



Centro de Investigaciones y Estudios Avanzados del Instituto  
Politécnico Nacional

Departamento de Biotecnología y Bioingeniería

Desarrollo de un método de respirometría de pulso para la medición rápida de la  
carga orgánica en plantas de tratamiento de aguas.

TESIS

Que presenta

Pablo César Morales Rico

Para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias

en la especialidad de Biotecnología

Director de Tesis

Dr. Frédéric Thalasso

Ciudad de México

Mayo 2019

## **Agradecimientos**

Concluí esta tesis en el Centro de Investigaciones y Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (CINVESTAV-IPN) en el departamento de Biotecnología y Bioingeniería bajo la dirección del Dr. Frédéric Thalasso y la asesoría del Dr. Luc Dendooven y la del Dr. Alberto Ordaz Cortés.

Quiero agradecer el soporte financiero del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) con la beca no. 703565 para la realización y culminación de este proyecto.

Agradezco infinitamente a mi director de tesis el Dr. Frédéric Thalasso por su apoyo incondicional, su paciencia y humildad para transmitir el conocimiento. De igual manera a mis asesores por sus puntuales aportaciones para la culminación de este trabajo. Adicionalmente a los auxiliares del Laboratorio de Bioprocesos Ambientales y Limnología, en especial al Lic. Franciso Silva por brindarme además de su asistencia técnica su amistad.

A mi familia, por soportarme, entenderme y amarme; pero sobre todo por apoyarme a salir del abismo y a enfriar el miedo. En especial a mi abuela Elvira por ser ejemplo de entereza, fuerza y valor ante la adversidad.

A mi amigo Víctor por ser indispensable e incondicional en este viaje, al que entramos al mismo tiempo, ligeros de equipaje y del cual salimos con un gran bagaje. Gracias Sara por comprender y abonar a mi locura, por enseñarme que las cosas en común forman una amistad que perdura.

A los Camaradas que saben que las mejores compañías son las que han entendido cuándo dejarnos solos. Saben que lo que une a dos personas nunca es lo que comparten, sino eso por lo que luchan juntos todavía.

Porque en estas líneas ni están todos los que son, ni son todos los que están y ni los que estuvieron presentes en el camino. Por último quiero hablar del extravagante, el pedante, el elocuente, el perdido,

el furtivo, el maestro del olvido, mi íntimo enemigo. Mi trastorno maniaco-depresivo

A todos ellos quiero dedicarles este trabajo y que sepan que el final no empieza hoy.

# Contenido

Agradecimientos .....	i
Contenido .....	iii
Resumen .....	vii
Introducción .....	1
Antecedentes directos .....	9
Justificación .....	11
Objetivos .....	12
Materiales y Métodos.....	13
Muestreo .....	13
Método de microrrespirometría de pulsos .....	14
Determinación de Sustrato y Biomasa .....	15
Obtención $C^*$ y $KLa$ .....	16
Determinación de la $\Delta DQO$ .....	16
Determinación de Amonio y Nitrato.....	17
Interpretación de datos.....	17
Resultados y Discusión.....	19
Determinación del $DBO_{st}$ mediante microrrespirometría y su comparación con métodos tradicionales.....	19
Determinación predictiva del $DBO_{st}$ a través de la $\Delta DQO$ .....	23
Ajustes de tasa máxima observada de respiración al modelo de Monod..	25
Eficiencia de remoción de compuestos nitrogenados. ....	27
Conclusiones y Perspectivas. ....	33
Bibliografía.....	35

## Indice de Tablas y Figuras

Tabla 1 Plantas de tratamiento seleccionadas para el estudio .....	13
Tabla 2 Relaciones sustrato/biomasa para los ensayos respirométricos.....	15
Figura 1 Tren de tratamiento para una planta de tratamiento de aguas residuales municipales.....	2
Figura 2 Estrategia de muestreo en el tren de tratamiento. ....	14
Figura 3 Respirograma correspondiente a la visita 12 a la planta de Chapultepec.....	19
Figura 4 Linealización de las áreas correspondientes a la visita 12 a la planta de Chapultepec.....	20
Figura 5 Comparación de las metodologías de $\Delta$ DQO y DBO <sub>st</sub> .....	21
Figura 6 Linealizaciones de las visitas a la PTAR Chapultepec (A) a otras plantas (B) .....	22
Figura 7 Regresiones lineales y polinomiales de para DQO <sub>1</sub> (A), DQO <sub>3</sub> (B) y DQO <sub>5</sub> (C) .....	24
Figura 8 OURmax vs dilución para visitas a otras plantas (A) y las visitas a las plantas de Chapultepec (B) .....	25
Figura 9 Determinación de OUR max a partir de las diluciones experimentales. ....	26
Figura 10 Fracciones de la DQO total para la muestra A en la planta de Chapultepec (A) y las demás plantas (B).....	28
Figura 11 Conversiones reales y teóricas en las visitas realizadas a la planta de Chapultepec.....	29
Figura 12 Conversiones reales y teóricas en las visitas realizadas a diferentes plantas de la Ciudad de México .....	30
Figura 13 Porcentaje de remoción y su dispersión .....	31
Figura 14 Valores reportados de amonio a la entrada (A) y salida (D) para la planta de Chapultepec .....	31

Figura 15 Valores de amonio a la entrada A y de nitrato a la salida D para la planta de Chapultepec ..... 32

### **Abreviaturas en el presente trabajo**

CONAGUA	Comisión Nacional del Agua
DQO	Demanda Química de oxígeno
DBO	Demanda Bioquímica de Oxígeno
DBOst	Demanda Bioquímica de Oxígeno a tiempo corto
NOD	Demanda Química de Oxígeno de los Compuestos Nitrogenados
OD	Oxígeno Disuelto
PTAR	Planta de Tratamiento de Agua Residual
SEMARNAT	Secretaría del Medio Ambiente y Recursos Naturales

## Resumen

En México más del 80 % de las aguas residuales generadas se descargan a cuerpos de agua sin ningún tipo de tratamiento, esta tendencia se mantiene en el resto de los países en desarrollo. Si bien la infraestructura de tratamiento en el país ha ido aumentando con respecto de años anteriores la operación y control de éstas sigue siendo un cuello de botella para garantizar que la calidad de agua a la salida cumpla con los estándares nacionales.

La presente propuesta presenta un protocolo para la determinación del parámetro de  $DBO_{st}$  a través de microrrespirometría de pulso y su comparación con métodos tradicionales de medición de carga orgánica en plantas de tratamiento de lodos activados. Se presentan tres diferentes aproximaciones para su determinación.

Se visitaron en 24 ocasiones diferentes plantas de tratamiento en la ciudad de México con la finalidad de realizar ensayos respirométricos y realizar las determinaciones del  $DBO_{st}$ . En la primera de estas la evaluación se realiza a través de la construcción de linealizaciones mediante el cual se obtuvo la masa de oxígeno para cada una de las plantas en función del sustrato de entrada dando como resultado un promedio de 63% del oxígeno total requerido. En el segundo caso se llevaron a cabo las determinaciones eliminando la dependencia del sustrato para su determinación. Adicionalmente se construyeron ajustes lineales y polinomiales para la determinación del  $DBO_{st}$  y la  $\Delta DQO$  a partir de la información de una sola planta y su aplicación en otras visitas obteniendo resultados de aproximaciones arriba del 80% del oxígeno total requerido para la oxidación de la muestra del influente.

Finalmente se evaluaron los perfiles de nitrificación de las plantas visitadas mediante determinaciones de amonio y nitrato asumiendo un modelo de nitrificación en un solo paso, a través de la determinación de la tasa de consumo de los compuestos nitrogenados (NOD). Además del análisis del proceso de nitrificación para una planta a través del tiempo.



## **Abstract**

Over 80% of generated wastewater in Mexico is discharged in water bodies without treatment. Wastewater treatment infrastructure has been growing yearly, plant operation and control is still a limiting factor to secure an effluent in accordance to national standards.

In the present study, a short time BOD determination method is developed, using pulse microrespirometry, and a comparison with traditional BOD determination methods in activated sludge wastewater treatment plants. Three different approaches are presented.

Respirometry was executed in samples for 24 different wastewater treatment visits, to determine COD<sub>st</sub>. In the first experiment, a linearization allowed to obtain consumed oxygen concentration for treatment plant substrate samples, predicting 63% of total required oxygen. In the second approach, determinations didn't consider substrate dependence. Additionally, lineal and polynomial adjustments were developed for BOD<sub>st</sub> and deltaCOD, based in data from one treatment plant, and applying the resulting equations in the other visits, obtaining favorable approximations ( $R^2 > 80\%$ ) of the total oxygen required for the oxidation of influent sample.

Finally, nitrification profiles from the visited treatment plants were evaluated by ammonia and nitrate determinations, assuming a one-step nitrification model, through uptake rate determination of nitrogenous substances; as well as a nitrification process analysis for one treatment plant over time.

## **Introducción**

La contaminación del agua es una modificación a sus condiciones físicas, químicas y biológicas, haciéndola inadecuada y peligrosa para el consumo humano. Si bien la contaminación de las aguas puede provenir de fuentes naturales, la mayor parte de la contaminación actual proviene de fuentes antropogénicas. La realidad es que no sólo en México sino en el mundo se trata un porcentaje bajo de aguas residuales antes de ser vertida a los ríos, lagos y mares. Actualmente más del 80 % de las aguas residuales generadas en los países en desarrollo se descargan a cuerpos de agua superficiales sin tratamiento (CONAGUA 2016).

El aumento acelerado de la población con el consecuente incremento en la demanda del recurso hídrico para su uso en labores domésticas, industriales, agrícolas y pecuarias, entre otras, ha dado como resultado la contaminación de mayores flujos de agua que al no recibir tratamiento son depositados en distintos cuerpos receptores, ocasionando la contaminación de éstos y del medio ambiente, situación que convierte en un imperativo el tratamiento de las aguas residuales. Por lo cual es necesario aumentar la cobertura de saneamiento, con plantas de tratamiento de aguas residuales que operen eficientemente y produzcan efluentes que no deterioren la calidad de los cuerpos receptores, o en su defecto, para su reúso en labores que permitan la sustitución de aguas de primer uso. Para ello se utilizan diversos procesos de tratamiento a diferentes niveles de calidad, con base en los parámetros exigidos por las normas vigentes.

Los métodos de tratamiento pueden ser físicos, químicos y biológicos. El proceso de lodos activados es usado ampliamente como un método biológico para el tratamiento de aguas residuales. En este proceso el agua residual es puesta en contacto con una suspensión de lodo activado, el cual es una mezcla floculante de una comunidad muy heterogénea de microorganismos y materiales orgánicos particulados. Este lodo remueve la materia soluble y particulada del agua residual. Posteriormente este es separado del agua

tratada generalmente por medios físicos para retenerla dentro del sistema. Debido a esto el tratamiento biológico es el más utilizado para la depuración de las descargas de aguas municipales.

Existen diferentes niveles de tratamiento para empleados en la depuración del agua residual, a este conjunto de niveles se le conoce como tren de tratamiento. Una planta de tratamiento de aguas residuales municipales puede contar con uno o varios trenes de tratamiento. La configuración más común es la que se presenta en la siguiente figura.



*Figura 1 Tren de tratamiento para una planta de tratamiento de aguas residuales municipales*

Los trenes de tratamiento tienen la siguiente secuencia de remoción: en el pretratamiento se remueven la basura y los sólidos de gran tamaño, así como las arenas y grasas son retiradas del influente, mientras que en el sedimentador primario las partículas de gran tamaño que no fueron removidas en el proceso anterior debido al régimen de flujo son retiradas en esta etapa. Posteriormente el influente entra al reactor biológico en donde, como se mencionó anteriormente, en presencia de aireación la materia orgánica es removida por los lodos activados, del reactor pasa a una etapa de clarificación conocida como sedimentación secundaria en la cual se remueven los remanentes de los lodos activados para culminar en una etapa de desinfección la cual puede ser llevada a cabo por diferentes métodos siendo los más comunes la cloración y los rayos ultravioleta.

En México existe un inventario de plantas de tratamiento de aguas residuales municipales el cual reporta que al concluir el año 2015 existían registradas en el país, 2,477 plantas municipales de tratamiento en operación, con una capacidad total instalada de 177,973.58 l/s, que tratan lo equivalente al 57%

del agua residual generada y colectada en los sistemas municipales de alcantarillado del país (CONAGUA y SEMARNAT 2015).

De acuerdo con la información disponible en el Inventario, el método de tratamiento más utilizado en el país es el de lagunas de estabilización, aplicado en 752 plantas, equivalentes al 30.35% del total de estas con un caudal tratado de 14,157.4 l/s. Le sigue el de lodos activados que se aplica en 746 plantas con un 30.11 % y 67,059.7 l/s de caudal de operación.

Aproximadamente el 84% del caudal tratado a nivel nacional de aguas residuales municipales es cubierto por 258 plantas de tratamiento de aguas residuales con capacidad instalada igual o mayor de 100 L/s, ubicadas en 30 Entidades Federativas. (CONAGUA, IPN, y CIEMAD 2014). De ahí que se vuelva imperativo tener una eficiencia de remoción de la materia orgánica acorde con el gasto energético requerido para la aireación de las de las plantas.

El control y la operación de las plantas de tratamiento de aguas, cualquier que sea la tecnología utilizada, se basa en la Demanda Química de Oxígeno (DQO) o en la Demanda Biológica o Bioquímica de Oxígeno (DBO). En ambos casos, esos parámetros representan la cantidad de oxígeno necesario para oxidar la muestra, mediante procesos químicos (caso de la DQO) o biológico (caso de la DBO). La DBO representa por lo tanto la cantidad de oxígeno que requerirá la planta para oxidar el agua residual del influente.

La DBO se mide tradicionalmente en un sistema cerrado, en el cual la muestra de agua residual se mantiene durante 3, 5 o 7 días ( $DBO_3$ ,  $DBO_5$  o  $DBO_7$ ), bajo agitación y asegurándose de que no haya ninguna limitación de oxígeno. Se mide, después del tiempo de espera, la cantidad de oxígeno consumida para determinar la DBO correspondiente sin embargo esta tiende disminuir la estimación de esta tasa de consumo. Aunado a esto presenta algunos inconvenientes como son el requerimiento de una población "semilla", la necesidad de un inhibidor de la nitrificación, la dilución de la muestra y la duración del ensayo (van Loosdrecht et al. 2016)

La duración de estos ensayos (del orden de días) es un inconveniente mayor, considerando que el tiempo de residencia del agua residual en plantas de tratamiento por lodos activados es del orden de horas, generalmente del orden de 20 a 30 horas para el caso de plantas de tratamiento de aguas con aireación extendida (Eddy y Metcalf 2004), esto aunado a que es un método que suele subestimar la tasa de respiración y por ende su valor real. Por lo anterior se han realizado esfuerzos para desarrollar una técnica más rápida para la medición de la DBO. La DBO sirve en la actualidad exclusivamente para elaborar el registro histórico de la eficiencia de las plantas (midiendo la DBO influente y efluente) o como factor de diseño, considerando valores promedios nacionales o regionales de DBO de las aguas residuales generadas.

La respirometría, que es la medición de la velocidad de consumo biológico de oxígeno bajo condiciones controladas, permitiría desarrollar dicho método.

En respirometría existen diferentes métodos, los más comúnmente usados son los estáticos y dinámicos. La respirometría estática está basada en la medición de la concentración de oxígeno disuelto en un respirómetro no aireado, donde el consumo es medido a través de la caída del oxígeno durante el experimento. Por otro lado la respirometría dinámica está basada en la medición del oxígeno disuelto en un respirómetro aireado. Cuando esta se lleva a cabo con la inyección de sustrato se le conoce como respirometría de pulsos, método que en el cual está basado el presente trabajo.

Para representar la actividad respirométrica esta se realiza mediante la velocidad de consumo de oxígeno por parte de los microorganismos (*OUR*). En ese caso, los datos de OD están interpretados, utilizando un simple balance de oxígeno, considerando el aporte y el consumo de oxígeno; la transferencia de masa que ocurre en el sistema (velocidad de transferencia de oxígeno, *OTR*) y *OUR*. Este balance se puede apreciar en la siguiente ecuación.

$$\frac{dC}{dt} = k_L a(C^* - C) - OUR \quad (1)$$

Si bien existe en la respirometría la capacidad de evaluar la actividad biológica mediante la determinación de OD, para iniciar cualquier cinética es necesario conocer la concentración inicial de sustrato. En el estudio de lodos activados, el sustrato se cuantifica mediante la determinación de la demanda química de oxígeno (DQO). Este método consta de la completa oxidación de la muestra en un medio ácido, para producir un complejo químico mediante dicromato. El complejo puede cuantificarse registrando su absorbancia a una longitud de onda de 600nm (APHA et al. 2005). De esta forma se determina el oxígeno requerido para oxidar la muestra. Comúnmente, los datos de DQO son empleados para conocer el nivel de eficiencia de las plantas de tratamiento de una manera mas simple que la DBO tradicional sin embargo sigue siendo una medición parcial de los requerimientos reales de oxígeno. Cuando se acoplan esta técnica a la respirometría, la DQO permite conocer las concentraciones de inóculo y sustrato inicial en las mismas unidades.

La respirometría de pulsos, desarrollada en los años 1990's (Riefler, Ahlfeld, y Smets 1998; Henri Spanjers y Vanrolleghem 1995) es probablemente la técnica más usada actualmente (Oliveira et al. 2011; Ordaz et al. 2008). Esta técnica consiste en inyectar un pulso de sustrato en un respirómetro aireado, y medir la concentración de oxígeno disuelto. Las mediciones de OD son mostradas a través de un respirograma, que es la representación gráfica de la concentración de oxígeno disuelto en función del tiempo, después de la inyección del pulso de sustrato. Los respirogramas reflejan la cinética de la degradación aerobia del sustrato y, la cantidad de oxígeno consumida para oxidar la muestra inyectada. Esta técnica es por lo tanto conceptualmente semejante a la técnica de la DBO, a diferencia de que es un proceso relativamente rápido, obteniendo resultados en términos de horas.

Considerando la variación de la calidad del efluente una planta de tratamiento puede ser considerada como una depuración de las variaciones de alta frecuencia del influente. Sin embargo es posible que no responda adecuadamente a los cambios de la carga del influente, con la eficiencia

adecuada para garantizar la una calidad de agua de salida adecuada y constante. De ahí la necesidad de que el proceso de remoción se ajuste a estas condiciones tan variables, considerando la carga de entrada como una de las principales variables a medir, dado que no es posible controlarla desde un punto de vista operacional, conocer las variaciones de entrada de esta se convierte en un punto toral para el control de la operación rutinaria de la planta.

Por ello el principio de monitoreo de consumo de oxígeno con la finalidad de evaluar la tratabilidad y la concentración de contaminantes mediante respirometría se vuelve una herramienta poderosa debido a que los procesos de lodos activados se basan la degradación aeróbica de la muestra. En el presente, se propondrá un método para medir estos parámetros el cual será descrito como  $DBO_{st}$  para lo que resta del presente trabajo.

Si entendemos el  $DBO_{st}$  como la cantidad de oxígeno utilizada para la degradación de la materia fácilmente biodegradable (Spanjers,H. 1993)La materia orgánica fácilmente biodegradable está compuesta por moléculas solubles simples capaces de cruzar la pared celular de los microorganismos como fue descrito por (Henze et al. 2015). Esta fue caracterizada y se encontró que contiene principalmente ácido acético, ácidos grasos volátiles, aminoácidos de bajo peso molecular, carbohidratos simples y alcoholes.

En la prueba tradicional de DBO, una pequeña cantidad de biomasa es añadida a una muestra de agua residual, como resultado de lo anterior un crecimiento sustancial debe de ocurrir previo a que la materia orgánica sea degradada y es muy probable que se requiera una adaptación de la biomasa. Para acelerar este proceso, la determinación esta basada en variar la relaciones entre el sustrato y la biomasa  $S_0/X_0$  (Peter A Vanrolleghem 1994) bajo estas condiciones una pequeña cantidad de agua residual es añadida al lodo activado con lo cual la reducción del tiempo de la prueba es factible y el crecimiento de la biomasa es despreciable (van Loosdrecht et al. 2016)

Debido a la disminución en el tiempo de respuesta es evidente que la fracción correspondiente a la materia difícilmente biodegradable no será medida en

esta prueba, asimismo no hay adaptación de la biomasa para nuevos componentes lo cual hace posible que esta prueba pueda ser también utilizada para la detección de elementos tóxicos para el proceso (Peter A. Vanrolleghem et al. 1994; Le Bonté et al. 2005). Si bien esta prueba ha sido utilizada a través de un sensor en línea como lo reportó Spanjers (1990), al mejor de nuestro conocimiento no existe una prueba microrespirométrica que utilice el principio antes descrito.

Por otro lado, se ha reportado que  $DBO_{st}$  tiene mayor reproducibilidad que la  $DBO_5$  además de ello hay que mencionar que no existe una relación directa entre la  $DBO_5$  y la  $DBO_{st}$  aunque investigaciones al respecto se hayan llevado a cabo (Spanjers y Klapwijk 1991) consideramos por ello que debido a su falta de reproducibilidad se utilizará la técnica propuesta por la (EPA 1971) basada en la medición de la  $\Delta DQO$ , como parámetro para comparar la viabilidad de la técnica respirométrica propuesta.

La contribución humana para en la contaminación por compuestos nitrogenados ha ido en aumento debido al aumento poblacional, algunos ejemplos de esta son la urea y los fertilizantes sintéticos nitrogenados (Van Hulle et al. 2010). Aproximadamente el 40% del nitrógeno en las aguas residuales domésticas se encuentra en forma de amonio y el resto se encuentra principalmente en su forma orgánica (Gerardi 2001).

Uno de los elementos que concierne grandemente en los procesos de tratamiento de agua es el nitrógeno, ya que en este tipo de sistemas de lodos activados la remoción del material con elementos de carbono no es el único proceso que consume oxígeno.

Una significativa cantidad de nitrógeno puede ser removidas en procesos de un solo paso de lodos activados como los existentes en las plantas de la ciudad de México , esto es posible debido a diferentes mecanismos donde se asumen que bajas o nulas concentraciones de oxígeno disuelto pueden estar presentes en algunas regiones de los reactores lo cual favorece las reacciones anóxicas presentes en el mismo (Eddy y Metcalf 2004).



Mediante procesos de lodos activados la nitrificación puede ser alcanzada si las condiciones para la retención y acumulación de las bacterias nitrificantes son mantenidas. Estas condiciones pueden ser expresadas en términos de la edad de los lodos, el pH, temperatura y la concentración del oxígeno disuelto (Poduska y Andrews 1975). Asimismo existen otras aseveraciones que sustentan esta teoría como la mencionada por (Stenstrom y Song 1991) donde demuestran que las tasas de nitrificación no solamente son debidas a la concentración de oxígeno disuelto dentro del reactor sino también depende de la cantidad de materia orgánica presente en el mismo. Demostrando que, a una mayor cantidad de DBO soluble, hay una mayor OUR y menor nitrificación esto fue observado en el mismo lodo con la misma concentración de oxígeno disuelto, sugiriendo que la zona aerobica del floc del lodo activado disminuyo.

Una parte importante de este consumo se lleva a cabo por la nitrificación. La nitrificación es el término utilizado para describir un proceso biológico de dos pasos en donde el amonio es oxidado a nitrito y el nitrito es oxidado a nitrato mediante organismos de tipo autotróficos, estos organismos crecen de manera mucho más lenta que los organismos heterótrofos teniendo tiempos de generación en el proceso de lodos de entre 48 y 72 horas. La demanda de oxígeno producida por las bacterias nitrificantes suele representar el 40 % de la demanda total de oxígeno (Spanjers,H. 1993)

La necesidad de la nitrificación en plantas de tratamiento de aguas radica en que impacta directamente en la calidad del agua tratada. Es importante el control de estos componentes debido a tres factores (i) el efecto del amonio en las aguas receptoras ya que tienen un impacto directo en las concentraciones de oxígeno y la una alta toxicidad en la vida acuática, (ii) la necesidad de proveer una remoción de nitrógeno para controlar la eutroficación y (iii) la necesidad de proveer un control del nitrógeno para posibles aplicaciones en el reúso del agua tratada incluyendo la recarga al acuífero.

## Antecedentes directos

En el grupo de trabajo del CINVESTAV-IPN se ha trabajado ampliamente en el desarrollo de métodos respirometría para la determinación de diferentes parámetros cinéticos y estequiométricos en distintos tipos de cultivos (Ordaz et al. 2008; Ramirez-Vargas et al. 2014; Vital-Jacome et al. 2016)

Particularmente se desarrollo con amplitud el método de respirometría de pulsos el cual nos permite realizar ensayos bajo condiciones complejas, minimizando el esfuerzo experimental y el tratamiento de datos (Ramirez-Vargas et al. 2014) Adicionalmente el grupo de trabajo desarrolló la técnica de microrrespirometría (Esquivel-Rios et al. 2014)). La cual utiliza placas de 24 pozos (o microreactores) de un volumen máximo de operación de hasta 3 ml. Éste método permite que la multiplicidad de los ensayos se aumente de una manera sustancial así como la posibilidad de que se puedan llevar a cabo de una manera simultánea.

Este sistema está basado en un sensor fluorométrico no invasivo en cada pozo el cual nos permite obtener datos en tiempo real con un tiempo de adquisición de datos muy corto (hasta de 15 segundos) lo que hace de la microrrespirometría en combinación con la respirometría de pulsos una herramienta que disminuye el esfuerzo experimental en comparación a la tradicional.

Sin embargo nunca se ha considerado la adaptación y/o desarrollo del método para la determinación del  $BOD_{st}$  la cual consiste en determinar el área bajo la curva de los pulsos de concentración creciente de los valores de las tasas de consumo de oxígeno como lo representa la siguiente ecuación (Spanjers y Klapwijk 1993; van Loosdrecht et al. 2016))

$$DBO_{st} = \int_{pulso}^{t_{final}} OUR(t) dt \quad (2)$$

Esto con la finalidad de construir un uso predictivo de la técnica para el intervalo de relaciones sustrato y biomasa ( $S_0/X_0$ ) variables como es en la práctica la carga orgánica al influente de la planta.

Al mejor de nuestro conocimiento no existen en la literatura estudios realizados utilizando la combinación del método microrrespirométrico y los pulsos de concentración creciente utilizando lodos de una planta de tratamiento a escala real utilizando lodos activados y agua residual real, que no cuenten con una adaptación de los lodos activados.

## Justificación

Los métodos tradicionales de medición de DBO requieren un tiempo de incubación de 3, 5 o 7 días . La duración de estos ensayos es un inconveniente mayor, considerando que el tiempo de residencia del agua residual en plantas de tratamiento por lodos activados es del orden de horas.

Si consideramos que la aireación es esencial para el proceso de lodos activados además de que constituye una parte importante del gasto energético de la planta Disponer de una técnica que cuantifique de forma rápida y eficiente la cantidad de oxígeno necesaria para eliminar la materia orgánica del influente nos permitiría realizar un seguimiento de la planta en un menor tiempo, realizar un número mayor de mediciones e idealmente determinar la cantidad de oxígeno necesaria en un tiempo menor al de residencia de la planta, permitiendo así un uso predictivo de la técnica y un mayor control sobre el proceso.

En el grupo de trabajo se han desarrollado métodos respirométricos para la caracterización de los procesos de lodos activados a nivel laboratorio (respirometría de pulso y microrrespirometría), sin embargo, no se habían utilizado estas técnicas para la determinación del  $DBO_{st}$

En los sistemas de lodos activados, la remoción de material carbonáceo no es el único proceso consumidor de oxígeno. La nitrificación, que involucra la oxidación de nitrógeno amoniacal a nitrógeno de nitrato mediante organismos autotróficos, suele constar del 40% de la demanda total de oxígeno.

## Objetivos

El objetivo de este proyecto es desarrollar un método respirométrico para determinar la cantidad de oxígeno necesario para eliminar la materia orgánica del influente en plantas de tratamiento de aguas residuales municipales. Y evaluar si los resultados obtenidos mediante éste ofrecen resultados semejantes a la DBO

Los objetivos específicos se enuncian a continuación:

- Establecer las condiciones y estandarizar un método mediante el cual podamos determinar el  $DBO_{st}$
- Comparar los resultados del método propuesto contra los tradicionales
- Evaluar la eficiencia de remoción de los organismos nitrificantes.

## Materiales y Métodos

### Muestreo

Se realizó el muestreo en 9 plantas de tratamiento de la Ciudad de México las cuales fueron seleccionadas de acuerdo con su capacidad instalada, considerando como criterio mínimo 100 l/s lo anterior basados en el inventario de plantas municipales de potabilización y de tratamiento de aguas residuales en operación publicado por la CONAGUA en (2016) así como el estudio de Diagnóstico de las plantas de tratamiento de aguas residuales municipales mayores de 100 l/s y determinación de estrategias y criterios para mantener en operación la infraestructura de tratamiento (CONAGUA, IPN, y CIEMAD 2014). Las plantas seleccionadas se presentan en la siguiente Tabla 1.

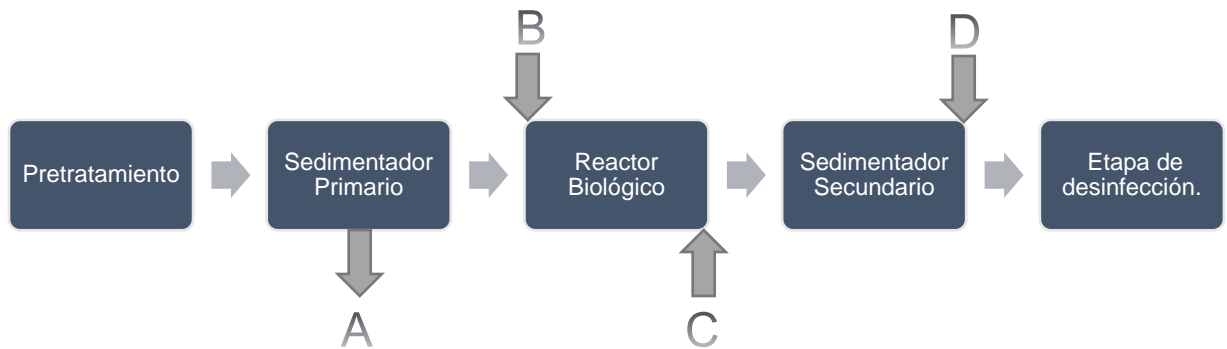
*Tabla 1 Plantas de tratamiento seleccionadas para el estudio*

Nombre	Capacidad Instalada (L/s)
<b>Acueducto de Guadalupe</b>	110
<b>San Juan de Aragón</b>	500
<b>Ciudad Deportiva</b>	230
<b>Cerro de la Estrella</b>	3000
<b>Chapultepec</b>	160
<b>Coyoacán</b>	250
<b>El Llano</b>	250
<b>San Lorenzo</b>	225
<b>San Luis Tlaxialtemalco</b>	150

*Adaptado de CONAGUA,2016*

Se realizaron un total de 29 visitas, dentro de las cuales se consideró realizar por lo menos 2 visitas a cada una de las plantas. De las mostradas en la Tabla 1 se visitó la planta de Chapultepec en 13 ocasiones por considerarla como una de las más controladas desde el punto de vista operacional.

Todas las plantas visitadas presentan un tren de tratamiento similar al presentado en la Figura 1. En cada una de las plantas se tomaron muestras tal como se describe en la siguiente figura.



*Figura 2 Estrategia de muestreo en el tren de tratamiento.*

El muestreo se realizó con una botella de Van Dorn a aproximadamente 2 metros de profundidad con la finalidad de evitar la materia flotante. La muestra A corresponde a la salida del sedimentador primario, se tomaron 2 muestras en el reactor biológico en el seno del reactor (B) y a la salida del mismo (C) finalmente se tomaron las muestra a la salida del sedimentador secundario previo a la etapa de desinfección considerada como la muestra (D). Las muestras se mantuvieron a aproximadamente 4°C durante el transporte al laboratorio de acuerdo con las recomendaciones de la (APHA et al. 2005) intentando reducir al mínimo el tiempo entre el muestreo y las pruebas.

#### Método de microrrespirometría de pulsos

Las muestras A y B fueron empleadas como fuente de sustrato y biomasa respectivamente, la muestra A se consideró como el agua residual de entrada al reactor a diferencia de los estudios reportados por (Henri Spanjers y Vanrolleghem 1995; Ekama, Dold, y Marais 1986; Peter A Vanrolleghem 1994) los cuales tienen sistemas de filtración de diferentes tipos para sus pruebas respirométricas. Posteriormente se realizó la preparación de las muestras para los ensayos respirométricos con un volumen final de 10 ml con diferentes proporciones de sustrato y biomasa las cuales se resumen en la Tabla 2. Lo anterior se realizó con la finalidad de mantener la biomasa constante, considerada como la DQO insoluble de la muestra B. Esta estrategia nos

permitió variar las concentraciones de sustrato la cual se tomó como la suma de la DQO soluble de las muestras A y B.

*Tabla 2 Relaciones sustrato/biomasa para los ensayos respirométricos*

Solución	Volumen (mL)		
	Muestra A	Muestra B	Agua destilada
<b>B+A50%</b>	5.0	5.0	0.0
<b>B+A30%</b>	3.0	5.0	2.0
<b>B+A15%</b>	1.5	5.0	3.5
<b>B+A07%</b>	0.7	5.0	4.3
<b>B+A00%</b>	0.0	5.0	5.0

Los experimentos de respirometría se efectuaron en placas SensorDish de 24 pozos (24-microplate system, PreSens, Applikon, México). Cada microrreactor tiene un sensor de oxígeno disuelto precalibrado (OxoDish, PreSens, México). Debido a que los microrreactores no contienen un sistema de aireación, la transferencia de oxígeno se logró mediante aireación superficial, adicionando una perla de vidrio a cada microrreactor para mejorar el mezclado y la transferencia de masa, como lo reportó (Esquivel-Rios et al. 2014).

Posterior a la preparación de las soluciones, se utilizó un volumen de operación de 1.5 ml de cada una de ellas a los microrreactores. Los ensayos se llevaron a cabo por triplicado, el sistema de adquisición de datos de oxígeno disuelto se programó para la obtención del OD cada 15 segundos (Sensor Dish Reader, operado por el software PreSens ver. 37; PreSens, Applikon, México). Este sistema se mantuvo durante 24 horas a la temperatura registrada en campo para la muestra B, y a una agitación de 120 rpm en una incubadora.

#### Determinación de Sustrato y Biomasa

La determinación del sustrato (S) y la Biomasa (X) se determinó a partir de cada una de las muestras tomadas en campo. Una alícuota la muestra A y B fue centrifugada a 7,500 rpm por 10 minutos. De éstas se recuperó el sobrenadante y se determinó la DQO de acuerdo con lo descrito en el método



estándar (APHA et al. 2005) Esta fue considerada como DQO soluble y por lo tanto considerada como la concentración inicial de S. Posteriormente para X se realizó la DQO total de la muestra B, la diferencia entre la DQO total con la DQO soluble se consideró como DQO insoluble, y por lo tanto la concentración de biomasa en la muestra.

#### Obtención $C^*$ y $K_La$

Para completar el balance de oxígeno descrito con anterioridad la determinación de  $C^*$  y  $K_La$  se vuelve imperativo. Por lo cual para las soluciones descritas en la Tabla 2 se prepararon por duplicado. Estas soluciones se esterilizaron a 121 °C y 14 lb de presión, durante 15 minutos. Posteriormente se colocaron a temperatura ambiente durante las 24 horas que duraron los experimentos respirométricos. Las soluciones estériles fueron colocadas en los microrreactores, de la misma manera que en los experimentos de respirometría, con la diferencia que un aditamento para suministrar nitrógeno fue agregado a la placa de los micropozos. Con ayuda de este aditamento el oxígeno fue desplazado de cada microrreactor hasta el punto en que este no fuera detectable por el sistema de PreSens. Una vez que la nula concentración de oxígeno fuera alcanzada por todos los micropozos se retira el aparato y se procede a la reanudación de la agitación y a la recuperación del oxígeno por aireación superficial. Esto permitió la determinación de las muestras con el mismo  $K_La$  y las mismas condiciones experimentales a las realizadas previamente. Los datos registrados de la concentración de OD, desde su eliminación del sistema hasta que alcanzara una condición estable, fueron utilizados para realizar un ajuste mediante el software Aquasim para la obtención de los parámetros  $C^*$  y  $K_La$  mediante un ajuste no lineal de los datos experimentales.

#### Determinación de la $\Delta DQO$

La determinación de este parámetro esta basado en un procedimiento publicado por la (EPA 1971). El cual fue llevado a cabo en recipientes con aproximadamente 1 litro de muestra A la cual fue aireada en los días 0,1,3,5

días posteriores al muestreo. Alícuotas de 2.5 ml fueron tomadas para la obtención de los datos de DQO en cada uno de los días. Con estas muestras se realizó el método estándar (APHA et al. 2005) para su cuantificación. La obtención de la  $\Delta DQO$  se realiza mediante la siguiente ecuación:

$$\Delta DQO = DQO_0 - DQO_{1,3,5} \quad (3)$$

### Determinación de Amonio y Nitrato

A partir del muestreo descrito con anterioridad se realizaron análisis de las muestras A,B,C,D por triplicado para la determinación de amonio a través de una medición colorimétrica, donde el compuesto indofenol es formado por la reacción del amonio, hipoclorito y el fenol, la reacción anterior es catalizada por el nitroprusiato de sodio y leída a 640nm de acuerdo al método estándar (APHA et al. 2005)

La determinación de nitrato se realizó mediante el método colorimétrico de la reacción producida entre el ácido difenilsulfónico y el hidróxido de sodio y medida a 410 nm de acuerdo con el método estándar (APHA et al. 2005)

### Interpretación de datos

Los datos obtenidos de los experimentos respirométricos obtenidos mediante el software de Presens así como las determinaciones del  $C^*$  y  $K_La$  y se utilizaron para calcular la OUR a lo largo de las 24 horas que duró el experimento respirométrico, posteriormente se efectuó el cálculo del área bajo la curva producida a partir de la integración de la ecuación 2 para cada una de las diluciones observadas en la Tabla 2.

La masa de oxígeno obtenida para la solución B+A00% se sustrajo de la concentración de oxígeno requerida para la solución B+A50% para representar el consumo neto de oxígeno por los organismos heterótrofos. Los valores de área obtenidos fueron utilizados para la construcción de una

linealización que representara el consumo total de oxígeno ( $DBO_{st}$ ) para una muestra dada en función del sustrato (S) observado para cada una de estas.

Por otro lado se realizó la construcción de otras linealizaciones basadas en la dilución de cada una de las muestras con la finalidad de obtener el  $DBO_{st}$  sin la dependencia de la determinación de S. Lo anterior se realizó utilizando el software Graphpad prism 8.

Para el caso de la determinación de la eficiencia de remoción de los componentes nitrogenados por las plantas de tratamiento se calcularon las fracciones del DQO total de acuerdo con lo reportado en (Ekama, Dold, y Marais 1986) a través de la siguiente ecuación.

$$tDQO = cDQO + NOD \quad (4)$$

En donde se subdivide la demanda química de oxígeno total en su parte de tipo carbónacea (cDQO) y la parte correspondiente a los compuestos nitrogenados (NOD). Esto resulta de la evaluación de un modelo de nitrificación de un solo paso de acuerdo con lo reportado por (P. J. Ossenbruggen et al. 1991; Ordaz et al. 2008) donde el valor del NOD esta basado en la siguiente ecuación.

$$NOD = 4.57 * N - NH^4 \quad (5)$$

Por lo anterior, la eficiencia de remoción de amonio a nitrato se realiza basados en la sustracción de los valores obtenidos de NOD en términos de  $g\ O_2\ g^{-1}N$  de la muestra A (a la entrada) y de la muestra (D) a la salida del sedimentador secundario.

## Resultados y Discusión

Determinación del  $DBO_{st}$  mediante microrrespirometría y su comparación con métodos tradicionales.

Se realizaron un total de 26 visitas a las plantas de tratamiento enumeradas en la Tabla 1 de las cuales únicamente se presentan 24 de las mismas. En la siguiente Figura 3 se puede observar un ejemplo de un respirograma a la cual se le determino el área bajo la curva eliminando de estas el área correspondiente al experimento de B+A00%, los experimentos se llevaron a cabo durante 24 horas con la finalidad de agotar el sustrato en cada una de las diluciones y así poder construir las linealizaciones de acuerdo con el método descrito.

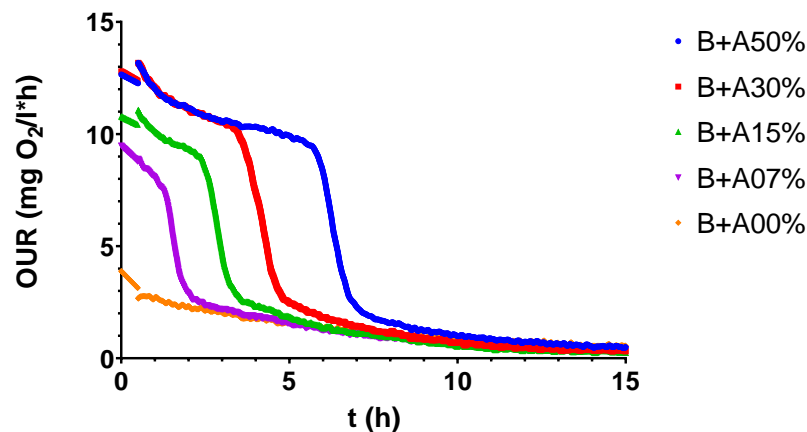


Figura 3 Respirograma correspondiente a la visita 12 a la planta de Chapultepec.

En esta primera aproximación para la determinación del  $DBO_{st}$  se construyeron linealizaciones para todas las plantas, los datos obtenidos son consistentes con lo que se ha reportado (Premanoch 2016; Spanjers y Klapwijk 1993; Saensing y Kanchanatawee 2009), sin embargo después de la revisión bibliográfica se encontraron diferencias en cuanto al tratamiento de las muestras y los lodos de las plantas. En el caso del estudio de (Peter A Vanrolleghem 1994) se filtraron las muestras para determinar el  $DBO_{st}$  y se aclimataron los lodos en un reactor a nivel laboratorio. Asimismo en los estudios de (H. Spanjers y Klapwijk 1991; Spanjers y Klapwijk 1993; Peter A.

Vanrolleghem y Spanjers 1998) utilizan lodos de plantas a nivel piloto o industrial aclimatándolos cierto tiempo o utilizando acetato como sustrato para la determinación del  $DBO_{st}$ . Al mejor de nuestro conocimiento no se realizaron determinaciones en lote utilizando la tecnología de microrrespirometría utilizando lodos de una planta de aguas residuales municipales y con muestras del influente reales sin ningún tipo de adecuación. Un ejemplo de estas linealizaciones se presenta en la siguiente Figura 4, cabe mencionar que los coeficientes de regresión ( $R^2$ ) que presentan son superiores a .8 en todos los casos.

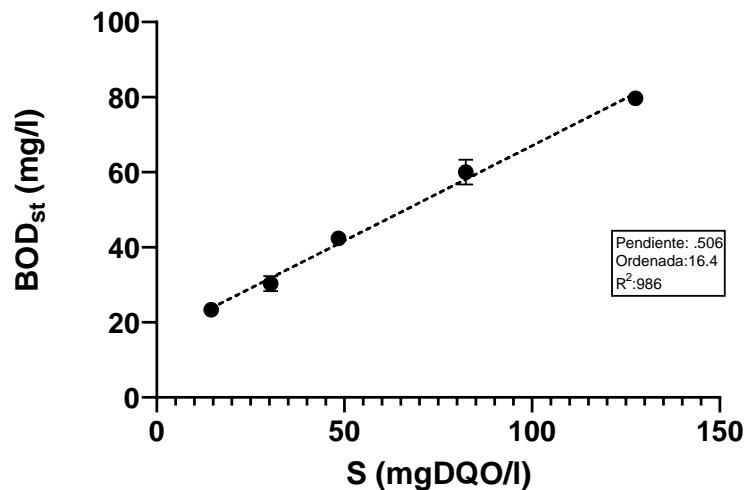


Figura 4 Linealización de las áreas correspondientes a la visita 12 a la planta de Chapultepec.

Para la determinación del  $DBO_{st}$ , además de la construcción de estas linealizaciones se determinó el sustrato entrante a cada una de las plantas (muestra A) la cual fue evaluada en cada una de las ecuaciones obtenidas mediante la regresión y se comparó con el método de  $\Delta DQO$  los resultados obtenidos se pueden observar en la Figura 5.

De estas aproximaciones la comparación del oxígeno consumido por la prueba respirométrica contra la muestra A representó un promedio del 63.11% del oxígeno requerido para toda la muestra. Mientras que la prueba a partir de la  $\Delta DQO$  representó un 68.6%, si bien no existe una relación directa entre la  $DBO_5$  y la  $DBO_{st}$  (Spanjers, H. 1993). La determinación de la  $\Delta DQO$  representó

un parámetro de comparación válido para las muestras obtenidas de las plantas visitadas.

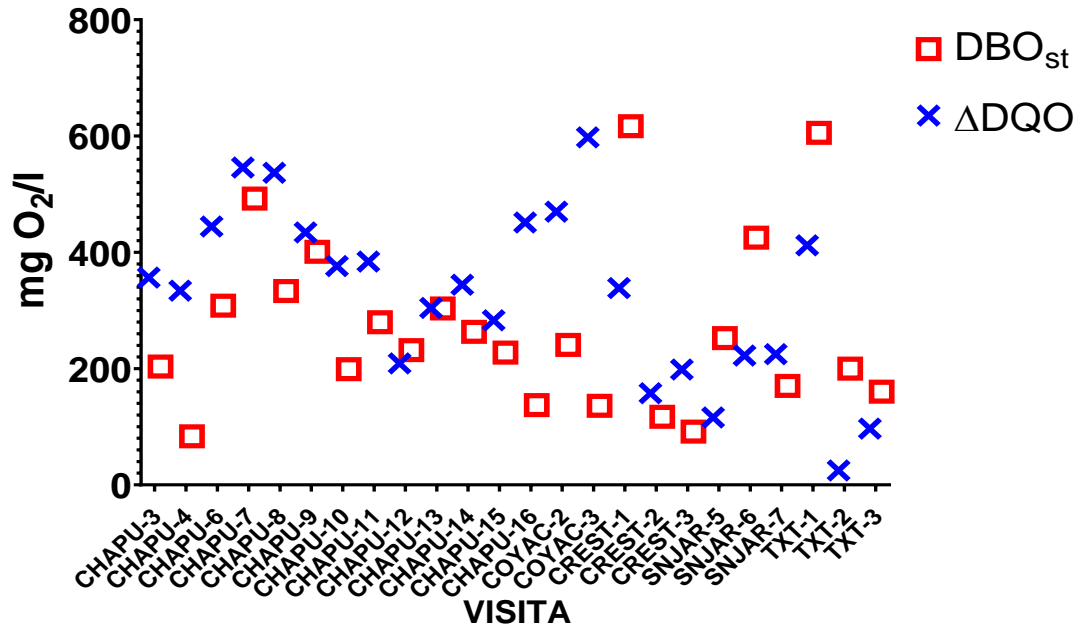


Figura 5 Comparación de las metodologías de  $\Delta DQO$  y  $DBO_{st}$

En una segunda aproximación, y con la finalidad de eliminar la necesidad de la determinación del sustrato en términos de DQO de las linealizaciones para obtener el valor final de  $DBO_{st}$  se realizaron de nuevo las construcciones de estas eliminando el valor correspondiente a la dilución de B+A0%, con la diferencia de que en este ensayo se realizaron en función de la dilución de la muestra A en el sistema. Vanrolleguem en (1994; 2003) realizó ensayos obteniendo resultados similares en cuanto a las regresiones construidas a través de las áreas en función de su dilución a partir de ensayos respirometricos realizados con un respirómetro comercial.

Se agruparon en dos distintos grupos las plantas visitadas, en el primero de estos se consideraron las plantas de Chapultepec, en el segundo se agruparon las demás visitas, posteriormente y una vez que se tuvo la regresión lineal de cada una de las visitas se interpoló para la obtención del  $DBO_{st}$  sin dilución

véase Figura 6. Para el caso de las plantas de Chapultepec (A) el coeficiente de regresión  $R^2$  es superior a .8 en todos los casos mientras que para las otras plantas descritas (B) el menor valor encontrado es de .68 para la visita 6 correspondiente a la planta de San Juan de Aragón

De la Figura 6 se puede observar que la tendencia en las visitas a Chapultepec es casi la misma a través del tiempo, de los resultados obtenidos, se observó un promedio de  $106.58 \pm 23.4$   $\text{mgO}_2/\text{l}$  mientras que para las otras plantas la dispersión fue de  $135.275 \pm 21.83$   $\text{mgO}_2/\text{l}$  siendo mucho más heterogeneas las muestras en su composición si consideramos lo observado en campo en términos de regimen de operación y nivel de operatividad.

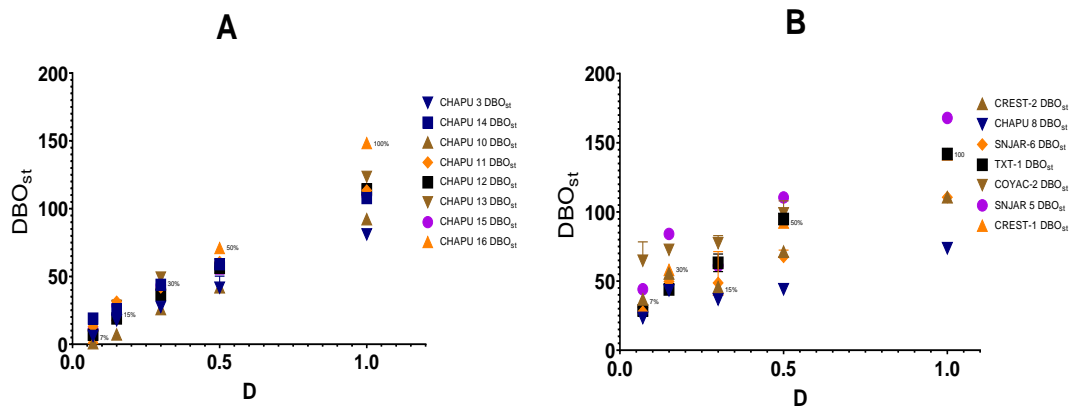


Figura 6 Linealizaciones de las visitas a la PTAR Chapultepec (A) a otras plantas (B)

Si bien este acercamiento da resultados de  $\text{DBO}_{\text{st}}$  menores a los obtenidos de la evaluación mediante la aproximación construida a partir de una concentración de sustrato dada, podemos inferir que el oxígeno calculado a través de este método corresponde a la fracción del sustrato fácilmente biodegradable, tal como lo han reportado (Mathieu 2000; Wentzel, Mbewe, y Ekama 1995; Ekama, Dold, y Marais 1986), métodos para determinar estas fracciones han sido propuestos por estos mismos autores, sin embargo la comparación se escapa del alcance del presente trabajo.

Las diferencias que presenta el método propuesto son (i) el lodo utilizado es un lodo real sin ningún tipo de adecuación (ii) diferentes concentraciones de

sustrato en todo el ensayo (iii) no se requiere un tiempo de adaptación (iv) no requiere de calibraciones (v) se puede utilizar relaciones de S/X de tanto bajas como altas sin comprometer la calidad de los datos (vi) se pueden realizar hasta 24 ensayos diferentes. Sin embargo el uso de una sola dilución y la medición en línea para la muestra presenta ciertas ventajas sobre el método propuesto, siendo la principal de éstas que se reduce aún más el tiempo de determinación del ensayo.

### Determinación predictiva del $DBO_{st}$ a través de la $\Delta DQO$

Para la construcción de estas regresiones se utilizaron los datos obtenidos de la  $\Delta DQO_{1,3,5}$  y su comparación con las masas de oxígeno obtenidas a partir de la evaluación de la muestra (A) en las ecuaciones obtenidas en la determinación inicial de  $DBO_{st}$ .

Estas regresiones fueron realizadas con la información obtenida de las visitas a las plantas de Chapultepec, considerando que fueron las que se comportaron de una manera más estable, a través de las visitas realizadas y los coeficientes de regresión obtenidos de las linealizaciones fueron mayores a .8 para todos los casos tal como se muestra en la Figura 6. Con esta información se realizaron regresiones lineales y polinomiales con la finalidad de observar el comportamiento de obtener una predicción en función de la cantidad de sustrato obtenida, ya sea a partir de la muestra de entrada (A) o de una evaluación posterior a partir de la  $\Delta DQO$  en cualquier día, véase Figura 7. Como se puede observar la linealización de los datos con  $\Delta DQO_{1,3}$  no dieron resultados favorables en términos estadísticos, sin embargo el coeficiente de regresión para la  $\Delta DQO_5$  tanto la lineal como la polinomial fueron suficientes para poder ser utilizadas nuevamente para la evaluación de la muestra A a partir de estas construcciones. Otro parámetro que se considero para validar la regresión fue la suma de los cuadrados, la cual se refiere a la dispersión de los datos de la media aritmética y mientras mas grande sea aunado al coeficiente de regresión son valores para validar las ecuaciones obtenidas.



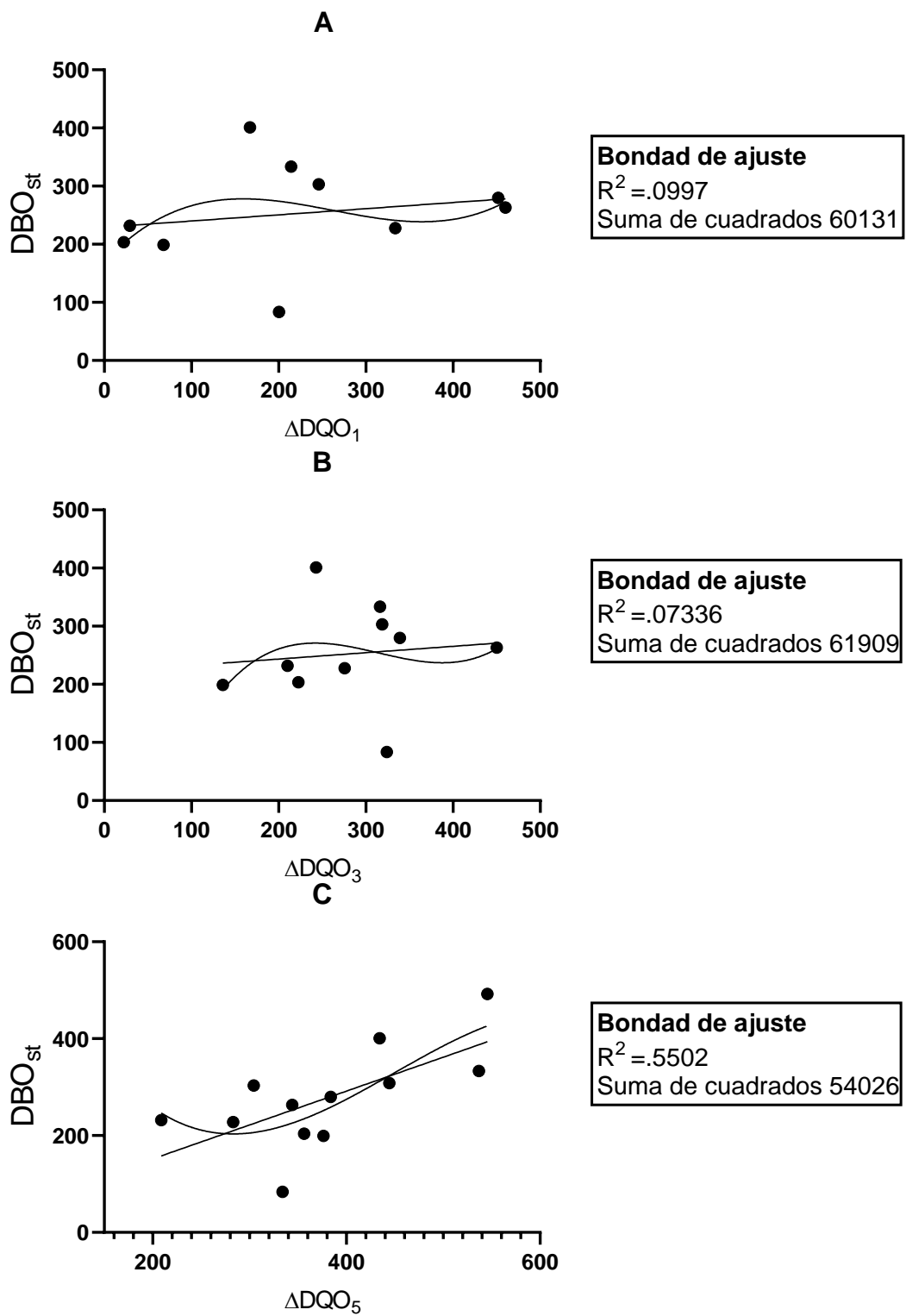


Figura 7 Regresiones lineales y polinomiales de para  $DQO_1$  (A),  $DQO_3$  (B) y  $DQO_5$  (C)

De las ecuaciones obtenidas a partir de las regresiones lineales y polinomiales para el caso de  $\Delta DQO_5$  se volvieron a evaluar la muestra A para cada una de las PTAR obteniendo un promedio del  $73\% \pm 1.5$  del oxígeno total requerido para oxidar toda la muestra y para el caso de la regresión polinomial este aumento hasta un  $83.45\% \pm 9.47$ .

### Ajustes de tasa máxima observada de respiración al modelo de Monod

En estas determinaciones se calculó la  $OUR_{max}$  para cada una de las plantas en función de su dilución. De igual manera que en los puntos anteriores se separaron en dos grupos para su mejor evaluación. Los cuales se pueden observar en la siguiente Figura 8

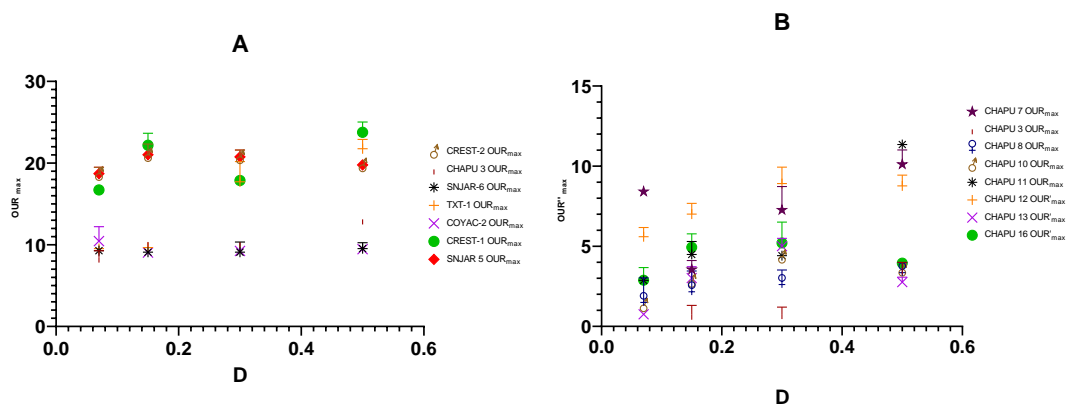


Figura 8  $OUR_{max}$  vs dilución para visitas a otras plantas (A) y las visitas a las plantas de Chapultepec (B)

Para su determinar adecuadamente la tasa máxima de respiración observada el valor correspondiente a  $OUR_{max}$  para la dilución de B+A 0% fue sustraído de las tasas inicialmente obtenidas, esto con la finalidad de obtener únicamente la respiración de los heterótrofos a diluciones.

De ahí se procedió a evaluar un ajuste no lineal con el modelo de Monod para algunas de las PTAR estudiadas las cuales se pueden observar en la siguiente Figura 9. Los coeficientes de regresión para las PTAR presentadas fueron superiores a .7 en todos los casos. Cabe mencionar que este método de análisis es posible utilizarlo para el cálculo de parámetros cinéticos y

estequiométricos a partir de simplificación de modelos ya preexistentes tal como lo reporta (Rodríguez-García, V. 2018).

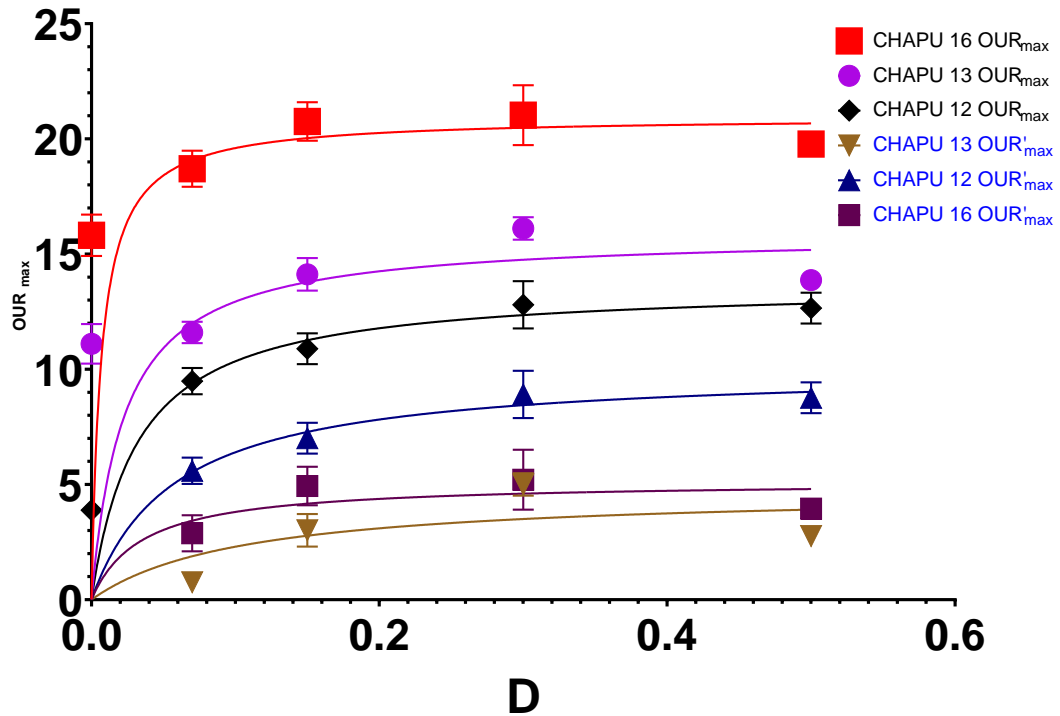


Figura 9 Determinación de OUR max a partir de las diluciones experimentales.

De la figura anterior se pueden discernir dos grupos el primero de ellos es la observada sin sustraer la muestra B+A0%, de lo anterior podemos concluir que no hay una afectación real a la tendencia de los valores cuando se realiza el ajuste no lineal basado en un modelo de Monod. Cabe mencionar que el modelo más utilizado en el campo de aguas residuales es el ASM1 (Activated Sludge Model) el cual es un modelo no estructurado y no segregado, ampliamente basado en el modelo de Monod. Este modelo es de interés para predecir el comportamiento general de una planta de tratamiento de aguas, realizar simulaciones, o diseñar plantas de tratamiento de aguas, sin embargo no es utilizado para caracterizar su operación real (Wade et al. 2016).

### Eficiencia de remoción de compuestos nitrogenados.

Se realizaron un total de 26 visitas a las plantas de tratamiento de las cuales únicamente se presentan 24 de las mismas. Para una mejor comprensión de los procesos de lodos activados fraccionaron el DQO total en sus constituyentes el cDQO que corresponde a los compuestos carbonáceos presentes en la muestra y en NOD que representa a los compuestos nitrogenados (Henze et al. 2015; Eddy y Metcalf 2004).

La determinación de estas fracciones fue realizada de acuerdo al procedimiento descrito por (Ekama, Dold, y Marais 1986) y son presentadas la Figura 10.

Existen diferentes valores reportados para la concentración de amonio a la entrada de las plantas de tratamiento (Stenstrom y Song 1991) reportaron valores de entre 10-50 mg N/L mientras que (Gerardi 2001) obtiene valores de entre 15 y 30 mg N /L y (Poduska y Andrews 1975) de 20-30 mg N/L. Sin embargo el que se considera más preciso es el reportado por (Eddy y Metcalf 2004) 25-50 mg N/L en una producción de 450 L/cápita\*día que es lo que se genera normalmente de agua residual en países en desarrollo. Cabe mencionar que todas las plantas evaluadas entran dentro de este intervalo de valores a la entrada muestra A. La nitrificación es difícil que ocurra en los alcantarillados es por ello por lo que en la mayoría de las plantas los valores de nitrato a la entrada son cercanos a 0 o indetectables para la técnica utilizada (no se muestran los datos).

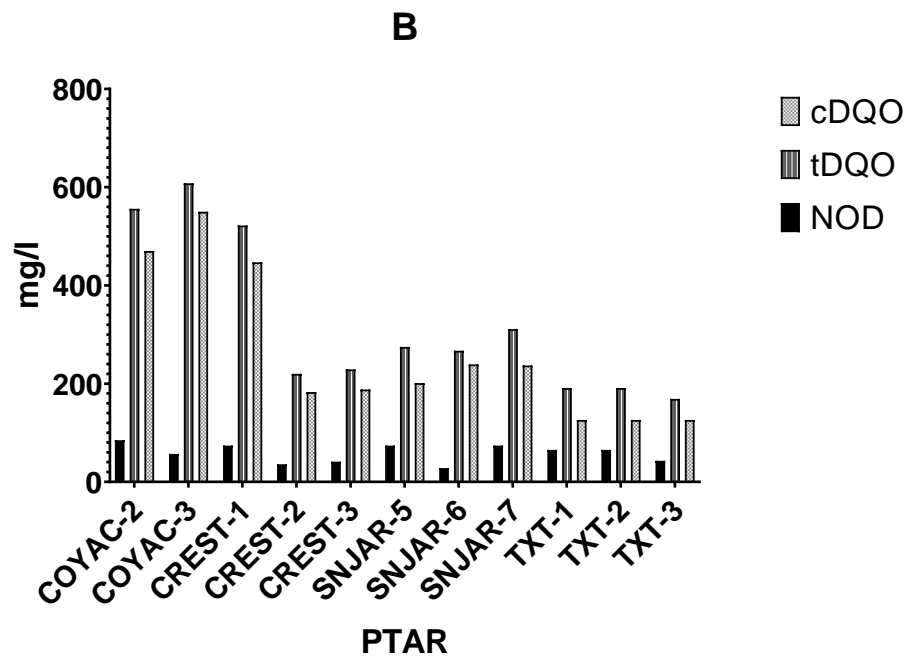
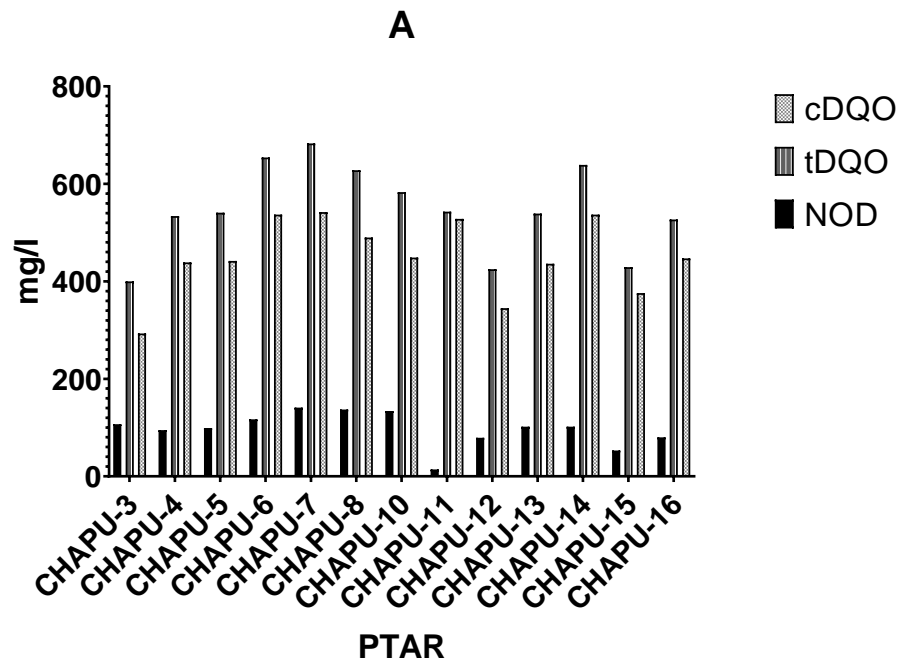


Figura 10 Fracciones de la DQO total para la muestra A en la planta de Chapultepec (A) y las demás plantas (B)

Para poner en términos comparativos los datos de amonio y nitrato obtenidos a partir de la determinación del del NOD las muestras A y D se compararon a través de dos diferentes métodos.

El primero de ellos está basado en un reporte de (Paul J. Ossenbruggen, Spanjers, y Klapwijk 1996) quienes reportan una demanda de oxígeno de 5.21 mgO<sub>2</sub>/mg N en forma de amonio (mg N-NH<sup>4+</sup>) a nitrato (mg N-NO<sub>3</sub>). Este valor reportado es consistente con el que se encuentra en un estudio de Ordaz (2011) en el que se utiliza este mismo valor para la evaluación de parámetros cinéticos. Con la finalidad de realizar un análisis comparativo se tomaron las determinaciones reales de remoción basados en los datos obtenidos en campo, la muestra A y D fueron comparadas en términos de la información proveniente de entrada y de salida de amonio y nitrato en el sistema.

Se agruparon las visitas a la planta de Chapultepec las cuales se pueden observar en la siguiente figura.

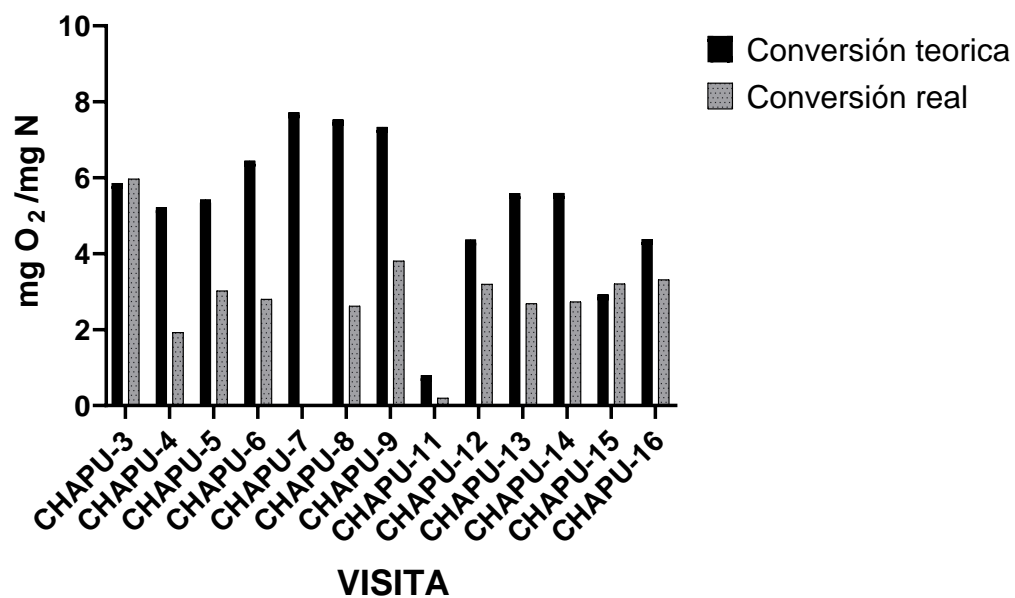


Figura 11 Conversiones reales y teóricas en las visitas realizadas a la planta de Chapultepec.

Se puede concluir de la figura anterior que los valores de conversión teórica distan manera importante, si consideramos que los valores teóricos se encuentran entre 2-6 mg O<sub>2</sub>/mg N y los reales se encuentran en su mayoría en un intervalo de 0 a 3 g O<sub>2</sub>/mg N de los observados en la planta realmente con lo que se puede concluir que no hubo un proceso de nitrificación constante en las visitas realizadas a la planta mencionada. Lo cual no es consistente con

la operación de la planta, ya que se observó durante las visitas que se contaba parámetros de operación constantes y un régimen de operación adecuado.

Asimismo, se agruparon las demás visitas a las plantas tal como se observa en la Figura 12.

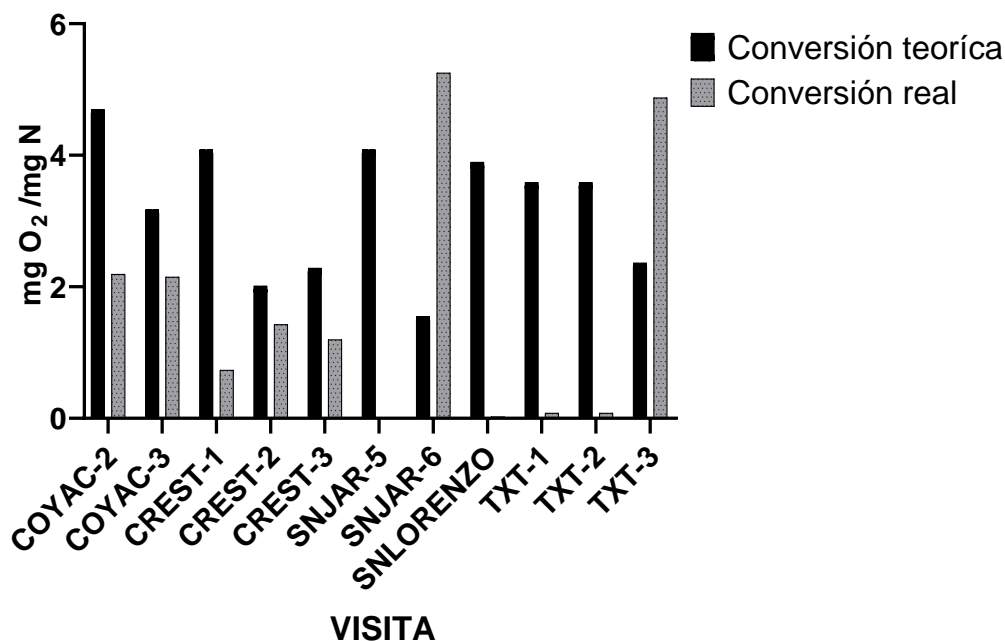


Figura 12 Conversiones reales y teóricas en las visitas realizadas a diferentes plantas de la Ciudad de México

En estas plantas no se observó un régimen de operación adecuado a excepción de la planta de Coyoacán (COYAC) en la cual si se cuenta una conversión a nitrato constante en las visitas realizadas aún cuando la fueron con mucha distancia con respecto al tiempo. En el caso de la planta de Cerro de la Estrella (CREST) una variable a tomar en cuenta fueron las altas concentraciones de biomasa en el proceso mientras que para el caso de San Juan de Aragón (SNJAR) y Tlaxiátemalco (TXT) las condiciones de baja concentración de entrada de carga orgánica y los bajos tiempos de retención hidráulicos limitaron el proceso de nitrificación.

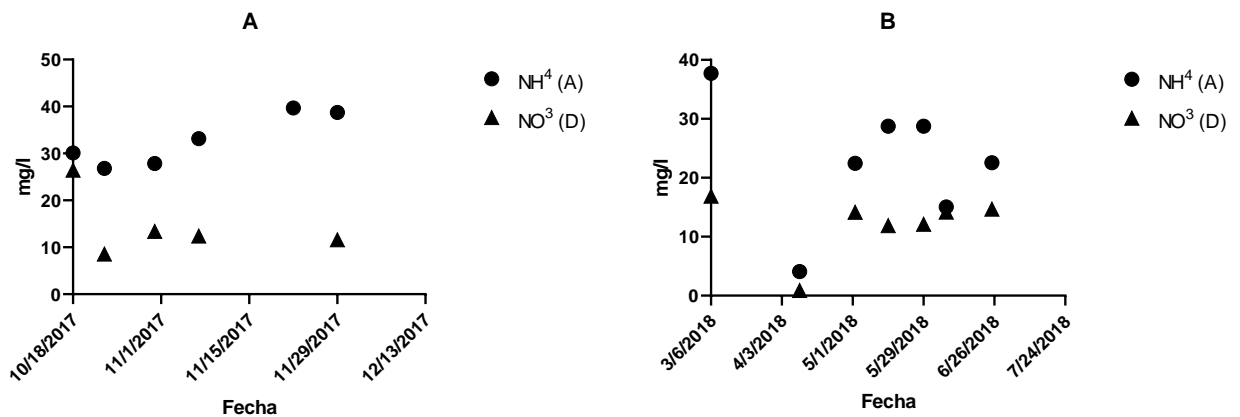
Las plantas estudiadas presentan un comportamiento del proceso de nitrificación acorde con lo reportado en literatura ya que se encuentran valores





La casi nula presencia de amonio en la muestra D se explica ya que se consideró un modelo de un solo paso para la nitrificación, las conversiones a intermediarios como el nitrito o la hidroxilamina no fueron tomados en cuenta (Paul J. Ossenbruggen, Spanjers, y Klapwik 1996). Así mismo (Kampschreur et al. 2008) menciona que para los procesos de nitrificación existe una emisión de oxido nítrico y nitroso en plantas de tratamiento a escala real cuando existe un proceso de oxidación del amonio constante llega a representar hasta el 3% en un balance global, esto vuelve mucho más compleja la dinámica del proceso de nitrificación.

En el caso de las concentraciones de nitrato en el efluente de la planta de Chapultepec se realizó una serie de tiempo de todas las plantas la cual se puede observar en la Figura 15



En la Figura 15 se observan que las concentraciones de amonio se mantienen dentro de los intervalos reportados en literatura, asimismo se presenta una concentración de nitrato mayor a <10 mg/l que va acorde a lo reportado por (Gerardi 2001; Ciudad et al. 2005).

## **Conclusiones y Perspectivas.**

En el presente trabajo se desarrollaron tres diferentes ensayos para la medición del  $\text{DBO}_{\text{st}}$  y su comparación con las técnicas tradicionales. Las determinaciones obtenidas nos permitieron observar aproximaciones reales, en un principio para la oxidación de la muestra en función del sustrato.

Adicionalmente se propuso la modificación del método a través de la interpolación construida a partir de una serie de diluciones, lo cual elimina la necesidad de una prueba de determinación de sustrato cualquiera que sea el caso. Lo que nos permite utilizar diferentes relaciones sustrato/biomasa condiciones limitantes en los antiguos métodos reportados en bibliografía.

Por otro lado, se planteó una serie de interpolaciones con base en los datos obtenidos en las PTAR, lo anterior para garantizar la reproducibilidad e integridad de los datos obtenidos, esto permitiría la posibilidad de retroalimentarlas y hacer más robusto el método de determinación del  $\text{DBO}_{\text{st}}$  para una planta determinada.

Si bien existen una serie de modelos para la determinación de parámetros cinéticos y estequiométricos en sistemas de aguas residuales, se encontró que la simplificación a un modelo no estructurado y no segregado es factible como un primer paso para la caracterización de los procesos reales en la planta.

Si bien el método propuesto había sido previamente descrito, se considera que metodológicamente se sienta un precedente, ya que nunca se había aplicado utilizando técnicas de respirometría de pulso bajo las condiciones características reales de la planta.

Del análisis de la remoción de nitrógeno se puede concluir que las plantas de tratamiento analizadas cumplen en su mayoría con lo reportado en literatura, las variables de operación son un factor determinante para la remoción del nitrógeno.

En cuanto a las perspectivas de este trabajo a través de estas mediciones sería posible controlar variables de operación importantes en el proceso de

lodos activados como son (i) tener una óptima concentración de biomasa (ii) tratar la máxima cantidad de agua residual en cada uno de los reactores con la mínima cantidad de aireación (iii) A la par de hacer más eficiente la aireación se podría garantizar que cumpla con los estándares (iv) Controlar la tasa de respiración actual a través del flujo del influente (v) La respiración medida a través del  $DBO_{st}$  informaría al operador el desempeño del proceso.

Por otro lado, en cuanto a la remoción de nitrógeno se refiere, para mejorar la eficiencia de remoción de nitrógeno total, variables de operación como el tiempo de residencia de los lodos y las tasas de recirculación son vitales para aumentar la remoción de una PTAR convencional. Determinaciones como la tasa de consumo de amonio (AUR) puede servir como un análogo de la OUR para organismos autótrofos y con ello mejorar la eficiencia de remoción a través de un análisis combinado de ambas tasas en el sistema.

## Bibliografía

- APHA, L.S. Clesceri, A.D. Eaton, M.A.H. Franson, E.W. Rice, A.E. Greenberg, American Water Works Association, y Water Environment Federation. 2005. *Standard Methods for the Examination of Water & Wastewater*. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association. <https://books.google.com.mx/books?id=buTn1rmfSI4C>.
- Ciudad, G., O. Rubilar, P. Muñoz, G. Ruiz, R. Chamy, C. Vergara, y D. Jeison. 2005. «Partial Nitrification of High Ammonia Concentration Wastewater as a Part of a Shortcut Biological Nitrogen Removal Process». *Process Biochemistry* 40 (5): 1715-19. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2004.06.058>.
- CONAGUA, IPN, y CIIEMAD. 2014. «Diagnóstico de las plantas de tratamiento de aguas residuales municipales mayores de 100 l/s y determinación de estrategias y criterios para mantener en operación la infraestructura de tratamiento». Comisión Nacional del Agua.
- CONAGUA, y SEMARNAT. 2015. «Inventario Nacional de Plantas Municipales de Potabilización y de Tratamiento de Aguas Residuales en Operación.» México: Comisión Nacional del Agua.
- CONAGUA, 2016. «Inventario Nacional de Plantas Municipales de Potabilización y de Tratamiento de Aguas Residuales en Operación.» México: Comisión Nacional del Agua.
- CONAGUA, SEMARNAT. 2016. «Situación del Subsector Agua Potable, Drenaje y Saneamiento». Comisión Nacional del Agua.
- Eddy, y Metcalf. 2004. *Wastewater Engineering - Treatment and Reuse (4th edition)*. <http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=C3E4AE5FDC0BC8E729BAE91DD57C7C30>.
- Ekama, G. A., P. L. Dold, y G v. R. Marais. 1986. «Procedures for Determining Influent COD Fractions and the Maximum Specific Growth Rate of Heterotrophs in Activated Sludge Systems». *Water Science and Technology* 18 (6): 91-114. <https://doi.org/10.2166/wst.1986.0062>.
- EPA. 1971. «A Quick Biochemical Oxygen Demand Test». University of California.
- Esquivel-Rios, Ivonne, Rocio Ramirez-Vargas, Gabriel R. Hernandez-Martinez, Miguel Vital-Jacome, Alberto Ordaz, y Frederic Thalasso. 2014. «A microrespirometric method for the determination of stoichiometric and kinetic parameters of heterotrophic and autotrophic cultures». *Biochemical Engineering Journal* 83 (febrero): 70-78. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2013.12.006>.

- Gerardi, Michael H. 2001. *Nitrification in the Activated Sludge Process*. 3.<sup>a</sup> ed. Wastewater Microbiology. Wiley & Sons. <http://gen.lib.rus.ec/book/index.php?md5=4296D0EB7B3E6998FCA48DDAC6A0E7DB>.
- Henze, M., M. C. M. van Loosdrecht, G. A. Ekama, y D. Brdjanovic. 2015. «Biological Wastewater Treatment: Principles, Modelling and Design». *Water Intelligence Online* 7 (0): 9781780401867-9781780401867. <https://doi.org/10.2166/9781780401867>.
- Kampschreur, Marlies J., Nico C. G. Tan, Robbert Kleerebezem, Cristian Picioreanu, Mike S. M. Jetten, y Mark C. M. van Loosdrecht. 2008. «Effect of Dynamic Process Conditions on Nitrogen Oxides Emission from a Nitrifying Culture». *Environmental Science & Technology* 42 (2): 429-35. <https://doi.org/10.1021/es071667p>.
- Le Bonté, S., M. N. Pons, O. Potier, C. Plançon, A. Alinsafi, y A. Benhammou. 2005. «Detection of Toxic Pollution in Waste Water by Short-Term Respirometry». En *Environmental Chemistry: Green Chemistry and Pollutants in Ecosystems*, editado por Eric Lichtfouse, Jan Schwarzbauer, y Didier Robert, 681-90. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. [https://doi.org/10.1007/3-540-26531-7\\_62](https://doi.org/10.1007/3-540-26531-7_62).
- Loosdrecht, M.C.M. van, P.H. Nielsen, C.M. Lopez-Vazquez, y D. Brdjanovic. 2016. *Experimental Methods in Wastewater Treatment*. IWA Publishing. <https://books.google.com.mx/books?id=k6rQDAAAQBAJ>.
- Mathieu, S. 2000. «Estimation of Wastewater Biodegradable COD Fractions by Combining Respirometric Experiments in Various So/Xo Ratios». *Water Research* 34 (4): 1233-46. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(99\)00241-9](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(99)00241-9).
- Oliveira, Catarina S., Alberto Ordaz, Eugénio C. Ferreira, Madalena Alves, y Frédéric Thalasso. 2011. «In situ pulse respirometric methods for the estimation of kinetic and stoichiometric parameters in aerobic microbial communities». *Biochemical Engineering Journal* 58–59 (diciembre): 12-19. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.08.001>.
- Ordaz, Alberto, Catarina S. Oliveira, Ricardo Aguilar, Manuel Carrión, Eugénio C. Ferreira, Madalena Alves, y Frédéric Thalasso. 2008. «Kinetic and Stoichiometric Parameters Estimation in a Nitrifying Bubble Column through “in-Situ” Pulse Respirometry». *Biotechnology and Bioengineering* 100 (1): 94-102. <https://doi.org/10.1002/bit.21723>.
- Ordaz, Alberto, Catarina S. Oliveira, Joel Alba, Manuel Carrión, y Frédéric Thalasso. 2011. «Determination of Apparent Kinetic and Stoichiometric Parameters in a Nitrifying Fixed-Bed Reactor by in Situ Pulse Respirometry». *Biochemical Engineering Journal* 55 (2): 123-30. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.03.015>.

- Ossenbruggen, P. J., H. Spanjers, H. Aspegren, y A. Klapwijk. 1991. «Designing Experiments for Model Identification of the Nitrification Process». *Water Science and Technology; London* 24 (6): 9-16.
- Ossenbruggen, Paul J., Henri Spanjers, y Abraham Klapwijk. 1996. «Assessment of a two-step nitrification model for activated sludge». *Water Research* 30 (4): 939-53. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(95\)00236-7](https://doi.org/10.1016/0043-1354(95)00236-7).
- Poduska, Richard A., y John F. Andrews. 1975. «Dynamics of Nitrification in the Activated Sludge Process». *Journal (Water Pollution Control Federation)* 47 (11): 2599-2619.
- Premanoch, Piyarat. 2016. «Short-Term Biochemical Oxygen Demand (BODst) Estimation Using an Oxygen Uptake Rate Measurement Method». En *2016 Management and Innovation Technology International Conference (MITicon)*, MIT-18-MIT-21. Bang-San, chonburi, Thailand: IEEE. <https://doi.org/10.1109/MITICON.2016.8025257>.
- Ramirez-Vargas, Rocio, Miguel Vital-Jacome, Enrique Camacho-Perez, Loe Hubbard, y Frederic Thalasso. 2014. «Characterization of Oxygen Transfer in a 24-Well Microbioreactor System and Potential Respirometric Applications». *Journal of Biotechnology* 186 (septiembre): 58-65. <https://doi.org/10.1016/j.jbiotec.2014.06.031>.
- Riefler, R. Guy, David P. Ahlfeld, y Barth F. Smets. 1998. «Respirometric Assay for Biofilm Kinetics Estimation: Parameter Identifiability and Retrievability». *Biotechnology and Bioengineering* 57 (1): 35-45. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0290\(19980105\)57:1<35::AID-BIT5>3.0.CO;2-W](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0290(19980105)57:1<35::AID-BIT5>3.0.CO;2-W).
- Rodríguez-García, V. 2018. «Variación espacio-temporal de los parámetros cinéticos en procesos de tratamiento de aguas residuales». CINVESTAV-IPN.
- Saensing, Patikorn, y Sunthorn Kanchanatawee. 2009. «DEVELOPMENT OF COMBINED ULTIMATE HYBRID RESPIROMETER-TITRATE METER TO ESTIMATE KINETIC PARAMETERS OF ACTIVATED SLUDGE» 16 (3): 14.
- Spanjers, H., y A. Klapwijk. 1991. «Continuous Estimation of Short Term Oxygen Demand from Respiration Measurements». *Water Science and Technology* 24 (7): 29.
- Spanjers, Henri, y Abraham Klapwijk. 1990. «ON-LINE METER FOR RESPIRATION RATE AND SHORT-TERM BIOCHEMICAL OXYGEN DEMAND IN THE CONTROL OF THE ACTIVATED SLUDGE PROCESS». En *Instrumentation, Control and Automation of Water and*

- Wastewater Treatment and Transport Systems*, 67-77. Elsevier.  
<https://doi.org/10.1016/B978-0-08-040776-0.50012-3>.
- Spanjers, Henri, y Peter Vanrolleghem. 1995. «Respirometry as a tool for rapid characterization of wastewater and activated sludge». *Water Science and Technology* 31 (2): 105–114.
- Spanjers, y Abraham Klapwijk. 1993. «Determining Influent Short-Term Biochemical Oxygen Demand by Combined Respirometry and Estimation». *Water Science and Technology* 28 (11-12): 401-14.  
<https://doi.org/10.2166/wst.1993.0680>.
- Spanjers, H. 1993. «Respirometry in Activated Sludge». Wageningen, the Netherlands: Wageningen Agricultural University.
- Stenstrom, Michael K, y Stephen S Song. 1991. «Effects of Oxygen Transport Limitation on Nitrification in the Activated Sludge Process» 63 (3): 12.
- Van Hulle, Stijn W.H., Helge J.P. Vandeweyer, Boudewijn D. Meesschaert, Peter A. Vanrolleghem, Pascal Dejans, y Ann Dumoulin. 2010. «Engineering aspects and practical application of autotrophic nitrogen removal from nitrogen rich streams». *Chemical Engineering Journal* 162 (1): 1-20. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.05.037>.
- Vanrolleghem, P.A., y D.S. Lee. 2003. «On-Line Monitoring Equipment for Wastewater Treatment Processes: State of the Art». *Water Science and Technology* 47 (2): 1-34. <https://doi.org/10.2166/wst.2003.0074>.
- Vanrolleghem, Peter A. 1994. «Comparison of Two Respirometric Principles for the Determination of Short-Term Biochemical Oxygen Demand», 12.
- Vanrolleghem, Peter A., Zaide Kong, Guido Rombouts, y Willy Verstraete. 1994. «An On-Line Respirographic Biosensor for the Characterization of Load and Toxicity of Wastewaters». *Journal of Chemical Technology AND Biotechnology* 59 (4): 321-33.  
<https://doi.org/10.1002/jctb.280590403>.
- Vanrolleghem, Peter A., y Henri Spanjers. 1998. «A hybrid respirometric method for more reliable assessment of activated sludge model parameter». *Instrumentation, Control and Automation of Water and Wastewater Treatment and Transport Systems 1997* 37 (12): 237-46.  
[https://doi.org/10.1016/S0273-1223\(98\)00338-2](https://doi.org/10.1016/S0273-1223(98)00338-2).
- Vital-Jacome, Miguel, Germán Buitrón, Ivan Moreno-Andrade, Victor Garcia-Rea, y Frederic Thalasso. 2016. «Microrespirometric determination of the effectiveness factor and biodegradation kinetics of aerobic granules degrading 4-chlorophenol as the sole carbon source». *Journal of Hazardous Materials* 313 (agosto): 112-21.  
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2016.02.077>.

- Wade, M.J., J. Harmand, B. Benyahia, T. Bouchez, S. Chaillou, B. Cloez, J.-J. Godon, et al. 2016. «Perspectives in Mathematical Modelling for Microbial Ecology». *Ecological Modelling* 321 (febrero): 64-74. <https://doi.org/10.1016/j.ecolmodel.2015.11.002>.
- Wentzel, M.C., A Mbewe, y George Ekama. 1995. *Batch test for measurement of readily biodegradable COD and active organism concentrations in municipal waste waters*. Vol. 21.