización de los lodos, el acondicionamiento con tres polielectrolitos, la adsorción del marcador rojo de rutenio en lodos residuales a fin de poder medir el material polisacárido que se encuentra presente en estos lodos, lo que permitirá evaluar la eficiencia o ineficiencia de cada uno de los

polielectrolitos utilizados. La metodología que se siguió se muestra en la siguiente Figura 3.1.

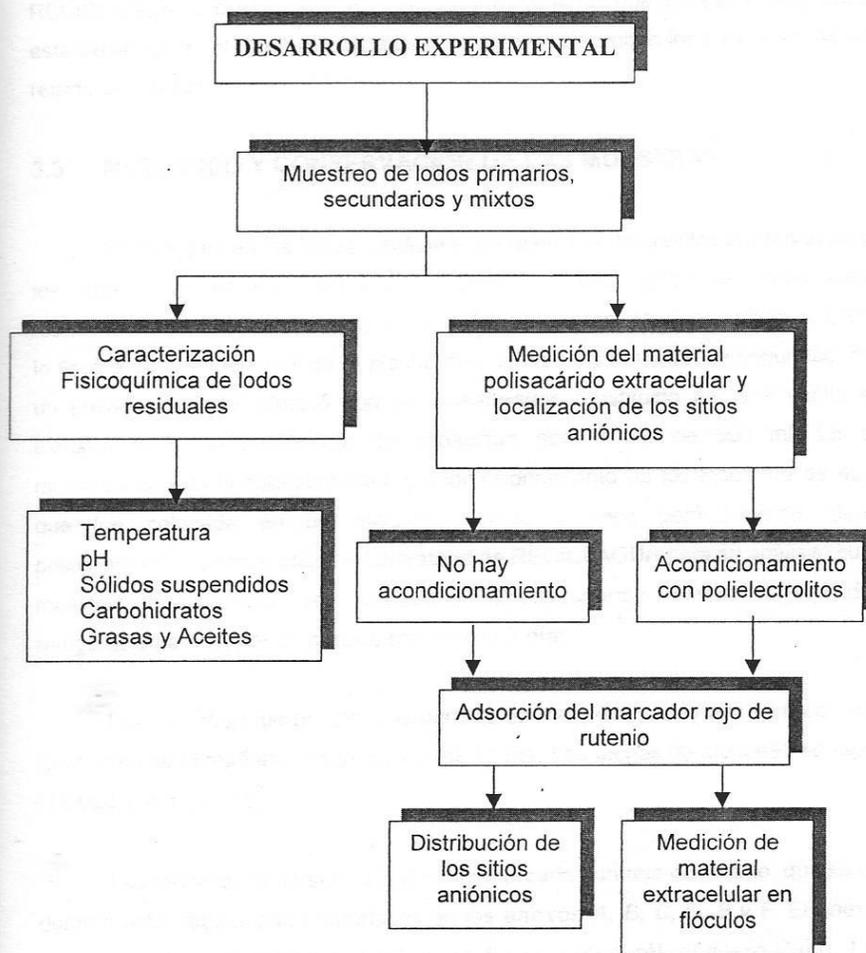


Figura 3.1 Esquema del Desarrollo Experimental.

3.2 ORIGEN DE LAS MUESTRAS

Las muestras que serán analizadas provienen de la planta tratadora RECICLAGUA, la descripción del proceso de tratamiento que se lleva a cabo en la planta está explicado en el Capítulo I, así como también se describen los puntos en los cuales se realizó el muestreo.

3.3 MUESTREO Y CONSERVACIÓN DE LAS MUESTRAS

El muestreo de los lodos residuales, se realizó en los puntos en donde se generan los lodos de interés: lodos primarios, secundarios y una mezcla de ambos denominada lodos mixtos, los cuales se muestran en la **Figura 1.2** (pp. 11) del Capítulo 1. El muestreo lo llevó a cabo el personal de la planta, que conoce las medidas de seguridad, mediante un previo aviso. Se efectuó con un muestreador constituido por una varilla en cuyo extremo tenía un contenedor de capacidad aproximada de 500 ml. La cantidad muestreada para la caracterización y acondicionamiento de los lodos fue de 4L, misma que fue colocada en un recipiente limpio y seco perfectamente identificado; posteriormente fue trasladada al laboratorio de RECICLAGUA para su análisis; cuando las muestras no pudieron ser analizadas inmediatamente, fueron conservadas bajo refrigeración a 4°C, por un periodo máximo de 2 días.

Las muestras fueron tomadas durante un mes, dos veces a la semana, durante el transcurso de la mañana desde las 7 a las 12 hrs. Las fechas de muestreo se reportan en el **Cuadro 4.1** (pp. 68).

Las técnicas de caracterización y de marcado con rojo de rutenio, que se utilizaron durante este trabajo están reportadas en los **anexos A, B, C, D, E y F**. El **anexo A** (pp. 115), se refiere a la temperatura, el **anexo B** (pp.117) al pH, el **anexo C** (pp. 119) a los sólidos suspendidos (totales, fijos y volátiles), el **anexo D** (pp. 123) a las grasas y aceites, el **anexo E** (pp. 128) a los carbohidratos y el **anexo F** (pp. 131) al marcador rojo de

rutenio (medición del material polisacárido extracelular y la localización de sitios aniónicos).

3.4 METODOLOGÍA

Para realizar la medición del material polisacárido extracelular y la identificación de los sitios aniónicos en los lodos residuales, que corresponde al objetivo principal de este trabajo, se realizó un proceso de recolección de información de correspondiente a las características de los lodos residuales con los cuales se estarían trabajando.

Posterior al proceso de caracterización, se desarrollan las pruebas de identificación de sitios aniónicos, en las cuales se observan los sitios en donde el polímero actuará cuando los lodos sean acondicionados. Finalmente se realiza el acondicionamiento de los lodos residuales con polímeros, para medir la cantidad de material polisacárido extracelular en los lodos. A continuación se describen las actividades realizadas en la parte experimental.

3.5 CARACTERIZACIÓN

Es importante conocer las características de cada uno de los lodos con los que se va a trabajar, sin embargo sólo algunas de las características fisicoquímicas son importantes para este trabajo como las que a continuación se mencionan:

Temperatura, pH, sólidos suspendidos (totales (SST), fijos (SSF) y volátiles (SSV)), carbohidratos, grasas y aceites (G y A).

Dentro de la caracterización de lodos se tomaron en cuenta algunas de las características físicas y químicas de los lodos, como las que ya se mencionaron, y que a continuación se describen.

La **temperatura** de los lodos residuales estudiados fue medida con un termómetro de mercurio de acuerdo a lo establecido en la norma mexicana *NMX-AA-007* (**Anexo A**, pp. 115).

La **concentración del ión hidrógeno (pH)** indica la intensidad ácida o alcalina de una solución. Las determinaciones de pH se realizaron empleando un potenciómetro a un volumen definido de muestra, mediante lo establecido en la norma mexicana *NMX-AA-008* (**Anexo B**, pp. 117).

Las determinaciones correspondientes a los **sólidos suspendidos**, se realizaron de acuerdo a los procedimientos establecidos en la norma correspondiente a la determinación de sólidos suspendidos en los lodos residuales, se realizó con respecto a la norma mexicana *NMX-AA-034*. Los procesos empleados se basan en la evaporación de la parte líquida de los lodos y en determinaciones por diferencias de pesos del recipiente que los contiene antes y después de la evaporación y del secado.

Las determinaciones de sólidos suspendidos fijos y volátiles se realizaron con el objeto de tener un panorama amplio, principalmente en cuanto al contenido de sólidos suspendidos volátiles que hay en los lodos, pues ha sido señalado que la concentración de éstos, está directamente relacionado con la cantidad de materia orgánica (**Anexo C**, pp.119).

La determinación de **grasas y aceites**, se realizó de acuerdo a los procedimientos establecidos en la norma mexicana *NMX-AA-005*. El proceso empleado para la determinación del contenido de grasas y aceites se basan principalmente en la adsorción de las grasas en tierra de diatomeas, las cuales son extraídas en un equipo Soxhlet empleando hexano como disolvente. Una vez terminada la extracción se evapora el hexano y se pesa el residuo que ha quedado en el recipiente; siendo éste valor el contenido de grasas y aceites (**Anexo D**, pp. 123).

La técnica utilizada para la determinación de **carbohidratos** en los lodos residuales, es una adaptación de la técnica empleada para la determinación de carbohidratos en suelos, la cual se realizó sobre la base de una hidrolización de la muestra con ácido sulfúrico, para obtener los carbohidratos que se encuentran presentes en las muestras, seguido de un análisis colorimétrico, usando ácido sulfúrico y fenol (Anexo E, pp.128).

3.6 LODOS MARCADOS CON ROJO DE RUTENIO

Una vez que los lodos han sido caracterizados, se procederá a realizar el marcado de estos con el marcador rojo de rutenio, para poder primero identificar los sitios aniónicos en los lodos residuales, mediante el uso de microscopio y en segundo término para poder medir el material polisacárido extracelular antes y después del acondicionamiento con polímeros o polielectrolitos.

En la **Figura 3.2**, se muestra la fórmula general del marcador Rojo de Rutenio.

FÓRMULA GENERAL:

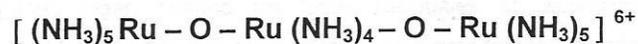


Figura 3. 2 Fórmula general del marcador rojo de rutenio (Figuroa, 1987).

3.6.1 IDENTIFICACIÓN DE LA DISTRIBUCIÓN DE LOS SITIOS ANIÓNICOS EN LODOS RESIDUALES

Los sitios aniónicos en los lodos residuales, son los sitios en donde actúa el polímero durante la floculación o formación de flóculos. La identificación de sitios aniónicos en lodos residuales se realiza antes que éstos sean acondicionados con los polielectrolitos.

Dichos sitios pueden ser observados en el microscopio, mediante el uso del marcador rojo de rutenio (marcador de tipo catiónico), por medio del cual podemos observar la distribución de los sitios aniónicos en los lodos.

La técnica utilizada para la identificación de los sitios aniónicos, se describe con más detalle en el **Anexo F** (pp. 131).

3.6.2 MEDICIÓN DEL MATERIAL POLISACÁRIDO EXTRACELULAR

La medición del material polisacárido extracelular se realizó en dos partes, la primera se realizó antes del acondicionamiento, en donde se marcaron los lodos con rojo de rutenio, para medir la cantidad de material polisacárido extracelular presente en los lodos antes del acondicionamiento.

En segundo lugar, cuando los lodos residuales se acondicionen con el polielectrolito, se obtendrán flóculos, los cuales serán marcados con el marcador rojo de rutenio, lo que permitirá medir la cantidad de material polisacárido por medio de la adsorción del marcador en los sitios aniónicos libres que tenga el flóculo después del acondicionamiento. Es importante mencionar que el marcador solo se adsorberá en aquellos sitios aniónicos libres con los cuales el polielectrolito no ha podido interactuar durante el proceso de floculación para la deshidratación de los lodos residuales.

La técnica utilizada para la determinación de la cantidad de material polisacárido presente en los lodos se describe ampliamente en el Anexo F (pp.131)

3.6.3 ACONDICIONAMIENTO DE LODOS CON POLÍMEROS

El acondicionamiento de los lodos se realizó con polielectrolitos catiónicos, tales polielectrolitos son el percol 757, 755 y 368.

Las principales características de estos polielectrolitos se presentan a continuación en la Figura 3.3 y en el Cuadro 3.1 se presenta la fórmula general de estos polielectrolitos.

FORMULA GENERAL:

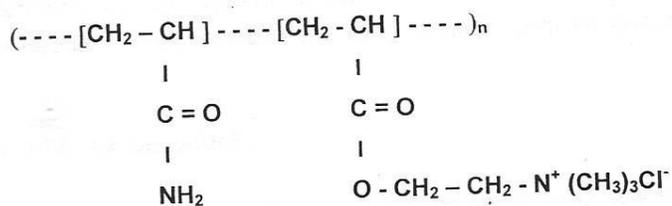


Figura 3.3 Fórmula General de los polielectrolitos (Salguero, 1998).

Cuadro 3.1 Características de los polielectrolitos (Salguero, 1998).

No.	NOMBRE	CLAVE	CARGA	PESO* MOLECULAR (g/mol)
1	Percol	757	++++ Alta carga	3
2	Percol	755	++++ Alta carga	5
3	Percol	368	+++++ Muy alta carga	1

*Escala de 1 a 5, 1 = $0.5 - 1 \times 10^6$ g/mol, 5 = $15 - 20 \times 10^6$ g/mol.

3.6.4 PREPARACIÓN DEL POLIELECTROLITO

En el acondicionamiento de lodos residuales se emplearán tres tipos de polielectrolitos de tipo catiónico (percol 757, 755 y 368), de los cuales se prepararon soluciones de concentraciones de 200, 250 y 300 mg/L (ppm) en agua deionizada.

3.6.5 PRUEBA DE JARRAS

En esta parte se requirió de una prueba de jarras, la cual está diseñada para realizar pruebas de floculación, la cual tiene una capacidad para trabajar con seis vasos de precipitado de 1000 ml, cuyo diagrama se encuentra en la **Figura 3.4**.

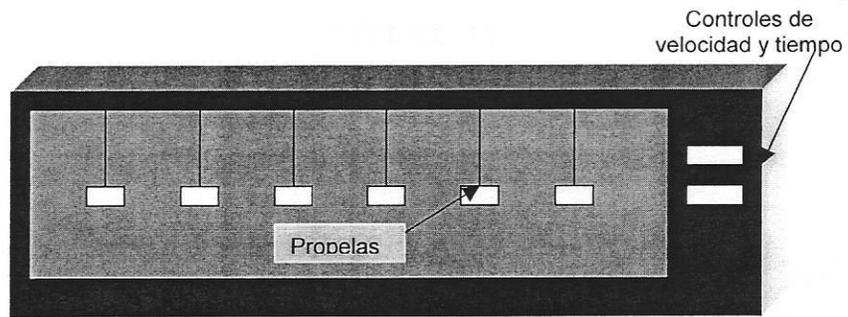


Figura 3. 4 Prueba de Jarras con agitador de propelas (Faust,1998).

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se presentan los resultados experimentales de la caracterización fisicoquímica, el marcado con rojo de rutenio para la identificación de sitios aniónicos y medición del material polisacárido extracelular en los lodos residuales primarios, secundarios y mixtos, así como la discusión de estos.

4.2 PRESENTACIÓN DE RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE LODOS RESIDUALES

Se presentan en forma tabular y gráfica, los datos experimentales de la caracterización de los lodos residuales, en el **Cuadro 4.1** se presentan las fechas de muestreo de los lodos residuales y algunas anotaciones realizadas durante el muestreo.

Cuadro 4.1 Anotaciones en el muestreo.

<i>Fecha de muestreo (dd / mm / aa)</i>	<i>Tipo de lodo residual</i>	<i>Anotaciones</i>
08 / 02 / 00	Primario Secundario	No estaba funcionando el filtro prensa de lodos, de donde se obtienen los lodos mixtos.
11 / 02 / 00	Secundario	No hubo bombeo de lodos primarios y no funcionaba el filtro prensa de donde se obtienen los lodos mixtos.
15 / 02 / 00	Primario Secundario Mixto	Exitosa recolección de las muestras.
22 / 02 / 00	Primario Secundario Mixto	Exitosa recolección de las muestras.
25 / 02 / 00	Primario Secundario Mixto	Exitosa recolección de las muestras.
01 / 03 / 00	Secundario Mixto	No hubo bombeo de lodos primarios, por lo que no se tuvo muestra.
03 / 03 / 00	Primario Secundario Mixto	Exitosa recolección de las muestras.
07 / 03 / 00	Primario Secundario Mixto	Exitosa recolección de las muestras.

En la prueba de caracterización de los carbohidratos es necesaria la utilización de una curva de calibración para conocer la concentración de carbohidratos presentes en las muestras analizadas. Los datos de la curva de calibración se encuentran en el **Cuadro 4.2** y la gráfica en la **Figura 4.1**. Se emplea glucosa como patrón de referencia como carbohidrato.

Cuadro 4. 2 Datos para la curva de calibración de Carbohidratos.

Concentración en mg/L (ppm)	Absorbancia a 490 nm
0	0
10	0.136
20	0.249
30	0.344
40	0.464
50	0.571
60	0.678

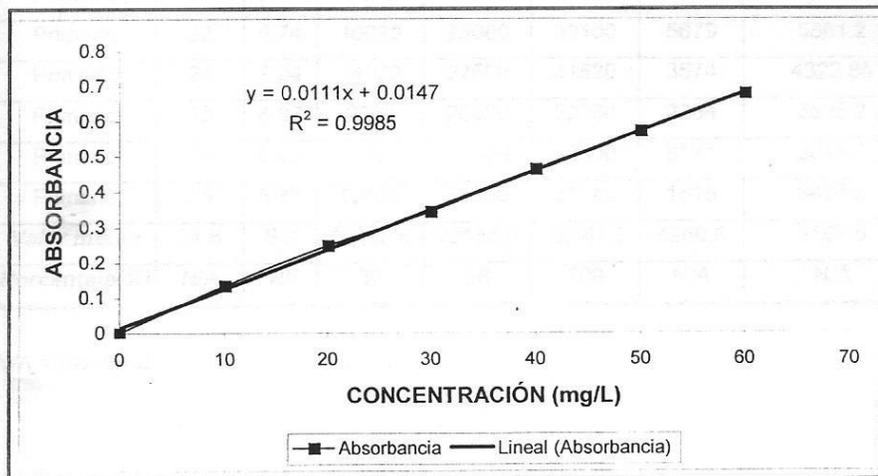


Figura 4. 1 Curva de calibración de Carbohidratos.

Las gráficas de caracterización de los lodos residuales que se presentan en este capítulo, sólo representan las tendencias de cada parámetro, es decir, no son gráficas que representen a una variable continua.

En el **Cuadro 4.3**, se muestran las características fisicoquímicas de los lodos residuales primarios, tales como: temperatura, pH, sólidos suspendidos, grasas y aceites.

Cuadro 4.3 Características Fisicoquímicas de los lodos primarios.

Tipo de lodo	Temp. (°C)	pH	Sólidos Suspendidos (mg/L)			Grasas y aceites (mg/L)	Carbohidratos (mg/L)
			Fijos	Volátiles	Totales		
Primario	21	7.16	6000	13640	19640	4241	4380.2
Primario	22	6.74	10020	23080	33100	5679	5661.2
Primario	24	7.04	14020	27500	41520	3574	4322.85
Primario	19	6.97	9060	20020	29080	2284	3535.2
Primario	19	6.59	12900	27400	40300	8171	3318.8
Primario	25	6.88	10440	21300	31740	1615	3427.2
Valor medio	21.6	6.9	10406.6	22156.6	32563.3	4260.6	4107.5
Porcentaje(%)	N/A	N/A	32	68	100	N/A	N/A

N/A = No Aplica

En el Cuadro 4.4, se muestran las características fisicoquímicas de los lodos residuales secundarios, tales como: temperatura, pH, sólidos suspendidos, grasas y aceites.

Cuadro 4.4 Características Fisicoquímicas de los lodos secundarios.

Tipo de lodo	Temp. (°C)	pH	Sólidos Suspendidos (mg/L)			Grasas y aceites (mg/L)	Carbohidratos (mg/L)
			Fijos	Volátiles	Totales		
Secundario	17	7.77	1860	5960	7820	462	2344.2
Secundario	20	7.72	1240	6000	7240	119	2902.8
Secundario	22	7.78	560	1640	2200	769	728
Secundario	20	7.88	1720	6900	8620	661	2938.8
Secundario	19	7.7	2000	7340	9340	664	3660.65
Secundario	21	7.76	1760	6360	8120	574	2866.6
Secundario	19	7.37	1460	5940	7400	161	2848.6
Secundario	20	7.4	1500	5080	6580	625	3503.15
Valor medio	19.75	7.67	1512.5	5652.5	7165	504.375	2724.25
Porcentaje(%)	N/A	N/A	21	79	100	N/A	N/A

N/A = No Aplica

En el Cuadro 4.5, se muestran las características fisicoquímicas de los lodos residuales mixtos, tales como: temperatura, pH, sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites.

Cuadro 4.5 Características Fisicoquímicas de los lodos mixtos.

Tipo de lodo	Temp. (°C)	pH	Sólidos Suspendidos (mg/L)			Grasas y aceites (mg/L)	Carbohidratos (mg/L)
			Fijos	Volátiles	Totales		
Mixto	21	6.99	15360	26340	41700	2019	6238
Mixto	18	7.4	7640	16680	24320	3204	4616.4
Mixto	18	7.35	13760	19360	33120	2254	5281
Mixto	21	7.55	5740	14200	19940	4654	5264.8
Mixto	19	7.07	3200	10580	13780	1381	3715.2
Mixto	20	6.92	7880	17200	25080	1065	5336.8
Valor medio	19.5	7.21	8930	17393.3	26323.3	2429.5	5075.3
Porcentaje (%)	N/A	N/A	32	68	100	N/A	N/A

N/A = No Aplica

La caracterización de los lodos residuales se realizó con la finalidad de tener un soporte, para el desarrollo experimental, es decir, tener algunas características básicas de los lodos residuales como: temperatura, pH, sólidos suspendidos totales (SST), fijos (SSF), volátiles (SSV), carbohidratos, grasas y aceites (G y A), para ver las diferencias y similitudes que existen entre los lodos primarios, secundarios y mixtos.

4.2.1 TEMPERATURA

De acuerdo con los resultados de la caracterización de los lodos primarios, secundarios y mixtos, de los Cuadros 4.3, 4.4 y 4.5 y que en forma gráfica podemos observar en la Figura 4.2, los resultados que se obtuvieron, muestran que los valores de temperatura en las muestras varían entre los 17°C y los 25°C, siendo el valor promedio de temperatura en los lodos primarios de 21.6°C, mientras que para los lodos secundarios es de 19.7°C y para los mixtos de 19.5°C

Los primarios son los que presentan un rango más amplio de variación en la temperatura (19 a 25°C), lo cual puede deberse a diferencias en la temperatura de las descargas de las aguas residuales al colector Toluca-Reciclagua. Sin embargo, las temperaturas que se tienen en los tres lodos residuales, son adecuadas para la existencia de vida biológica en estos lodos.

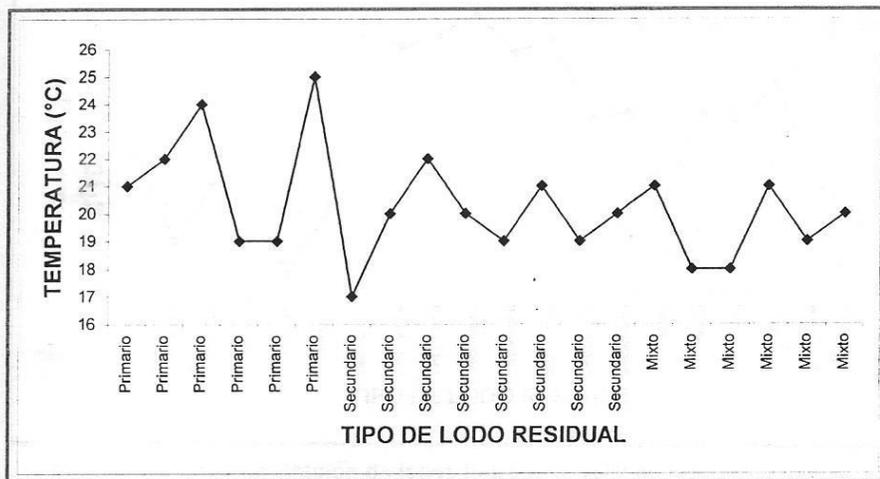


Figura 4.2 Temperatura de los lodos residuales.

4.2.2 CONCENTRACIÓN DE IONES HIDRÓGENO (pH)

El pH en las muestras de lodos, se encuentran en un rango de pH de 6.5 - 8.0, como lo podemos observar en los Cuadros 4.3, 4.4 y 4.5 y en forma gráfica en la Figura 4.3. Siendo que, el valor medio de pH en los lodos primarios es de 6.9, mientras que en los lodos secundarios el pH medio es de 7.7 y para los lodos mixtos el pH es de 7.2.

Como podemos observar los lodos primarios, secundarios y mixtos tienen valores muy cercanos al pH neutro, el cual se encuentra dentro del rango de pH de 6-8, el cual es un intervalo de pH idóneo para la existencia de la vida de los microorganismos y los valores que se tienen de pH en los tres lodos están dentro del rango de pH antes mencionado.

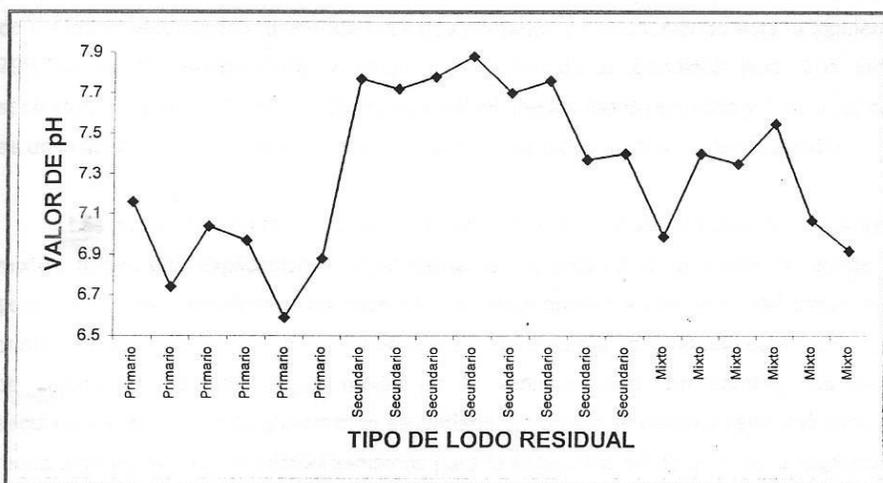


Figura 4.3 Concentración de iones hidrógeno (pH) en lodos residuales.

4.2.3 SÓLIDOS SUSPENDIDOS

En los Cuadros 4.3, 4.4 y 4.5 se presentan los datos experimentales de los lodos residuales primarios, secundarios y mixtos y en la Figura 4.4 se presenta en forma gráfica los datos. En las tablas podemos observar, que los lodos primarios tienen una gran concentración de sólidos suspendidos totales, siendo ésta de 32 563.3 mg/L. Los lodos mixtos presentan también una concentración alta de sólidos, aunque ésta es menor que el de los lodos primarios, sin embargo su valor medio es de 26 323.3 mg/L. Los lodos secundarios presentan una menor concentración de sólidos teniendo un valor medio de 7 165 mg/L. Los lodos secundarios tienen 7 165 mg/L de sólidos suspendidos totales que representan el 27% de los sólidos que encontramos en los primarios y el 22% de los mixtos.

En cuanto a la composición porcentual de los sólidos suspendidos totales, los lodos primarios y mixtos tienen la misma composición, ya que el 68% son sólidos suspendidos volátiles y el 32% son sólidos suspendidos fijos. La composición porcentual de los lodos secundarios, difiere de los lodos primarios y mixtos, siendo ésta la siguiente: 79% de sólidos suspendidos volátiles y 21% sólidos suspendidos fijos. Los lodos secundarios tienen un 11% más de materia volátil que los lodos primarios y mixtos, el cual es un indicativo de la actividad biológica que en estos lodos se está llevando a cabo.

Las diferencias en la composición porcentual de los lodos primarios, secundarios y mixtos, tienen una explicación, la cual radica principalmente en la fuente en donde se generan los lodos residuales, por ejemplo: los lodos primarios provienen del tratamiento primario en donde no se lleva a cabo un proceso de tratamiento, sino una operación física de separación de sólidos por medio de la sedimentación. En cambio, los lodos secundarios provienen del tratamiento secundario, en donde se llevan a cabo una serie de reacciones por medio de microorganismos para la estabilización de la materia orgánica e inorgánica (los compuestos orgánicos e inorgánicos de estructura compleja e inestable, son metabolizados en compuestos simples y estables), que dan origen a un lodo estable, homogéneo y con bajo contenido de sólidos suspendidos.

Los lodos mixtos, por su parte son la combinación de los lodos primarios y secundarios, antes de su acondicionamiento para su deshidratación e incineración, de qui la importancia de conocer las características que presentan estos lodos. Sin embargo, en lo que podemos apreciar de estos lodos es su gran contenido de sólidos suspendidos totales, el cual se semeja a la que se presenta en los lodos primarios.

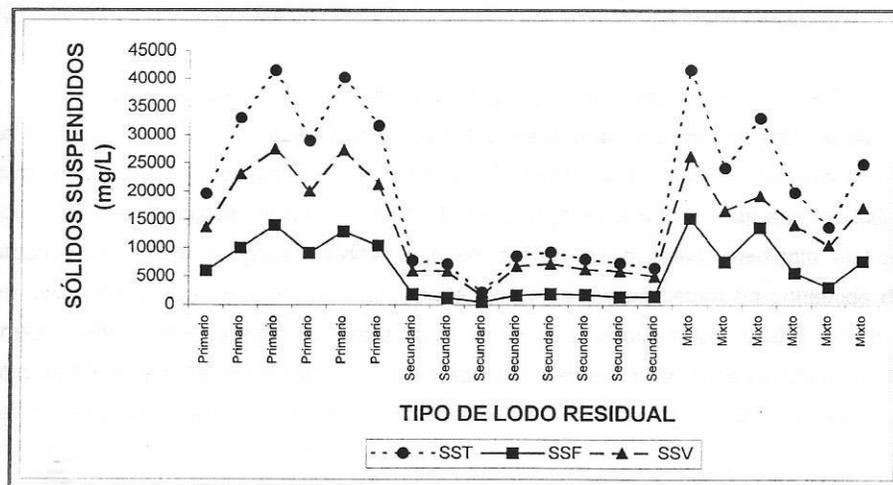


Figura 4.4 Concentración de sólidos suspendidos en lodos residuales.

4.2.4 GRASAS Y ACEITES

Los datos experimentales de grasas y aceites están reportados en los **Cuadros 4.3, 4.4 y 4.5** y las gráficas generales de éstos en la **Figura 4.5**. En donde el contenido de grasas y aceites más alto, es el de los lodos primarios con 4 260.6 mg/L, los lodos mixtos tienen un contenido de grasas y aceites de 2 429.5 mg/L y los secundarios el más bajo con 504.4 mg/L.

Los lodos primarios y mixtos tienen concentraciones altas de grasas y aceites, en cambio los lodos secundarios tienen concentraciones de 504.4 mg/L, que representan el 12% del contenido de grasas en los lodos primarios y el 21% en los lodos mixtos.

El contenido de grasas y aceites en los lodos residuales, es un reflejo de la actividad biológica que se lleva a cabo en estos, ya que las grasas son metabolizadas durante la actividad biológica en compuestos más sencillos. Los lodos primarios tienen poca actividad biológica, ya que el contenido de grasas es alto, mientras que los lodos secundarios reflejan la gran actividad que se desarrolla en éstos, mediante el bajo contenido de grasas en estos. Por otra parte los lodos mixtos tienen un contenido de grasas menor al de los lodos primarios hasta en un 43%, lo que hace suponer que hay actividad biológica en estos lodos, debido quizá a la presencia de lodos secundarios en estos lodos, debido a la mezcla de lodos (primarios y secundarios) que le dan origen.

Es en este momento, cuando se empiezan a apreciar las diferencias entre los lodos residuales, que en la caracterización física no había sido posible visualizarse.

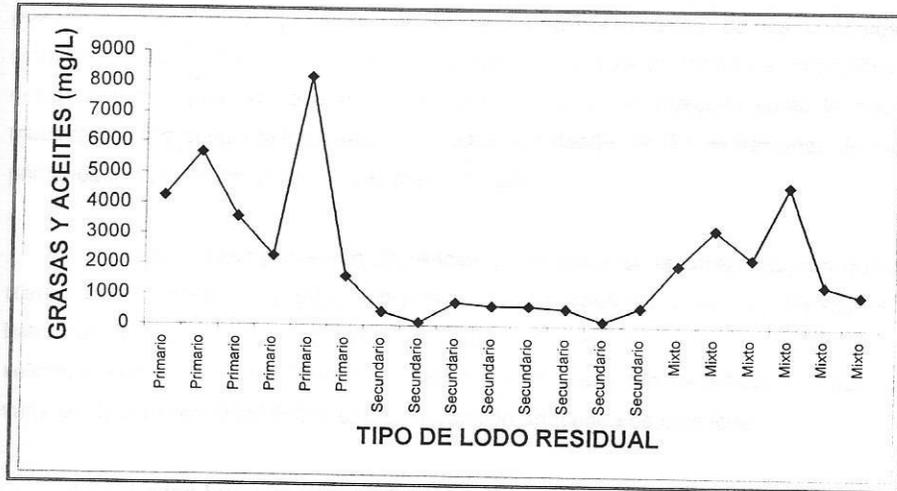


Figura 4.5 Concentración de grasas y aceites en lodos residuales.

4.2.5 CARBOHIDRATOS

En la **Figura 4.6**, podemos ver de manera gráfica la diferencia que existe entre los tres lodos, con respecto al contenido de carbohidratos y en los **Cuadros 4.3, 4.4 y 4.5** podemos ver los datos experimentales. En donde se puede ver que los lodos primarios tienen una concentración de carbohidratos de 4 107.5 mg/L, en los lodos mixtos el contenido de carbohidratos es de 5 075.3 mg/L, el cual es el más alto y el más bajo contenido de contenido de carbohidratos se encuentra en los lodos secundarios con 2 724.3 mg/L,

Los lodos secundarios tienen el más bajo contenido de carbohidratos con 2 724.3 mg/L, lo que representa el 66% del contenido total de carbohidratos en los lodos primarios y el 54% de carbohidratos en lodos mixtos. Los carbohidratos en los lodos secundarios, pueden contener a los productos finales de la metabolización de los compuestos complejos inestables a compuestos más simples y estables en forma de carbohidratos, debido a esto puede ser que no exista una diferencia tan marcada como la que se muestra con los suspendidos, grasas y aceites, en donde las concentraciones de lodos primarios y los lodos secundarios son más marcados.

Los lodos mixtos presentan diferencias apreciables en la caracterización química (carbohidratos, grasas y aceites) con respecto a los lodos primarios, con los cuales se había tenido mucha semejanza en las características físicas como en el contenido en sólidos suspendidos. Sin embargo los lodos mixtos presentan características químicas variables que hacen difícil definir una comprensión adecuada de este lodo.

La actividad biológica que se desarrolla en los lodos secundarios, se ve reflejada en las bajas concentraciones de sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites. Los lodos primarios por el contrario reflejan poca actividad biológica, ya que los lodos tienen altas concentraciones de sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites.

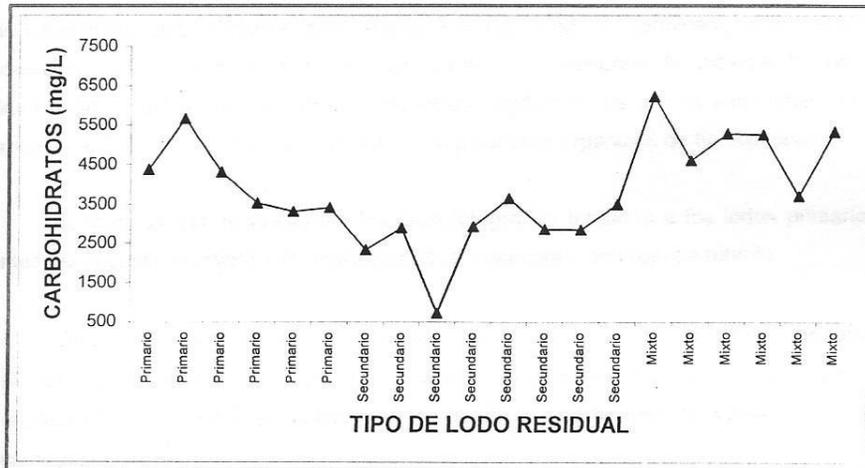


Figura 4. 6 Concentración de carbohidratos en lodos residuales.

4.3 PRESENTACIÓN DE RESULTADOS CON EL MARCADOR ROJO DE RUTENIO

Los lodos que fueron marcados con rojo de rutenio, tienen dos propósitos: el primero marcar los lodos con el fin de ver la distribución de los sitios aniónicos que se generan por la presencia del material polisacárido extracelular, el cual es un biopolímero que es generado por las bacterias microbianas durante su actividad biológica, que concentra las cargas aniónicas formando una barrera alrededor de la célula y el segundo propósito, es que una vez que los lodos fueran acondicionados con los polímeros percol 757, 755 y 368 a concentraciones de 200, 250 y 300 mg/L (ppm), estos serían marcados con la finalidad de medir el material polisacárido extracelular que se logra cubrir con el polímero una vez que se acondicionan los lodos.

4.3.1 DISTRIBUCIÓN DE LOS SITIOS ANIÓNICOS EN LOS LODOS RESIDUALES

A continuación se presentan las microfotografías tomadas con un microscopio, a los lodos residuales primarios, secundarios y mixtos, una vez terminado el proceso de adsorción del marcador rojo de rutenio, para poder observar la localización de la distribución de los sitios aniónicos en los lodos residuales, los cuales intervienen en el proceso de floculación de lodos residuales con polímeros orgánicos de tipo catiónico.

A continuación se presentan las microfotografías tomadas a los lodos primarios, antes del acondicionamiento con polielectrolitos y marcados con rojo de rutenio.

En la **Figura 4.7** (pp. 82) se observa una partícula de 16 μm de tamaño, de forma esférica totalmente marcada, que se localiza en la parte externa del lodo primario, el marcado total en la partícula indica que la superficie está totalmente cubierta de sitios aniónicos.

En la **Figura 4.8** (pp. 83) se presenta una partícula de 20 μm de tamaño, con forma circular, totalmente marcada y localizada en la parte externa del lodo primario. La partícula presenta una superficie aniónica, que cubre a toda la partícula.

La **Figura 4.9** (pp. 83) muestra una partícula de lodo primario de 30 μm de tamaño, de forma ovalada, totalmente marcada, lo cual es indicativo de la presencia de una carga superficial aniónica que recubre a toda la superficie de la partícula.

En la **Figura 4.10** (pp. 84) se tiene una partícula de lodo primario de 30 μm de tamaño, de forma ovalada, parcialmente marcada principalmente en la parte exterior delineando a la partícula y poco marcada en la parte interior, lo que indica que la superficie tiene pocos sitios aniónicos.

La Figura 4.11 (pp. 84) se observa una partícula de 90 μm de tamaño, de forma irregular, que se encuentra totalmente marcada, es decir que tiene una superficie totalmente aniónica, como se observa en la microfotografía.

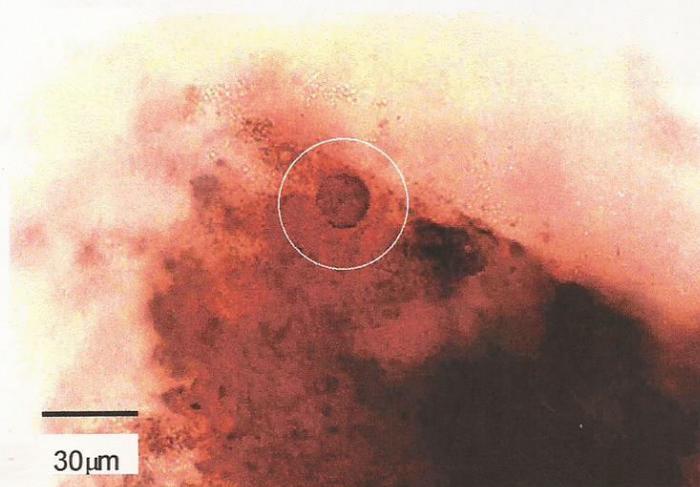


Figura 4. 7 Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.

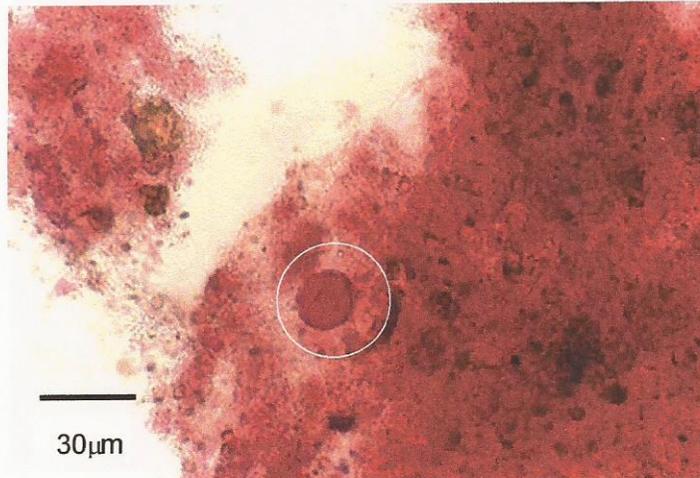


Figura 4. 8 Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.

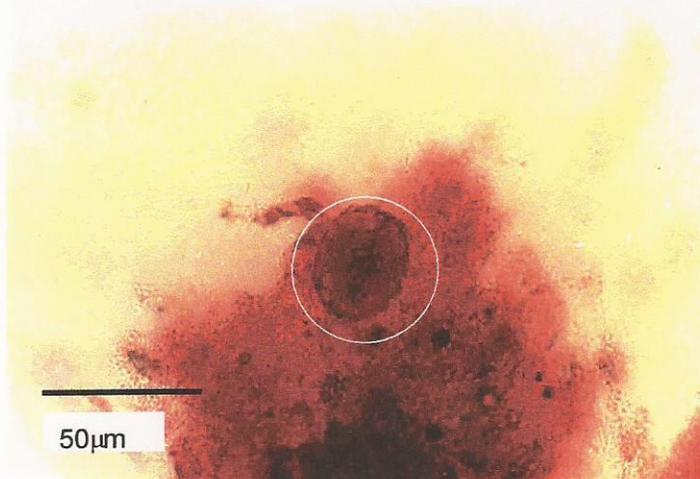


Figura 4. 9 Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.

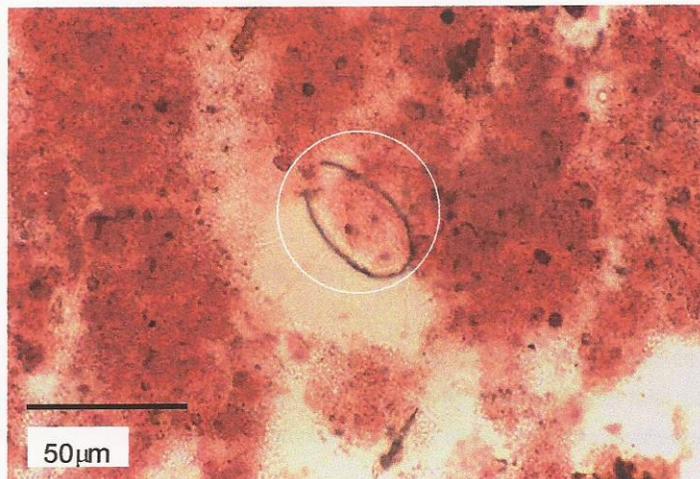


Figura 4. 10 Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.

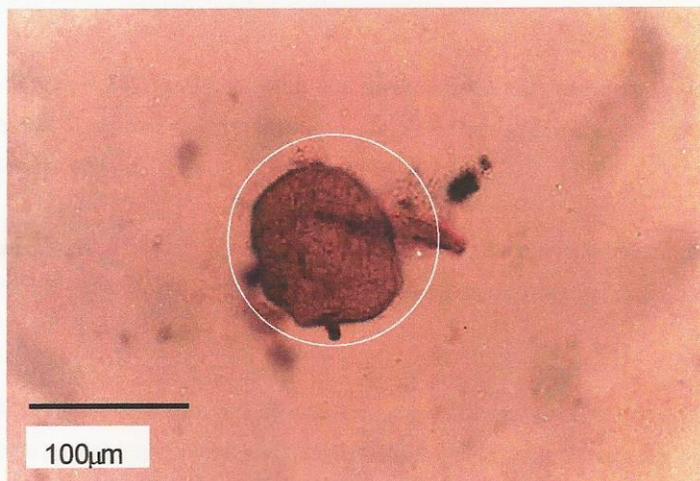


Figura 4. 11 Microfotografía de una muestra de lodo primario marcado con rojo de rutenio.

En general en los lodos primarios, la cantidad de material marcado que se observó en el microscopio, fue poco y se encontraron partículas de diferentes tamaños (16 a 90 μm), lo que indica que en los lodos primarios existen pocos sitios aniónicos y por lo tanto hay pocos sitios en los cuales el polímero puede interactuar durante la floculación.

A continuación se presentan las microfotografías tomadas a los lodos secundarios, antes del acondicionamiento con polielectrolitos y marcados con rojo de rutenio.

En la **Figura 4.12** (pp. 86), se observa una partícula de 30 μm de tamaño, de forma circular, que se encuentra localizada en la parte intermedia del lodo secundario, la partícula se encuentra totalmente marcada, como se observa en la microfotografía.

En la **Figura 4.13** (pp. 86) se observa una partícula de lodo secundario de 40 μm de tamaño, de forma ovalada, marcada en la parte externa que delinea a la partícula y poco en la parte interior de ésta. El débil marcado que se presenta en la microfotografía, es debido a la poca cantidad de sitios aniónicos presentes.

La **Figura 4.14** (pp. 87) muestra dos partículas de lodo secundario, ambas de 26 μm de tamaño, ovaladas, con un marcado parcial principalmente en la parte exterior y poco en la parte interna.

En la **Figura 4.15** (pp. 87) se observan tres partículas de lodos secundario de gran tamaño (de 80, 100 y 140 μm), las cuales presentan formas irregulares, que están totalmente marcadas.

En la **Figura 4.16** (pp. 88) se observa una partícula de 100 μm de tamaño, de forma irregular, parcialmente marcada, principalmente en la parte interna de la partícula.

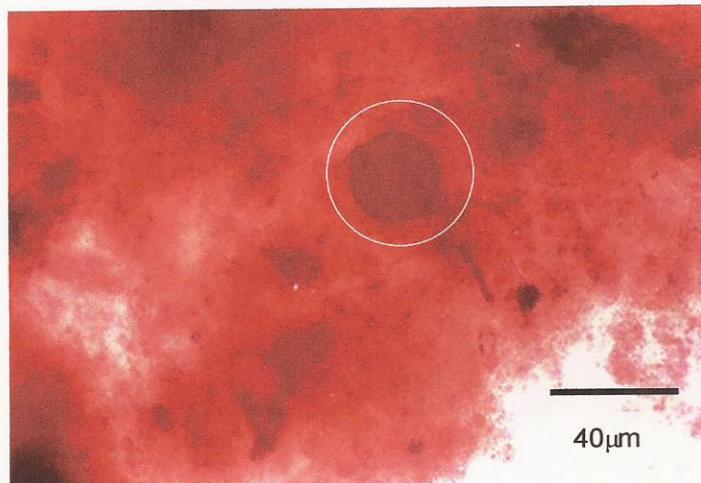


Figura 4. 12 Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.

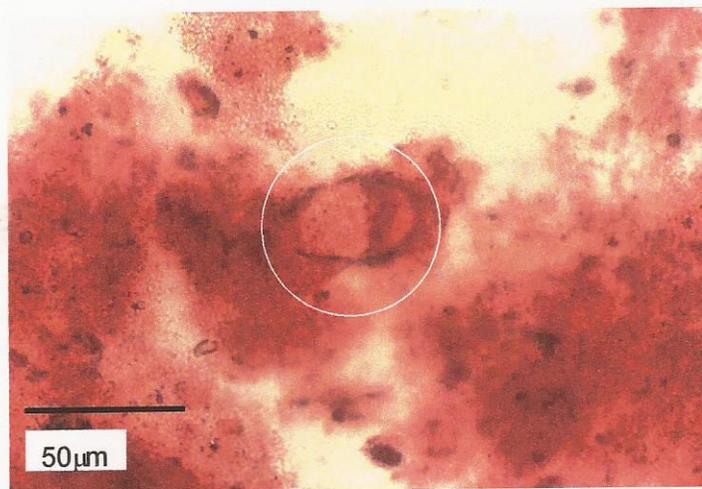


Figura 4. 13 Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.

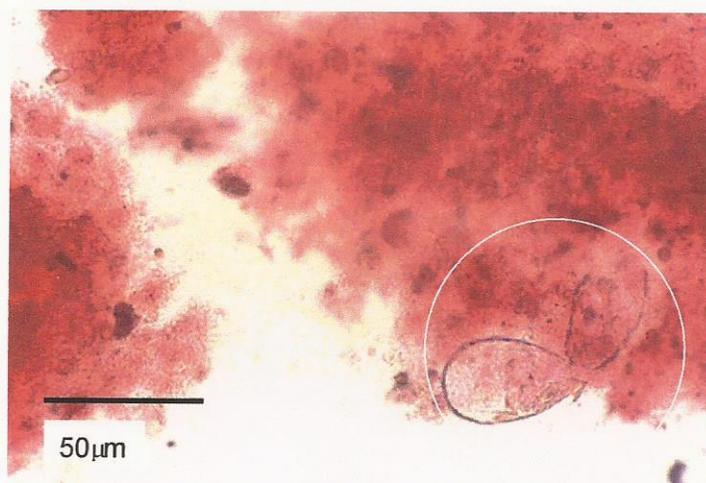


Figura 4. 14 Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.

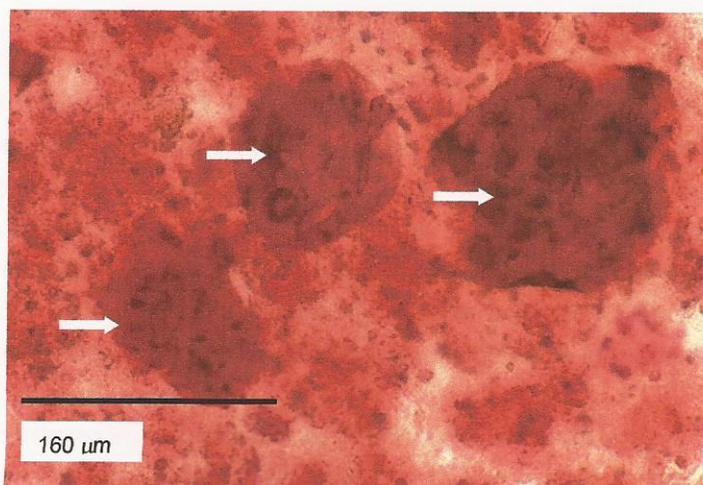


Figura 4. 15 Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.

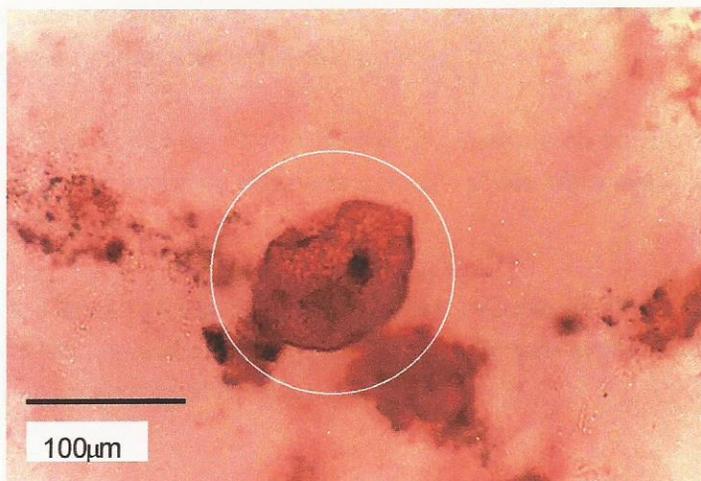


Figura 4. 16 Microfotografía de una muestra de lodo secundario marcado con rojo de rutenio.

Los lodos secundarios presentaron mayor cantidad de material marcado, esto se puede apreciar en las microfotografías tomadas, en donde existen células de diversos tamaños (26 a 140 μm), así como células muy marcadas y otras sólo débilmente marcadas. La diferencia que existe en el marcado de las células, es posiblemente debido a que no todas las células que se encuentran presentes en los lodos secundarios son iguales, es decir tienen diferente composición y por ende diferente localización de los sitios aniónicos, así como también diferente cantidad de sitios aniónicos en su superficie.

A continuación se presentan las microfotografías tomadas a los lodos mixtos, antes del acondicionamiento con polielectrolitos y marcados con rojo de rutenio.

En la **Figura 4.17** (pp. 89), se puede observar una partícula de lodo mixto de 20 μm de tamaño, de forma circular, parcialmente marcada, principalmente en la parte exterior en forma de banda y en la parte central de la partícula.

En la **Figura 4.18** (pp. 90) se observa una partícula de 50 μm de tamaño, de forma circular, que se encuentra totalmente marcada, lo que indica que la partícula tiene una superficie aniónica.

En la **Figura 4.19** (pp. 90) se observa una partícula de 40 μm de tamaño, de forma ovalada, parcialmente marcada, principalmente en la parte exterior en el contorno de la partícula y un poco en la parte interna de ésta.

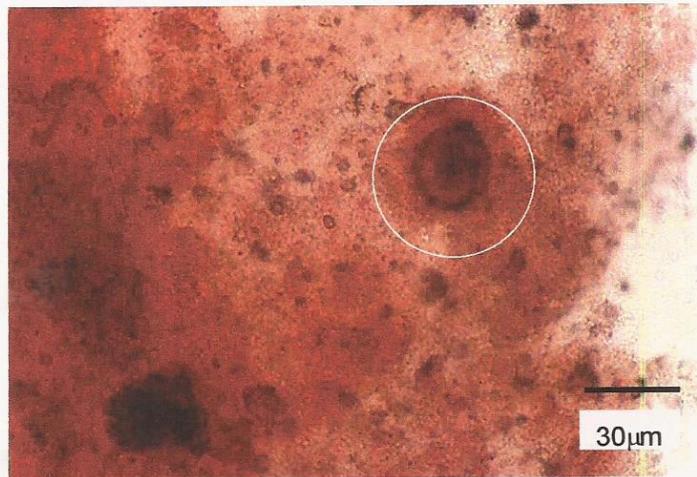


Figura 4. 17 Microfotografía de una muestra de lodo mixto marcado con rojo de rutenio.

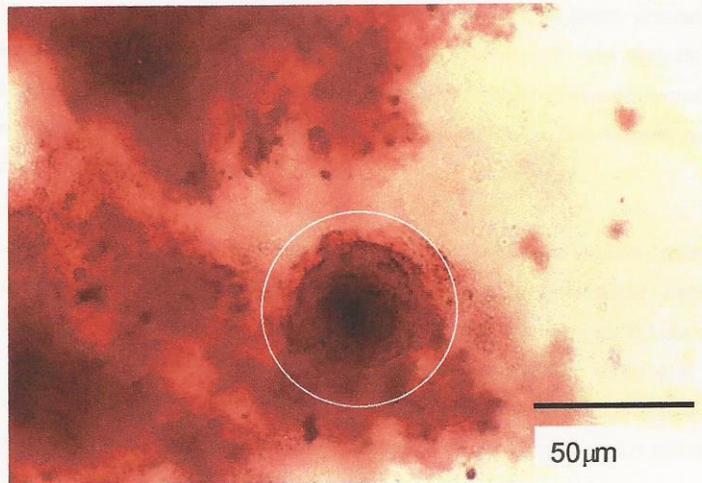


Figura 4. 18 Microfotografía de una muestra de lodo mixto marcado con rojo de rutenio.

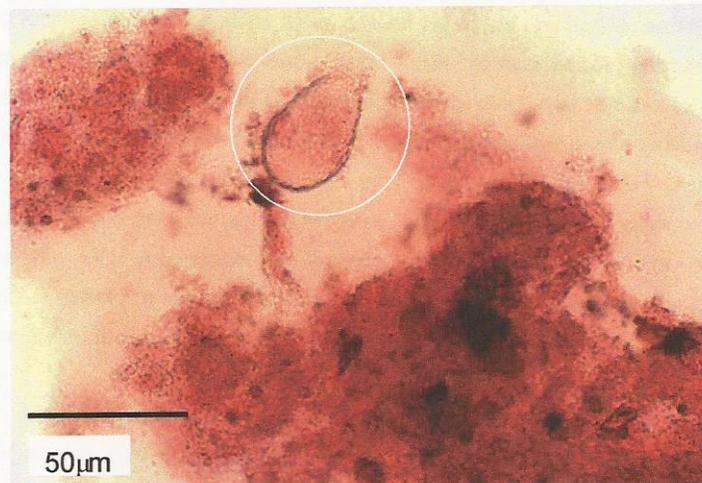


Figura 4. 19 Microfotografía de una muestra de lodo mixto marcado con rojo de rutenio.

Los lodos mixtos marcados, en donde al igual que los lodos primarios tienen una gran cantidad de material grueso que impide la visualización del material marcado. El material que se pudo apreciar en las microfotografías es de diferente tamaño (pequeño y mediano), sin embargo, la cantidad de material marcado fue mayor que la que se presentó en los lodos primarios.

La distribución de los sitios aniónicos en los lodos residuales, difiere ya que no todas las células microbianas son iguales, debido a la diversidad bacteriana o del microsistema, las cuales tienen diferencias en cuanto a la composición de su membrana celular, lo que origina una distribución diferente del marcador, dado que no todas las células son capaces de generar la misma cantidad de sitios aniónicos sobre su superficie. En lo que respecta a los lodos marcados, se puede observar que en los lodos secundarios hay una mayor cantidad de material marcado, que la que se puede observar en los lodos primarios, mientras que los lodos mixtos presentaron más material marcado que en los primarios, pero menos que la de los secundarios.

La localización de los sitios aniónicos en los lodos residuales, se ve influenciada por la actividad biológica, que se tenga en los lodos, ya que durante esta se produce un biopolímero extracelular (material polisacárido extracelular), que le da a la superficie de las partículas una carga superficial aniónica, la cual permite que existan sitios en donde el polímero (de tipo catiónico) pueda interactuar. Por lo anterior, los lodos secundarios son los que producen mayor cantidad de biopolímero, y por lo tanto, en los lodos primarios y mixtos no hay una producción tan grande como la que se genera en los lodos secundarios, debido a la escasa actividad biológica que existe en estos lodos, principalmente en los lodos primarios.

En las microfotografías, se pueden observar las células marcadas en lodos residuales, en los cuales se observa que no existe una diferencia apreciable entre el marcado de las células en los lodos, que nos permita diferenciarlos de los demás, sin embargo, según Bowen y Tyagi ⁽³⁾, los lodos primarios presentan un marcado uniforme en

su estructura, es decir, que no tienen un marcado específico en alguna zona de la célula. En cambio los lodos secundarios, sí presentaban un marcado más específico a diferencia de los lodos primarios, la cual consiste en una banda oscura que rodea a la célula y que se puede apreciar bien con el marcador. Lo anterior, podría ser debido a que los lodos en estudio por Bowen y Tyagi, difieren con los estudiados en el presente trabajo en cuanto a la composición de los lodos, el tratamiento recibido y la operación de la planta. Hasta este momento se puede ver que la composición de los lodos con los que trabajaron Bowen y Tyagi, son diferentes que con los que se han estudiado en este trabajo y esto se puede ver en el Cuadro 2.1 (pp 26) del Capítulo 2 y los resultados presentados en los Cuadros 4.3, 4.4 y 4.5 (pp 70, 71 y 72) del Capítulo 4.

4.3.2 MEDICIÓN DEL MATERIAL POLISACÁRIDO EXTRACELULAR

Para el método de adsorción del marcador rojo de rutenio, se requiere la utilización de una curva de calibración, para conocer la concentración del material polisacárido en los flocúlos de los lodos residuales. Los datos de la curva de calibración están reportados en el Cuadro 4.6 y la gráfica de la curva en la Figura 4.20.

Cuadro 4.6 Datos para la curva de calibración del marcador Rojo de Rutenio.

<i>Concentración de rojo de rutenio mg/L</i>	<i>Absorbancia a 533 nm</i>
0	0.00
10	0.15
20	0.32
30	0.50
40	0.65
50	0.83
60	0.93

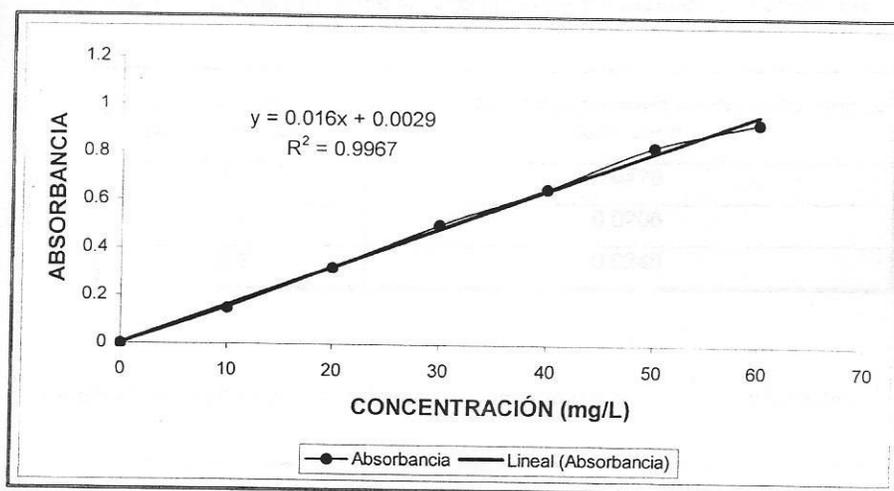


Figura 4. 20 Curva de calibración del marcador Rojo de rutenio.

A continuación se presentan los resultados experimentales que se obtuvieron con el marcador rojo de rutenio, antes y después del acondicionamiento con los polielectrolitos. En los Cuadros 4.7, 4.8 y 4.9 podemos observar los resultados obtenidos en los lodos primarios, secundarios y mixtos.

Cuadro 4. 7 Lodos primarios sin acondicionar y marcados a diferente pH.

<i>pH del marcador rojo de rutenio primario</i>	<i>mg de material polisacárido extracelular / mg de lodo seco</i>
6.5	0.0178
7.2	0.0206
8.3	0.0240

Cuadro 4. 8 Lodos secundarios sin acondicionar y marcados a diferente pH.

<i>pH del marcador rojo de rutenio secundario</i>	<i>mg de material polisacárido extracelular / mg de lodo seco</i>
6.5	0.0534
7.2	0.0561
8.3	0.0598

Cuadro 4. 9 Lodos mixtos sin acondicionar y marcados a diferente pH.

<i>pH del marcador rojo de rutenio</i>	<i>mg de material polisacárido extracelular / mg de lodo seco</i>
6.5	0.0424
7.2	0.0462
8.3	0.0511

En los siguientes Cuadros 4.10, 4.11 y 4.12, podemos ver los resultados que fueron obtenidos, una vez que los lodos fueron acondicionados con los polielectrolitos percol 757, 755, 368 y marcados con rojo de rutenio a diferente pH, para conocer así, la concentración de material polisacárido extracelular que se tiene después del acondicionamiento.

Cuadro 4. 10 Lodos primarios acondicionados y marcados con rojo de rutenio.

Concentración del polímero (mg/L)	mg de material polisacárido extracelular / mg de lodo seco		
	pH = 6.5	pH = 7.2	pH = 8.3
Percol 757			
200	0.0131	0.0154	0.0196
250	0.0100	0.0124	0.0162
300	0.008	0.0104	0.0143
Percol 755			
200	0.0140	0.0160	0.0205
250	0.0103	0.0122	0.0190
300	0.0091	0.0116	0.0151
Percol 368			
200	0.0110	0.0129	0.0180
250	0.0077	0.0097	0.0135
300	0.0065	0.0093	0.0137

Cuadro 4. 11 Lodos secundarios acondicionados y marcados con rojo de rutenio.

Concentración del polímero utilizado (mg/L)	mg de material polisacárido extracelular / mg de lodo seco		
	pH = 6.5	pH = 7.2	pH = 8.3
Percol 757			
200	0.0273	0.0290	0.0331
250	0.0165	0.0184	0.0226
300	0.0124	0.0154	0.0187
Percol 755			
200	0.0252	0.0274	0.0313
250	0.0153	0.0176	0.0213
300	0.0110	0.0132	0.0177
Percol 368			
200	0.0223	0.0246	0.0287
250	0.0132	0.0153	0.0198
300	0.0092	0.0118	0.0156

Cuadro 4. 12 Lodos mixtos acondicionados y marcados con rojo de rutenio.

Concentración del polímero utilizado (mg/L)	mg de material polisacárido extracelular / mg de lodo seco		
	pH = 6.5	pH = 7.2	pH = 8.3
Percol 757			
200	0.0265	0.0291	0.0332
250	0.0166	0.0193	0.0237
300	0.0146	0.0172	0.0217
Percol 755			
200	0.0235	0.0260	0.0306
250	0.0159	0.0182	0.0195
300	0.0141	0.0163	0.0202
Percol 368			
200	0.0226	0.0249	0.0295
250	0.0143	0.0170	0.0205
300	0.0117	0.0137	0.0184

La adsorción del marcador rojo de rutenio en los flóculos de los lodos, se realizó con tres valores de pH diferentes (6.5, 7.2 y 8.3), en donde se puede observar que a medida que el valor del pH es más alto, la adsorción del marcador aumenta, como se observa en los Cuadros 4.10, 4.11 y 4.12. Con la disolución de pH de 8.3 se obtuvieron los valores más altos de la adsorción del marcador, a pH de 6.5 se reportan los valores más bajos de adsorción y a pH de 7.2 tiene valores cercanos a los del pH de 6.5.

Ahora analizaremos algunos de los datos experimentales, de la medición del material polisacárido extracelular, en los lodos residuales, antes y después del acondicionamiento con los polímeros catiónicos percol 757, 755 y 368.

Los lodos primarios tuvieron una cantidad inicial de material polisacárido extracelular de 0.0206 mg/mg lodo seco y al final con el percol 757 la cantidad de 0.0124 mg/mg lodo seco, con el percol 755 se tuvo un contenido de 0.0122 mg/mg lodo seco y con el percol 368 de 0.0097 mg/mg lodo seco. En los lodos secundarios fue donde se presentó la mayor cantidad de material polisacárido extracelular, siendo ésta de 0.0561 mg/mg lodo seco y al final del acondicionamiento se obtuvo una concentración de 0.0184 mg/mg lodo seco con el percol 757, 0.0176 mg/mg lodo seco con el percol 755 y 0.0153 mg/mg lodo seco con el percol 368. En los lodos mixtos, se tuvieron cantidades iniciales de 0.0462 mg/mg lodo seco y al final con el percol 757 de 0.0193 mg/mg lodo seco, percol 755 de 0.0182 mg/mg lodo seco y con el percol 368 de 0.0170 mg/mg lodo seco.

A continuación se presentan las microfotografías tomadas a los flóculos obtenidos del acondicionamiento de los lodos residuales primarios, secundarios y mixtos con polímeros utilizados como agentes acondicionantes.

En la Figura 4.21 (pp. 100), se presenta la microfotografía del flóculo obtenido en el acondicionamiento con polielectrolitos del lodo primario, en esta microfotografía, se puede observar un flóculo de aproximadamente 300 μm de tamaño y que presenta una estructura compacta.

En la **Figura 4.22** (pp.100), se presenta la microfotografía del flóculo de lodo secundario obtenido en el acondicionamiento con polielectrolitos, en la microfotografía, se puede observar un flóculo de aproximadamente 700 μm de tamaño, de estructura poco compacta.

En la **Figura 4.23** (pp. 101), se presenta la microfotografía un flóculo de lodo mixto obtenido en el acondicionamiento, en la microfotografía, se observa un flóculo de aproximadamente 200 μm de tamaño, con una estructura compacta.

En la **Figura 4.24** (pp. 101), se presenta la microfotografía de un flóculo de lodo, en donde se puede observar la presencia de burbujas de aire en la muestra. La microfotografía se expone con la finalidad de poder ver las diferencias que existen entre el material marcado en los lodos, debido a la presencia de partículas cargadas y la presencia de burbujas de aire en la muestra observada.

En la microfotografía se pueden observar burbujas de aire, tanto en la parte interna como en la externa del flóculo del lodo.

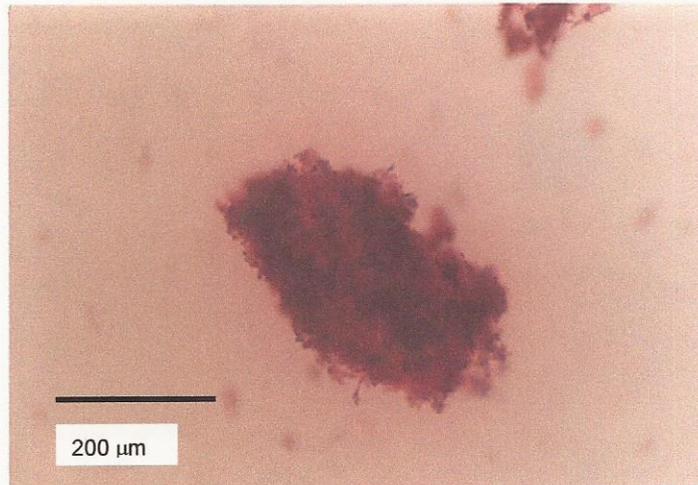


Figura 4. 21 Microfotografía tomada a un flóculo de lodo primario.

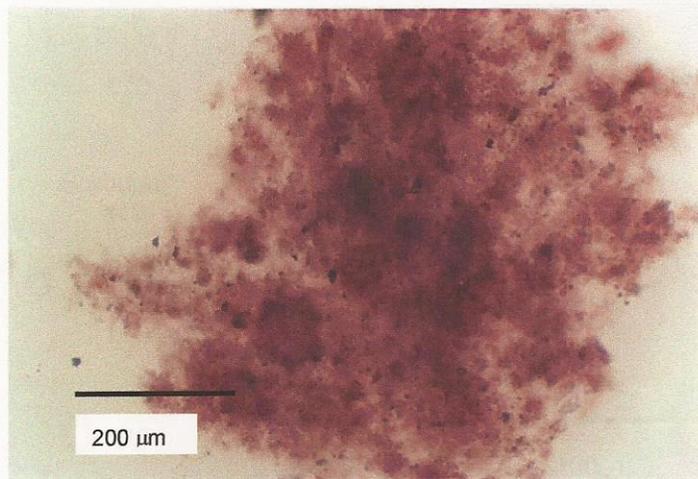


Figura 4. 22 Microfotografía tomada a un flóculo de lodo secundario.

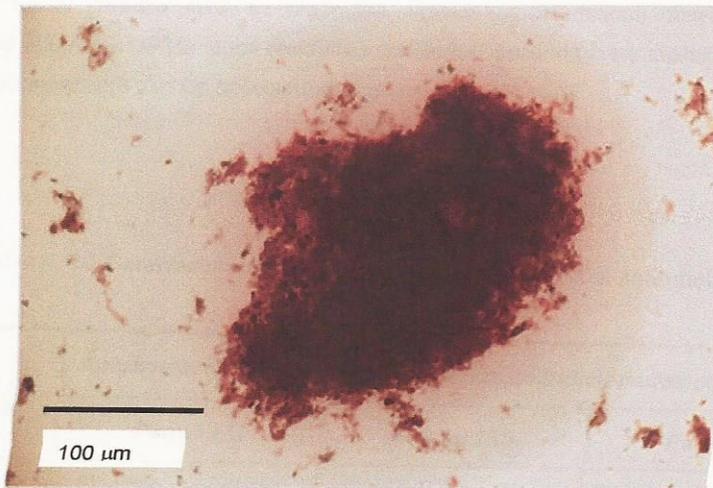


Figura 4. 23 Microfotografía tomada a un flóculo de lodo mixto.

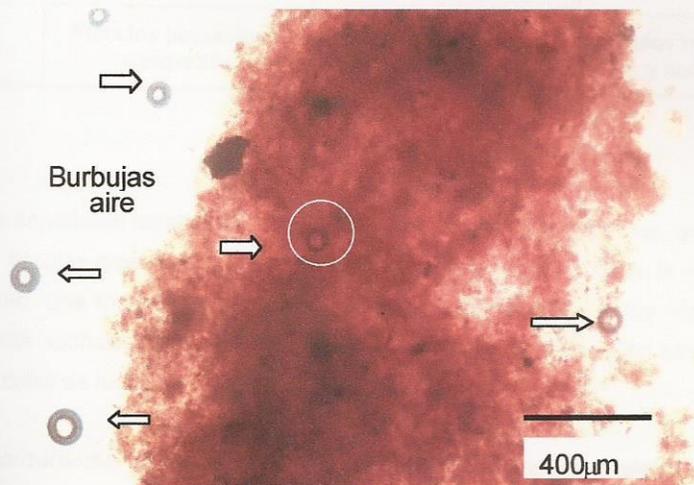


Figura 4. 24 Microfotografía tomada a una muestra de lodo que contiene burbujas de aire.

En el Cuadro 4.13, se presentan algunas características observadas en los flóculos obtenidos de los lodos residuales (primarios, secundarios y mixtos), después del acondicionamiento con los polielectrolitos percol 757, 755 y 368.

Cuadro 4. 13 Características de los flóculos obtenidos en el acondicionamiento.

Tipo de lodo	Apariencia de los flóculos de los lodos acondicionados con polímeros		
	Percol 757	Percol 755	Percol 368
Primario	Flóculos pequeños y compactos	Flóculos pequeños y compactos	Flóculos muy pequeños y compactos
Secundario	Flóculos grandes y muy poco compactos	Flóculos grandes y muy poco compactos	Flóculos medianos y muy poco compactos
Mixto	Flóculos pequeños y compactos	Flóculos pequeños y compactos	Flóculos muy pequeños y compactos

Es importante resaltar las características de los flóculos obtenidos, ya que cuando se tienen flóculos grandes, se obtienen mejores características durante la sedimentación y, por tanto, una mejor separación sólido – líquido. En cambio, si los flóculos que se obtienen del acondicionamiento son pequeños, entonces la separación sólido – líquido, será más difícil de realizar.

Analizaremos los flóculos en cuanto a los lodos de los cuales provienen, los flóculos de los lodos primarios y mixtos que se obtuvieron, fueron flóculos medianos y muy compactos, como se observa en las Figuras 4.21 y 4.22, sin embargo, con los lodos

secundarios no ocurrió así, ya que los flóculos obtenidos como se observa en la **Figura 4.23**, son flóculos grandes, pero que presenta una estructura poco compacta.

Ahora analicemos los flóculos, sobre la base del polímero que los originó, en donde los mejores flóculos que se obtuvieron, fueron con el polímero percol 755, ya que estos fueron los más grandes en comparación con los otros dos polímeros utilizados y también de los más compactos. Con el polímero 757, se obtuvieron flóculos de mediano tamaño y compactos. Los flóculos obtenidos del polímero percol 368, fueron los más pequeños que se obtuvieron y son compactos.

Hasta ahora se han mencionado las características de los flóculos obtenidos del acondicionamiento de cada uno de estos lodos. Vamos a considerar, que el material polisacárido extracelular o biopolímero, genera todos los sitios aniónicos de los lodos residuales que se están analizando. Ahora, podemos ver si el polímero cubrió gran parte de estos sitios aniónicos, producidos por el biopolímero. De aquí que el polímero percol 368, es el polímero que mejor cubrió (con un 53% a los lodos primarios, 73% a los lodos secundarios y 63% a los mixtos con una concentración de 250 ppm y pH de 7.2) a este biopolímero, lo que hace suponer que, al ser este, un polímero de bajo peso molecular y por tanto, el volumen de su molécula pequeño puede interactuar mejor con los sitios aniónicos, debido a que las superficies aniónicas en los lodos no son iguales, además su alta densidad de carga puede neutralizar mejor con los sitios aniónicos en los lodos, sin embargo, los flóculos resultantes son pequeños.

Los resultados del polímero percol 755, muestran que en los lodos primarios, secundarios y mixtos se cubre en un menor porcentaje (41% primarios, 69% secundarios y 61% mixtos, con concentraciones de 250 ppm y pH de 7.2) al material polisacárido extracelular, como lo hace el polímero 368, pero a diferencia de éste se obtienen flóculos mejores en cuanto al tamaño y están compactos. Esto puede deberse a que el polímero es de mediano peso molecular y por tanto, de un volumen que puede interactuar con la

mayoría de los sitios aniónicos y establecer un mejor contacto con otras partículas debido a su mayor tamaño.

Con el polímero percol 757, se tienen características parecidas a las del percol 755, tanto en las características del floculo, como en la cobertura del material polisacárido extracelular (40% primarios, 67% secundarios y 58% mixtos, todos a concentraciones de 250 ppm y pH de 7.2), es decir, la escasa diferencia que existe entre estos dos, sólo podría verse afectada por las características del floculo, que en este caso son mejores en el percol 755. Tal vez, la diferencia que existe entre estos dos polímeros sea el volumen de sus moléculas al interactuar con los sitios aniónicos y la fuerza de sus enlaces.

Todo hace suponer que el polímero 757, al tener una molécula voluminosa, no le permite tener acceso a algunos de los sitios aniónicos y por tanto tener buenos enlaces con estos. Mientras que, el polímero percol 755 al tener una molécula menos voluminosa, le permite tener mayor contacto con los sitios aniónicos y un mejor enlace con éstos. Sin embargo, como el polímero 368, tiene un mayor contacto con los sitios aniónicos, existe una mayor demanda de polímero, debido a la cantidad de áreas superficiales de sitios aniónicos con los cuales se está en contacto.

CONCLUSIONES

Los lodos primarios y secundarios son los lodos producidos en los tratamientos primario y secundario, sin embargo los lodos mixtos no son un producto de un tratamiento específico, sino una combinación de lodos primarios y secundarios, dicha mezcla se realiza con la finalidad de tratar los lodos para su tratamiento mediante el acondicionamiento con polielectrolitos, posteriormente la deshidratación y finalmente la incineración. De aquí la importancia de tener una caracterización de los lodos, para conocer las principales semejanzas y diferencias que pueden existir entre éstos. En la caracterización de los lodos residuales, se realizó la caracterización tanto física (pH, temperatura y sólidos suspendidos), como química (carbohidratos, grasas y aceites) de los lodos primarios, secundarios y mixtos.

Los resultados de la caracterización, muestran semejanzas y diferencias entre los lodos residuales primarios, secundarios y mixtos. En la caracterización física, podemos observar que existen condiciones de pH (6.5-8.0) y temperatura (17-25°C), para la existencia de vida biológica en los tres lodos residuales. La concentración de sólidos suspendidos en los lodos residuales es alta, principalmente en los lodos primarios (32 563.3 mg/L) y mixtos (26 323.3), en lo que respecta a los lodos secundarios, éstos tienen una concentración baja de sólidos suspendidos de 7165 mg/L, que representa el 27% del contenido en los lodos primarios y el 22% del presente en los mixtos. Por otra parte, la composición de los sólidos suspendidos en los lodos primarios y mixtos está formada por 68% de sólidos volátiles y 32% de sólidos fijos, mientras que los lodos secundarios tienen un 79% de sólidos volátiles y 21% de sólidos fijos.

En cuanto a la caracterización química, una alta concentración de grasas y aceites en los lodos primarios (4260 mg/L), mixtos (2429 mg/L), mientras que en los secundarios se tiene la concentración más baja de 504 mg/L, que representa el 11% de la concentración encontrada en los lodos primarios y el 20% de la que hay en los mixtos. La mayor concentración de carbohidratos en los lodos se encontró en los lodos mixtos (5075 mg/L) y primarios (4107.5 mg/L), sin embargo el contenido de carbohidratos en los lodos secundarios también es una cifra significativa de 2724.3 mg/L, que representan el 66% de la concentración de lodos primarios y el 54% de los mixtos.

Las principales diferencias que existen en los lodos residuales, es la fuente de origen que genera los lodos, por ejemplo: los lodos primarios son producto de una operación física de separación sólido-líquido, los lodos secundarios sin embargo provienen del tratamiento biológico con microorganismos que se encargan de estabilizar la materia orgánica e inorgánica que se encuentra presente en el agua residual, por lo que la cantidad de sólidos suspendidos, carbohidratos, grasas y aceites son menores que las que se encuentran en los lodos primarios, que son lodos que no han sido sometidos a un proceso de tratamiento, como en el caso de los lodos secundarios. Los lodos mixtos al ser un producto de la combinación de dos lodos, sus características tanto físicas, como químicas, estarán en función de las características de los lodos que lo generan.

El material polisacárido extracelular que se encuentra presente en los lodos, es importante debido a que juega un papel interesante en la formación de flóculos, la concentración de sitios aniónicos en los cuales, durante el acondicionamiento el polielectrolito pueda interactuar y por su capacidad de retención de agua en la deshidratación.

En lo que se refiere a la distribución de los sitios aniónicos en los lodos residuales, como se pudo observar en las microfotografías, se encuentran localizados principalmente en las células microbianas, de formas diferentes, que van desde células completa, parcial y algunas otras sólo débilmente marcadas. En los lodos primarios tienen poca cantidad de

material marcado, mientras que los lodos secundarios, es donde se encuentra mayor cantidad de material marcado. Los lodos mixtos presentan más cantidad de material marcado que los lodos primarios, pero menor que la que se encontró en los lodos secundarios que se estudiaron.

La cantidad de material polisacárido extracelular en los lodos secundarios fue la más alta 0.0561 mg de material polisacárido extracelular/mg de lodo seco, en los lodos primarios la menor cantidad con 0.0206 mg/mg y los lodos mixtos con 0.0462 mg/mg. La presencia de material polisacárido extracelular en los lodos residuales refleja la actividad biológica que existe en el lodo. La cantidad de material extracelular que se encuentra en los lodos, es producto de la actividad biológica que desarrolla en el lodo, en la fase de crecimiento que se encuentren los microorganismos y de la cantidad de sustrato que exista en los lodos, tal como demuestra el análisis de polisacáridos lábiles (para la determinación de carbohidratos). La cantidad de material polisacárido está íntimamente relacionado con la cantidad de sitios aniónicos presentes en los lodos, es decir, que habrá mayor cantidad de sitios aniónicos en aquellos lodos en los que se tenga actividad biológica y por ende exista gran cantidad de material polisacárido extracelular, como es el caso de los lodos secundarios.

En algunas investigaciones realizadas en lodos secundarios por Figueroa y Silverstein⁽¹³⁾, encontraron un contenido de 152 μg de material polisacárido extracelular / mg de lodo (usando el marcador rojo de rutenio), otros como Jia⁽²¹⁾ han encontrado un contenido de 70-90 mg de material polisacárido extracelular/mg de SSV (usando el método fenol-ácido sulfúrico) y finalmente Sanin y Vesinlind⁽³²⁾ encontraron que el 2% de los sólidos totales es material polisacárido extracelular (por centrifugación). Los resultados encontrados en este trabajo revelan un contenido en lodos secundarios de 56 μg de material polisacárido extracelular / mg de lodo, que representa el 5.6% de los sólidos totales, como podemos ver, existen diferencias entre los valores obtenidos con los métodos utilizados, sin embargo existe una notable diferencia entre los resultados obtenidos en este trabajo y los resultados que reportan Figueroa y Silverstein con el

mismo método. Por lo anterior, hay que tomar en cuenta que existen parámetros fundamentales que pueden justificar las diferencias obtenidas entre los dos estudios como: características del agua residual que se recibe en la planta, operación de la planta, tipo de tratamiento recibido, tiempo de residencia, etc, es decir los factores que influyen en las características del lodo obtenido para el estudio.

Por otra parte, no existen estudios de medición de material polisacárido extracelular para lodos primarios y por ende para lodos mixtos, por lo que no podemos establecer un punto de comparación del estudio realizado con algún otro, por lo que sólo se apoya en la caracterización realizada en este trabajo. Un punto importante de considerar es que, la presencia de material polisacárido en los lodos mixtos, es indicativo de la presencia de sitios aniónicos en los lodos, sin embargo, representa un problema durante la deshidratación, cuando el contenido es alto, debido a que es un material altamente hidrofílico, lo que impide obtener una buena deshidratación de los lodos mixtos.

RECOMENDACIONES

Establecer un esquema de pruebas que relacione la cantidad de material polisacárido extracelular necesario para obtener un proceso apropiado de deshidratación.

Realizar estudios que permitan conocer el rango apropiado de nutrientes / microorganismos para el proceso de tratamiento biológico de las aguas residuales, a fin de poder obtener un lodo secundario que tenga buenas características de deshidratación y que por ende mejore las de los lodos mixtos.

Realizar un esquema de pruebas en donde se pueda establecer una relación de la distribución de tamaño de partículas (grandes y finas) y el material polisacárido extracelular, que permitan obtener flóculos de lodo mixto, que por su tamaño y resistencia faciliten la separación sólido – líquido, en el proceso de deshidratación.

De no ser así, podrían establecerse otras opciones, como modificar la operación de algunos de los procesos de la planta de tratamiento, aumentar el tiempo de retención de los lodos secundarios, etc.

REFERENCIAS

- 1) Azeredo, J., Oliveira, R., and Lazarova, V. 1998. *A new method for extraction of exopolymers from activated sludges*. Wat. Sci. Tech. Vol. 37. N° 4 -5, pp. 367-370.
- 2) Behl, S., Moudgil, B. M., and Prakash, T. S. 1993. *Control of active sites in selective flocculation*. Department of Materials Science and Engineering. University of Florida. Gainesville, Florida., pp. 414-421.
- 3) Bowen, P. T. and Tyagi, U. N. 1989. *Surface charge on wastewater sludges*. International Symposium Solid/Liquid Separation. Ed. H. S. Muralidhara. Battelle Press. pp. 256-263.
- 4) Colin, F. and Gazbar, S. 1995. *Distribution of water in sludges in relation to their mechanical dewatering*. Wat. Res. Vol. 29, N° 8, pp. 2000-2005.
- 5) Comunicación personal. La técnica de polisacáridos lábiles se encuentra en el manual de análisis del laboratorio de Edafología de la Facultad de Ciencias. UAEM.
- 6) Crawford, P. M. 1989. *Optimizing polymer consumption in sludge dewatering applications*. International Symposium Solid/Liquid Separation. Ed. H. S. Muralidhara. Battelle Press. pp. 32-40.
- 7) Cheremisinoff, P. N. 1994. "Sludge: management and disposal". Prentice Hall. New Jersey., pp. 61-93.
- 8) Eriksson, L. and Alm, B. 1991. *Study of flocculation mechanisms by observing effects of a complexing agent on activated sludge properties*. Wat. Sci. Tech. Vol. 24, N°7, pp. 21-28.

- 9) Eriksson, L. and Alm, B. 1993. *Characterization of activated sludge and conditioning with cationic polyelectrolytes*. Wat. Sci. Tech. Vol, 28, N°1, pp. 203-212.
- 10) Eriksson, L. 1987. *Conditioning of biological sludges with cationic polyelectrolytes*. Wat. Sci. Tech. Vol.19, pp. 859-868.
- 11) Falcon, Cesar. 1989. "Manual de Tratamiento de Aguas Negras". Ed Limusa. Pp 42-45, 47,71 y 84.
- 12) Faust, S. D. And Aly, O. M. 1998. "Chemistry of water treatment". Second edition. Ed. Ann Arbor Press. pp. 217-270, 290-291, 417-418.
- 13) Figueroa, L. A. and J. A. Silverstein. 1989. *Ruthenium red adsorption method for measurement of extracellular polysaccharides in sludge flocs*. Biotechnology and Bioengineering. Vol.33, pp. 941-947.
- 14) Gómez, T. M. M. y Mulla, M. E. 1987. Evaluación biológica de la calidad del agua residual industrial y de los lodos activados usando como indicadores frijol y haba. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química. Universidad Autónoma del Estado de México. Toluca, México.
- 15) Greenberg, Arnold E. 1992. "Standard Methods for the examination of water and wastewater". 18 th edition. American Public Health Association. pp (2-53)- (2-56) y (5-24)-(5-30).
- 16) Gregory, J. 1993. *The role of colloid interactions in solid-liquid separation*. Wat. Sci. Tech. Vol. 27, N°10, pp. 1-17.
- 17) Gutiérrez, D. V. M. 1998. *Bonanza ecológica a favor del río Lerma*. Revista Pulso. Noviembre., pp. 9-12.

- 18) Gutiérrez, D. V. M. 1998. *Sanear al río Lerma titánica labor de RECICLAGUA*. Revista Pulso. Octubre., pp.13-15.
- 19) <http://www.aguamarket.com/diccionario>
- 20) <http://www.secofi.gob.mx>
- 21) Jia, X. S., Fang, H. H., and Furumai, H. 1996. *Surface charge and extracellular polymer of sludge in the anaerobic degradation process*. Wat. Sci. Tech. Vol. 34, N° 5-6, pp. 309-316.
- 22) Kim, Y. H.1989. *Importance of flocculant preparation for use in solid/liquid separation*. International Symposium Solid/Liquid Separation. Ed. H. S, Muralidhara. Battelle Press, pp. 289-304.
- 23) Lee, S. Y. and Gregory, J.1991. *The effect of charge density and molecular mass of cationic polymers on flocculation kinetics in aqueous solution*, pp. 11-17.
- 24) Metcalf – Eddy, 1994. "Ingeniería Sanitaria tratamiento, evacuación y reutilización de aguas residuales ". 2 a. Edición. Editorial Labor. Colombia, pp 64, 65, 82-93, 106, 430-449.
- 25) Morgan, J. M., Forster, C. F., and Edison, L. 1990. *A comparative study of the nature of biopolymers extracted from anaerobic and activated sludges*. Wat. Res. Vol. 24, N° 6, pp 743-750.
- 26) Moudgil, B. M. and Behl, S. *Flocculation in solid-liquid separation*. University of Florida, Gainesville. Florida. Pp.415-439.

- 27) Moudgil, B. M., Shah, B. D., and Soto, H. S. 1987. *Collision efficiency factors in polymer flocculation of fine particles*. Journal of Colloid and Interface Science. Vol. 119, N° 2, pp. 466-473.
- 28) Nitzsche, R., Friedrich, E., Jobst, K. *Interface chemistry for optimized sludge dewatering in wastewater treatment*. Academy of Sciences, Institute of Solid State Physics and Materials Research, pp. 65-76.
- 29) Outwater, A. B. 1994. "Reuse of sludge and minor wastewater residuals ". Lewis Publishers. CRC Press Inc. Florida, pp. 81-99.
- 30) Rump, H. H., Krist, H. 1992. " Laboratory manual for the examination of water, wastewater and soil ". Second edition. Ed. VCH. Weinheim, Germany, pp. 40, 41, 60 y 61.
- 31) Salguero C, Gabriela A. 1998. Lodos secundarios: efecto del ultrasonido sobre el polímero extracelular y sus consecuencias en el proceso de acondicionamiento y deshidratación. Tesis de Maestría. Facultad de Ingeniería, UAEM. Toluca, México.
- 32) Sanin, F. D. And Vesilid, P. A. 1994. *Effect of centrifugation on the removal of extracellular polymers and physical properties of activated sludge*. Wat. Sci. Tech. Vol. 30, N° 8, pp. 117-127.
- 33) Schowoyer, William L. K. 1981. *Polyelectrolytes for water and wastewater treatment*. CRC. Press. United States, pp.160-209.
- 34) Smollen, M. 1990. *Evaluation of municipal sludge drying and dewatering with respect to sludge volume reduction*. Wat. Res. Vol. 22, N° 12, pp. 153-161.

- 35) Solis Segura, Luz María. 1978. Determinaciones analíticas con aguas contaminadas. Tesis Profesional. Escuela de Ciencias Químicas. Universidad Iberoamericana. Incorporada a la Universidad Nacional de México. México, D. F, México. Pp 216-219.
- 36) Stainer, Roger., Adelberg, Edward y Ingraham, John. 1986. "Microbiología". 4ª. Edición. Ed. Repla. Pp. 115-123, 231-236.
- 37) Urbain, V., Block, J. C and Manem, J. 1993. *Bioflocculation in activated sludge: an analytic approach*. Wat. Res. Vol. 27, N° 5, pp. 829-838.
- 38) Vesilind, A. P. 1986. "Sludge management and disposal". Lewis Publishers. Michigan. Pp. 39-64.
- 39) Vesilind, A. P. 1994. *The role of water in sludge dewatering*. Water Environment Research. Vol. 66, N° 1, pp. 4-11.
- 40) Wahlberg, E. J, Keinath, T. M., and Parker, D. S. 1992. *Relationship between activated sludge flocculation characteristics and cell-surface polysaccharide concentration*. Wat. Sci. Tech., Vol. 26, N° 9, pp. 2527-2530.
- 41) Zhang, X., Bishop, P. L. and Kupferle, M. J. 1998. *Measurement of polysaccharides and proteins in biofilm extracellular polymers*. Wat. Sci. Tech. Vol. 37, N° 4-5, pp. 345-348.

ANEXOS

A. DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA^(15, 20)

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE LA TEMPERATURA EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-007-1980)

Introducción

Las temperaturas elevadas en el agua son indicadores de actividad biológica, química y física en el agua, lo anterior tiene influencia en los tratamientos y abastecimientos para el agua, así como en la evaluación limnológica de un cuerpo de agua, por lo que es necesario medir la temperatura como un indicador de la presencia de compuestos y contaminantes en el agua, a través del método de prueba que se establece en la presente Norma Mexicana.

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

Principio

El principio se basa en las propiedades de la materia de dilatarse o contraerse con los cambios de temperatura ó a propiedades eléctricas y físicas de los materiales con los que se realizará la medición; estas propiedades son siempre las mismas para una

temperatura dada lo que permite graduar los instrumentos de medición. La temperatura se mide con un instrumento debidamente calibrado y debe efectuarse en el lugar de muestreo.

Materiales

- Termómetro o juego de termómetros de mercurio en vidrio, con graduaciones de $0,1^{\circ}\text{C}$, en un intervalo de temperatura que abarque por lo menos desde -1°C hasta 101°C , de buena calidad de fabricación que satisfaga o supere las especificaciones de alta exactitud de la NOM-011-SCFI-1993, trazable(s) a la ITS-90, con certificado de calibración vigente y gráfico(s) o tablas para correcciones expedidos por un organismo de calibración reconocido.

Procedimiento

1. Siempre que sea posible se debe realizar la medición directamente en el cuerpo de agua, se debe tomar en un volumen suficiente de muestra tal que el instrumento quede debidamente inmerso, esperar el tiempo suficiente para obtener mediciones constantes. Enjuagar con agua destilada el instrumento de medición.
2. Las lecturas se obtienen directamente de la escala del aparato medidor de temperatura, y se informan en grados Centígrados ($^{\circ}\text{C}$), con aproximación a la décima de grado ($0,1^{\circ}\text{C}$).

B. DETERMINACIÓN DEL pH^(15, 20)

PROYECTO DE NORMA MEXICANA PROY-NMX-AA-008-1999-SCFI AGUA.- DETERMINACIÓN DEL pH

Introducción

Conceptualmente, el pH en fase acuosa se define como el logaritmo de la actividad del ion hidronio (protón hidratado, H⁺): $\text{pH} = -\log_a \text{H}^+$.

La determinación rutinaria del pH se realiza de manera electrométrica con el electrodo de vidrio comercial en lugar del electrodo de hidrógeno considerado en las celdas (I) y (II) y un electrodo de referencia comercial. A una temperatura especificada, la determinación del pH proporciona un valor característico relacionado con el nivel de acidez intrínseca de la solución examinada.

Principio

El método se fundamenta en la existencia de una diferencia de potencial entre las dos caras de una membrana de vidrio, expuestas a soluciones acuosas que difieren en su valor de pH. En primera aproximación, a temperatura constante, la magnitud de esta diferencia de potencial es directamente proporcional a la diferencia de pH entre dichas soluciones.

En este método, se efectúa la determinación electrométrica del pH con base en la definición operacional antes expuesta. Sin embargo, en lugar de utilizar el electrodo de hidrógeno, se utiliza el electrodo de membrana de vidrio y un electrodo de referencia comercial. Debido a que el electrodo de vidrio y los electrodos de referencia comerciales tienen un comportamiento imperfecto, es preciso calibrar el dispositivo de determinación del pH con dos soluciones patrón.

Equipo

Equipo

- Potenciómetro para determinación de pH en el laboratorio, con error de lectura análoga o digital y resolución menor o igual a 0,02 unidad de pH, con compensador de temperatura manual o automático y corrección de pendiente. También debe permitir lecturas de diferencia de potencial con resolución menor o igual a 1 mV.
- Soluciones buffer para calibrar el potenciómetro de pH 4.0 y pH 7.0.

Materiales

- Electrodo comercial de membrana de vidrio o electrodo combinado con compartimento de referencia rellenable, para uso general, con intervalo de trabajo de pH comprendido por lo menos entre 2 y 12, cuya eficiencia electromotriz sea superior al 95%.

Procedimiento

1. Enjuagar cuidadosamente los electrodos con agua. Transferir la solución problema a un recipiente limpio de tamaño apropiado.
2. Sumergir los electrodos en la muestra problema durante 1 minuto para acondicionar el electrodo; agitando suavemente. Retirar los electrodos de la solución, secarlos con papel, sin enjuagarlos y sin tallar.
3. En caso de agitación mecánica, debe tenerse cuidado para evitar la pérdida o disolución de gases ácidos o alcalinos por intercambios con la atmósfera.
4. Si los electrodos se ensuciaron por inmersión en aguas residuales, deben limpiarse y regresarse a su solución respectiva de conservación.
5. Registrar las dos lecturas de pH con dos cifras decimales así como la temperatura de la muestra.

C. SÓLIDOS SUSPENDIDOS TOTALES, FIJOS Y VOLÁTILES^(15, 20)

SECRETARIA DE COMERCIO

Y

FOMENTO INDUSTRIAL

NORMA MEXICANA

NMX-AA-034-1981

"ANALISIS DE AGUA.- DETERMINACION DE SÓLIDOS"

Introducción

Los términos "**sólidos**", "**suspendidos**" y "**disueltos**" son usados para reemplazar los términos "**residuo**", "**no filtrable**" y "**filtrable**".

El análisis de los sólidos es importante en el control del proceso del tratamiento biológico y físico del agua residual.

Los **sólidos totales** incluyen a los sólidos suspendidos totales y sólidos disueltos totales, generalmente los sólidos disueltos pasan a través de un filtro de 20 µm, mientras que los suspendidos son la porción que queda retenida en el filtro.

"**Sólidos fijos**" es el término aplicado para los residuos suspendidos o disueltos después de calentar y secar por un tiempo específico a una temperatura específica. El peso perdido en la ignición es llamado "**sólidos volátiles**". Las determinaciones de los sólidos fijos y volátiles no distinguen entre la materia orgánica y la inorgánica, esto incluye pérdidas debido a la descomposición o volatilización de algunas sales minerales.

Fundamento

Los métodos se basan en la evaporación y calcinación de la muestra, en donde los residuos de una y otra operación sirven de base para el cálculo del contenido de sólidos.

Equipo

- Balanza analítica, con sensibilidad de 0.0001 g.
- Cápsula de porcelana, de 200 cm³ de capacidad.
- Mufla eléctrica capaz de mantener una temperatura de 823 K \pm 25 K (550 °C \pm 25°C).
- Estufa de control de temperatura capaz de mantener de 376 K a 378 K (103°C a 105°C).
- Equipo para evaporación previa (ya sea placa de calentamiento, baño maría, baño de arena, mantilla de calentamiento o cualquier otro medio de calentamiento adecuado).
- Desecador con deshidratante adecuado.
- Microfibra Whatman # 934 AM o GF/C.
- Crisoles de Gooch adecuados al tamaño de la muestra.
- Bomba de vacío o eyector.
- Matraz Kitazato con accesorios.
- Equipo usual de laboratorio.

Procedimiento

Preparación del medio filtrante

1. Colocar un disco de fibra de vidrio en el crisol Gooch con la superficie rugosa hacia arriba, teniendo cuidado de que el disco cubra completamente las perforaciones del Gooch.
2. Colocar el crisol y el disco en un aparato de filtración, aplicando vacío. Lavar el disco con agua, dejando que el agua se drene totalmente.
3. Suspender el vacío y llevar el crisol a masa constante en la mufla a una temperatura de 823 K \pm 25 K (550 °C \pm 25 °C) durante 15 a 20 minutos. Sacar el crisol, dejar enfriar y determinar su masa (G_3).

1. Colocar el crisol con el disco en el aparato de filtración y aplicar vacío.
2. Humedecer el disco con agua.
3. Medir con una probeta o pipeta volumétrica según proceda, un volumen adecuado de la cantidad seleccionada de muestra previamente homogeneizada la cual depende de la concentración esperada de sólidos suspendidos.
4. Filtrar la muestra a través del disco y aún aplicando vacío, lavar el disco tres veces con 10 cm³ de agua, dejando que el agua drene totalmente en cada lavado.
5. Suspender el vacío y secar el crisol en la estufa a una temperatura de 376 K a 378 K (103 a 105 °C) durante una hora. Sacar el crisol, dejar enfriar en un desecador a temperatura ambiente y determinar su masa (G₄).

Expresión de resultados

- El contenido de sólidos suspendidos totales, se calcula con la siguiente fórmula:

$$SST = \frac{G_4 - G_3}{V} \times 1000$$

En donde:

SST =	Sólidos suspendidos totales, en mg/dm ³
G ₄ =	Masa del crisol con el residuo, en mg
G ₃ =	Masa del crisol con el disco, en mg
V =	volumen de muestra, en cm ³

Para conocer el contenido de sólidos suspendidos volátiles, se procede de la manera siguiente:

1. El crisol conteniendo el residuo y el disco se introducen a la mufla a una temperatura de $823 \text{ K} \pm 25 \text{ K}$ ($550 \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$) durante 15 a 20 minutos.
2. Sacar el crisol dejar enfriar en desecador y determinar su masa (G_5).
3. El contenido de sólidos suspendidos volátiles, se calcula con la siguiente expresión:

$$SSV = \frac{G_4 - G_5}{V} \times 1000$$

En donde:

- SSV = Sólidos suspendidos volátiles, en mg/dm^3
 G_5 = Masa del crisol con el residuo, después de la calcinación, en mg
V = Volumen de muestra, en cm^3

4. El contenido de sólidos suspendidos fijos, se calcula con la siguiente expresión:

$$SSF = SST - SSV$$

Se utilizaron 5 ml de cada muestra para la determinación de sólidos.

D. GRASAS Y ACEITES^(15, 20, 35)

ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE GRASAS Y ACEITES RECUPERABLES
EN AGUAS NATURALES, RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE
PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-005-1980)

Introducción

Este método permite una estimación del contenido de grasas y aceites en aguas naturales, residuales y residuales tratadas al determinar gravimétricamente las sustancias que son extraídas con hexano de una muestra acuosa acidificada. La determinación de grasas y aceites es indicativa del grado de contaminación del agua por usos industriales y humanos.

En la determinación de grasas y aceites no se mide una sustancia específica sino un grupo de sustancias con unas mismas características fisicoquímicas (solubilidad). Entonces la determinación de grasas y aceites incluye ácidos grasos, jabones, grasas, ceras, hidrocarburos, aceites y cualquier otra sustancia susceptible de ser extraída con hexano.

Aceites, grasas, ceras y ácidos grasos son las principales sustancias clasificadas como "grasas" en las aguas residuales domésticas. Las aguas residuales industriales pueden contener ésteres simples y posiblemente, otros compuestos de la misma categoría.

El término "**aceites**" representa una amplia variedad de hidrocarburos de bajo a elevado peso molecular, de origen mineral que abarca desde la gasolina hasta combustible y aceites lubricantes. En adición incluye todos los glicéridos de origen animal, vegetal que son líquidos a la temperatura ordinaria.

Aceites y grasas pueden estar presentes en el agua como una emulsión de residuos industriales o fuentes similares, o en solución como una fracción ligera de petróleo.

Principio

Este método se basa en la adsorción de grasas y aceites en tierra de diatomeas, los cuales son extraídos en un Soxhlet empleando hexano como disolvente. Una vez terminada la extracción se evapora el hexano y se pesa el residuo que ha quedado en el recipiente; siendo este valor el contenido de grasas y aceites.

Reactivos

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, a menos que se indique otro grado.

Cuando se indique agua debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características: a) Resistividad, megohm-cm a 25°C: 0,2 mínimo; b) Conductividad, $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 25°C: 5,0 máximo y c) pH: 5,0 a 8,0.

- Ácido Clorhídrico concentrado(HCl);
- Hexano (C_6H_{14});, con punto de ebullición de 69 °C
- Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4);
- Suspensión de tierra de diatomeas-sílice o tierra Sílice de aproximadamente 10 g/L de agua;
- Ácido Clorhídrico (1:1): Mezclar volúmenes iguales de Ácido Clorhídrico concentrado y agua.
- Ácido Sulfúrico (1:1): Mezclar volúmenes iguales de Acido Sulfúrico concentrado y agua, y
- Aceite de referencia: Pesar aproximadamente y con precisión la cantidad requerida de una mezcla de aceite de referencia (mezcla de mineral SAE20 y

vegetal mixto) acorde a la cantidad esperada de grasas y aceites en la muestra y agregar la mezcla a 1 L de agua.

Materiales

- Cartuchos de extracción de celulosa para Soxhlet;
- Papel filtro con tamaño de poro fino (Whatman No. 40, de 11 cm)
- Embudo Büchner de 12 cm de diámetro, y
- Desecador.
- Pipetas de 10 ml
- Vidrios de reloj
- Pinzas
- Discos de muselina de 11 cm.

Equipo

- Equipo de extracción Soxhlet;
- Bomba de vacío u otra fuente de vacío;
- Estufa eléctrica capaz de mantener 103°C;
- Estufa eléctrica de vacío capaz de mantener 80°C;
- Balanza analítica con precisión de 0,1 mg, y
- Equipo de filtración a vacío.
- Parrilla eléctrica, con cubierta.
- Desecadores.
- Aparato de destilación.

Procedimiento

1. Medir el pH de las muestras el cual debe ser menor de 2, si no tiene este valor acidifique con ácido clorhídrico 1:1 ó ácido sulfúrico 1:1.
2. Para muestras con un pH menor de 8 unidades generalmente es suficiente con adicionar 5 ml de ácido clorhídrico 1:1 ó 2 mL de ácido sulfúrico 1:1.
3. Preparar los matraces de extracción introduciéndolos a la estufa a una temperatura de 103°C - 105°C, enfriar en desecador y pesarlos, repetir el procedimiento hasta obtener el peso constante de cada uno de los matraces.
4. Preparar el material filtrante que consiste en un disco de muselina cubierto con papel filtro en el embudo Büchner, colocar el embudo en un matraz Kitazato y agregar 100 mL de la suspensión de tierra de diatomeas-sílice sobre el filtro, aplicar vacío y lavar con 100 mL de agua.
5. Transferir el total de la muestra acidificada al embudo Büchner preparado aplicando vacío hasta que cese el paso de agua. Medir el volumen de la muestra.
6. Con ayuda de unas pinzas, transferir el material filtrante a un cartucho de extracción. Limpiar las paredes internas del embudo y el frasco contenedor de la muestra, así como la parte interna de la tapa del frasco con trozos de papel filtro previamente impregnados de disolvente (hexano) tener cuidado en remover la película de grasa y los sólidos impregnados sobre las paredes; colocar los trozos de papel en el mismo cartucho.
7. Secar el cartucho en una estufa a 103°C - 105°C por un período de 30 min. Transcurrido este período colocar en el equipo Soxhlet.
8. Adicionar el volumen adecuado de hexano al matraz de extracción previamente puesto a peso constante y preparar el equipo Soxhlet. Evitar tocar con las manos el cartucho y el matraz de extracción, para ello utilizar pinzas ó guantes de látex.
9. Colocar el equipo de extracción sobre la parrilla de calentamiento, controlar la temperatura del reflujo y extraer a una velocidad de 20 ciclos / hora durante un período de 4 h.
10. Una vez terminada la extracción retirar el matraz del equipo Soxhlet, y evaporar el disolvente.

11. El matraz de extracción libre de disolvente se coloca en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente.
12. Pesarse el matraz de extracción y determinar la concentración de grasas y aceites recuperables.
13. Analizar un blanco de reactivo bajo las mismas condiciones de la muestra.

Cálculos

- Calcular las grasas y aceites recuperables (G y A) en la muestra usando la siguiente ecuación:

$$GyA(mg / L) = \frac{(A - B)}{V}$$

Donde:

- A es el peso final del matraz de extracción (mg);
- B es el peso inicial del matraz de extracción (mg), y
- V es el volumen de la muestra, en litros.

Cantidad utilizada de muestra fue de 100 ml y de agua destilada de 1 L.

- Restar al resultado obtenido de la muestra el valor del blanco de reactivo.
- Reportar los resultados del análisis en mg/L.

E. POLISACÁRIDOS LÁBILES (CARBOHIDRATOS)⁽⁵⁾

Introducción

La determinación de carbohidratos en lodos residuales, se adaptó de una técnica que se realiza en los suelos.

Existen muchas técnicas para el análisis cualitativo de los carbohidratos, sin embargo, no son satisfactorios debido a la heterogeneidad de los polisacáridos y la dificultad para llevarlo a cabo y recobrarlo por completo durante la hidrólisis del polímero. Muchos procedimientos involucran la hidrólisis para liberar las unidades monoméricas.

En general el procedimiento de este método realizado por Cheshire 1979⁽⁵⁾, está basado con relación a los monosacáridos por hidrólisis con ácido sulfúrico seguido por un análisis colorimétrico de azúcares totales contenidos en la hidrólisis, usando ácido sulfúrico y fenol. Estos reactivos son usados en suelos minerales con un contenido relativamente bajo de polisacáridos o para una muestra de horizontes orgánicos con un contenido de polisacáridos.

Principio del método de polisacáridos lábiles

Existen dos tipos de análisis para los polisacáridos, los polisacáridos totales y los lábiles. El método de análisis de polisacáridos lábiles fue el que se eligió para realizar la caracterización de los lodos residuales, debido a que este análisis es considerado para rescatar o recobrar más polisacáridos que otro tipo de celulosas, incluyendo polímeros más activos en agregados de partículas de los suelos.

Además la metodología de este puede ser usada tanto para fracciones en estado sólido, como en solución.

Equipo

- Espectrofotómetro.
- Celdas de 10 x 13 mm.
- Baño de agua para operar de 25 a 30°C.
- Autoclave.

Reactivos

- Solución de fenol 5% (P/V), disolver 5 g de cristales de fenol y aforar a 100 ml con agua destilada evitar el contacto con la piel o inhalar los vapores.
- Ácido sulfúrico concentrado al 96% (P/P) grado reactivo analítico. El ácido sulfúrico no debe de estar contaminado, de ser así, debe ser reemplazado.
- Ácido sulfúrico 12 M prepare por disolución con ácido sulfúrico concentrado adicionando ácido al agua.
- Solución de glucosa 1000 µg/ml, disolver 0.5 g de glucosa en 500 ml de agua destilada mantener en refrigeración.
- Trabajar con glucosa estándar, preparar 100 ml de glucosa de 20, 30, 40, 50 y 60 µg/ml (2, 3, 4, 5 y 6 ml de glucosa en 100 de agua destilada; preparaciones frescas de 3-4 días).

Procedimiento

1. Colocar de 1 a 2 ml de lodo residual (primario, secundario, crudo) en un matraz erlenmeyer de 250 ml, añadir 4 ml de H₂SO₄ 12 M humedeciendo toda la muestra con el ácido.
2. Agregar 92 ml de agua destilada para obtener una concentración 0.5 M, meter a la autoclave durante 1 hr a 103.4 Kpa (15 PSI) (121°C) aproximadamente.

3. Una vez enfriados los matraces filtrar el volumen contenido y aforar a 100 ml en matraces volumétricos, lavando el residuo completamente, mantener en refrigeración si el análisis no se terminó ese día.

4. Preparar curva de calibración como sigue: medir alícuota de 1 ml de cada solución de glucosa e introducir separadamente en tubos, a cada tubo añadir 1 ml de solución de fenol al 5% seguido de 5 ml de ácido sulfúrico concentrado, añadiendo el ácido con una pipeta automática, agregar el ácido rápidamente para obtener una buena mezcla, dejar reposar durante 10 minutos pasarlo a baño María de 25-30 °C por espacio de 25 minutos. Leer la absorbancia a 490 nm. En el espectrofotómetro, fijar el cero en absorbancia con un blanco usando 1 ml de agua destilada.

5. Análisis de la muestra hidrolizada: colocar una alícuota de 1 ml de muestra, en lugar de la solución patrón de glucosa. Determine la concentración de polisacáridos por referencia de la curva patrón y calcule los mg/L ó las partes por millón de polisacáridos.

6. Reportar los resultados como mg/L de polisacáridos lábiles o glucosa equivalente.

F. MÉTODO DE ADSORCIÓN DEL MARCADOR ROJO DE RUTENIO⁽¹³⁾

Localización de la distribución de sitios aniónicos en lodos residuales

La localización de los sitios aniónicos en los lodos residuales se realiza antes de ser acondicionados con polielectrolitos. Los lodos residuales que se van a marcar con rojo de rutenio se encuentran en forma líquida y sólo se separan de éstos, los pequeños flóculos o agregados que se forman en los lodos, una vez que sea realizado esta parte, se procede a marcar los pequeños flóculos con rojo de rutenio, para posteriormente poderlos observar en un microscopio.

El proceso de adsorción del marcador rojo de rutenio se describe en el siguiente aparatado.

Medición de Material Extracelular

La medición del material extracelular por medio de la adsorción de un marcador específico de carbohidratos en los flóculos de los lodos, seguido por la medición de la inadsorbancia del marcador en el sobrenadante, ayuda a medir el material polisacárido extracelular que se encuentra presente en los flóculos de los lodos residuales, además de que este método no destruye la membrana de las células, lo cual permite que no exista una contaminación del material extracelular y el material intracelular de las células.

El uso del marcador como adsorbato simplifica la medición porque la adsorción puede ser cuantificada usando un espectrofotómetro de luz visible. Además el marcador rojo de rutenio ha sido encontrado para asociarse selectivamente con los polisacáridos.

Equipo

- Espectrofotómetro
- Agitador
- Matraces erlenmeyer de 125 ml

Reactivos

- Marcador rojo de rutenio (300 mg/L)
- Solución buffer de fosfato de pH 7.2

Procedimiento

1. Una vez, que se han acondicionado los lodos con los polielectrolitos, se obtienen los flóculos de los lodos residuales, los cuales se enjuagan en una solución buffer de fosfato (pH 7.2) para remover algún sustrato de polisacárido que se encuentre en solución.
2. Esta alícuota se centrifuga 2 minutos a 1500 g. Se separa el sobrenadante y los sólidos se vuelven a suspender en la solución amortiguadora de fosfato y se vuelven a centrifugar pero ahora por 10 minutos.
3. Se hacen pastillas de 4 a 275 mg y se mantiene una masa seca constante de lodo sólido para cada prueba.
4. Una vez que se tienen las pastillas (4-40 mg), se colocan en un matraz erlenmeyer de 125 ml y se les adiciona una alícuota de 10 ml de marcador rojo de rutenio de (300 o 500 mg/L).
5. Las muestras se agitan durante 3 h, después se centrifugan durante 20 minutos a 1500g.
6. El sobrenadante se decanta y la adsorbancia del marcador se miden por medio del espectrofotómetro a 533 nm y se calcula la inadsorbancia.