

ANEXOS
PROPUESTA DE AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA
DE BIODEGRADACIÓN ANAEROBIA
DEL LABORATORIO DE BIOTECNOLOGIA DE LA
UNIVERSIDAD DEL CAUCA



Paola Marcela Certuche Muñoz
Daniel Eduardo Melo Ruiz

Universidad del Cauca
Facultad de Ingeniería Electrónica y Telecomunicaciones
Departamento de Electrónica, Instrumentación y Control
Ingeniería en Automática Industrial
Popayán, 2015

ANEXOS
PROPUESTA DE AUTOMATIZACIÓN DEL SISTEMA
DE BIODEGRADACIÓN ANAEROBIA
DEL LABORATORIO DE BIOTECNOLOGIA DE LA
UNIVERSIDAD DEL CAUCA



Paola Marcela Certuche Muñoz
Daniel Eduardo Melo Ruiz

Director: Mg. Juan Fernando Flórez Marulanda.

Universidad del Cauca
Facultad de Ingeniería Electrónica y Telecomunicaciones
Departamento de Electrónica, Instrumentación y Control
Ingeniería en Automática Industrial
Popayán, 2015

TABLA DE CONTENIDO

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | ANEXO..... | 3 |
| 2 | ANEXO..... | 5 |
| 3 | ANEXO..... | 7 |
| 3.1 | PREPARACIÓN DE INÓCULO | 8 |
| 3.1.1 | Formulación de FORSU | 8 |
| 3.1.2 | Caracterización de FORSU..... | 8 |
| 3.1.3 | Acondicionamiento del Inóculo..... | 9 |
| 3.1.4 | Caracterización del inóculo | 10 |
| 3.2 | ENSAYO DE BIODEGRADACIÓN | 10 |
| 3.2.1 | Materiales de prueba..... | 11 |
| 3.2.2 | Caracterización de los materiales de Prueba..... | 11 |
| 3.2.3 | Ensayo de biodegradación anaerobia | 11 |
| 3.3 | PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN | 13 |
| 3.3.1 | Determinación de humedad | 13 |
| 3.3.2 | Prueba de determinación de sólidos fijos y sólidos volátiles totales 14 | |
| 3.3.3 | Determinación de sólidos volátiles | 15 |
| 3.3.4 | Prueba de cuantificación del carbono total oxidable | 16 |
| 3.3.5 | Prueba de determinación de nitrógeno total (método Kjeldahl)..... | 17 |
| 3.3.6 | Procedimiento para el control de pH en el biodigestor anaerobio . | 19 |
| 3.3.7 | Medición de pH | 20 |
| 3.4 | CALIBRACIÓN | 20 |
| 3.4.1 | Calibración del pH metro..... | 20 |
| 3.4.2 | Calibración del sensor de metano..... | 20 |
| 3.5 | PROCESO DE LIMPIEZA Y DESINFECCIÓN | 20 |
| 3.6 | VARIABLES DE PROCESO BATACS INICIAL | 21 |
| | Variables intrínsecas | 21 |
| | Variables extrínsecas | 21 |
| | Variables monitoreadas..... | 22 |
| | Variables derivadas..... | 22 |
| 4 | ANEXO..... | 25 |
| 4.1 | PROCEDIMIENTO BATACS DE LA NUEVA CÉLULA DE PROCESO 25 | |
| 4.1.1 | Etapas de Preparación de FORSU | 25 |
| 4.1.2 | Etapas de Preparación de Inóculo | 27 |

| | | |
|--------|--|----|
| 4.1.3 | Etapa de Ensayo de Biodegradación | 30 |
| 4.1.4 | Pruebas de Caracterización | 37 |
| 4.2 | PROCEDIMIENTO DE MANEJO DE LOS RESIDUOS | 46 |
| 4.3 | IMPLEMENTOS DE SEGURIDAD INDUSTRIAL | 50 |
| 4.4 | ESTACIÓN DE ALMACENAMIENTO DE MATERIALES Y RESIDUOS 51 | |
| 4.5 | EQUIPOS DE RESPALDO ENERGÉTICO | 53 |
| 4.6 | EQUIPOS DE SEGURIDAD | 53 |
| 4.7 | PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN DE SENSORES..... | 54 |
| 4.7.1 | Calibración del sensor de pH | 54 |
| 4.7.2 | Calibración de Pt 100 | 54 |
| 4.8 | PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA | 55 |
| 4.9 | DIAGRAMAS PFD y P&ID | 55 |
| 4.9.1 | PFD preparación de FORSU..... | 55 |
| 4.9.2 | PFD preparación de inóculo..... | 58 |
| 4.9.3 | PFD caracterización FORSU_TSTH/INO..... | 58 |
| 4.9.4 | P&ID unidad de preparación de inóculo..... | 59 |
| 4.9.5 | PFD preparación y cuantificación de réplicas de materiales de prueba 60 | |
| 4.9.6 | P&ID Mufla | 61 |
| 4.9.7 | PFD de caracterización de materiales de prueba | 62 |
| 4.9.8 | PFD pos fermentación de inóculo | 62 |
| 4.9.9 | PFD caracterización de inóculo post fermentado..... | 63 |
| 4.9.10 | P&ID módulo equipo horno de secado y horno de secado grande 63 | |
| 4.9.11 | PFD ensayo de biodegradación..... | 64 |
| 4.9.12 | P&ID unidad ensayo de biodegradación..... | 64 |
| 4.9.13 | PFD del procedimiento general de preparación de muestras FORSU_TSTH/INO, INO_MEZC e INO_MEZC y mezcla degradada | 65 |
| 4.9.14 | PFD prueba de densidad | 68 |
| 4.9.15 | PFD pruebas de cuantificación de humedad, sólidos totales, sólidos volátiles y sólidos fijos..... | 68 |
| 4.9.16 | PFD prueba de alcalinidad..... | 69 |
| 4.10 | INSPECCIÓN VISUAL DE LA CÉLULA DE HIDRÓLISIS..... | 70 |
| 4.11 | VARIABLES DE NUEVO PROCESO BATACS..... | 72 |
| 4.12 | CURSOGRAMA ANALÍTICO ENSAYO BATACS | 80 |
| 5 | ANEXO..... | 83 |

| | | |
|-----|---|-----|
| 6 | ANEXO..... | 84 |
| 6.1 | EQUIPOS UNIDAD PREPARACIÓN DE FORSU | 84 |
| | Equipos unidad preparación de inóculo..... | 85 |
| 6.2 | EQUIPOS UNIDAD DE ENSAYO DE BIODEGRADACIÓN | 87 |
| 6.3 | EQUIPOS UNIDAD DE CARACTERIZACIÓN..... | 89 |
| 6.4 | ESTACIÓN DE ALMACENAMIENTO DE MATERIAS PRIMAS, REACTIVOS Y RESIDUOS..... | 95 |
| 6.5 | EQUIPOS DE SEGURIDAD INDUSTRIAL..... | 96 |
| 6.6 | EQUIPOS DE RESPALDO ENERGÉTICO | 97 |
| 6.7 | EQUIPOS REQUERIDOS PARA MONITOREO Y REPORTE..... | 97 |
| 7 | ANEXO..... | 99 |
| 7.1 | INVERSIONES FIJAS..... | 99 |
| 7.2 | COSTEO MATERIA PRIMA E INSUMOS PARA ENSAYO BATACS Y PRUEBAS | 101 |
| 7.3 | COSTO DE SERVICIOS DE PRUEBAS EXTERNAS | 102 |
| 7.4 | COSTOS MANO DE OBRA DIRECTA | 102 |
| 7.5 | COSTOS CONSUMO ENERGÍA ELÉCTRICA..... | 103 |
| 8 | BIBLIOGRAFÍA | 105 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1. Forma correcta de ubicar la muestra sólida en el plato | 13 |
| Figura 2. Forma correcta de ubicar la muestra líquida en el plato | 14 |
| Figura 3. . Tecla para fijar la temperatura deseada | 14 |
| Figura 4. Display del medidor de humedad | 14 |
| Figura 5. Equipo de destilación Kjeldahl | 18 |
| Figura 6. Esquema para la toma una muestra de FORSU_TSTH/INO..... | 44 |
| Figura 7. Esquema para la preparación de las muestras de FORSU_TSTH/INO | 46 |
| Figura 8. Envasado de residuos químicos | 46 |
| Figura 9. Calibración del sensor Pt 100 | 55 |
| Figura 10. PFD preparación de FORSU | 57 |
| Figura 11. PFD preparación de inoculo | 58 |
| Figura 12. PFD, caracterización FORSU_TSTH/INO | 59 |
| Figura 13. P&ID, preparación de inoculo | 60 |
| Figura 14. PFD preparación y cuantificación de réplicas de materiales de prueba..... | 61 |
| Figura 15.P&ID Mufla..... | 61 |
| Figura 16. PFD de caracterización materiales de prueba | 62 |
| Figura 17. PFD post fermentación de Inoculo..... | 62 |
| Figura 18.PFD, caracterización inoculo pos fermentado (INO_CRUDO_POS) | 63 |
| Figura 19. P&ID, Horno de secado y horno de secado grande..... | 63 |
| Figura 20. PFD, ensayo de biodegradación..... | 66 |
| Figura 21.P&ID, ensayo de biodegradación | 67 |
| Figura 22. PFD procedimiento general de preparación de muestras FORSU_TSTH/INO, INO_MEZC e INO_MEZC y mezcla degradada..... | 67 |
| Figura 23.PFD prueba de densidad | 68 |
| Figura 24. PFD, caracterización: prueba de cuantificación de humedad, sólidos totales, sólidos volátiles y sólidos fijos | 69 |
| Figura 25. PFD prueba de Alcalinidad | 70 |

LISTA DE CUADROS

| | |
|--|----|
| Cuadro 1. Comparación de estándares de biodegradación ASTM, CEN e ISO .3 | |
| Cuadro 2. Comparación entre equipos de biodegradación aeróbicas comerciales Umic Lab I, ISO 14852 y Umic Lab2..... | 5 |
| Cuadro 3. Comparación entre equipos de biodegradación anaeróbicas comerciales Umic Lab3 On line, Ampts II y Biogas Batch Fermentation System6 | |
| Cuadro 4. Frecuencias medición de volumen y composición de gas parámetros de caracterización..... | 28 |
| Cuadro 5. Valores de referencia para las pruebas de caracterización del inóculo anaerobio..... | 28 |
| Cuadro 6. Valores de referencia y comportamiento general de cada uno de los parámetros de caracterización en el proceso de biodegradación anaerobia | 29 |
| Cuadro 7. Segregación de residuos químicos, teniendo en cuenta sus características químicas | 47 |
| Cuadro 8. Segregación de residuos químicos recuperables..... | 48 |
| Cuadro 9. Almacenamiento y disposición final de residuos generados en la célula de proceso BATACS nueva..... | 49 |
| Cuadro 10. Almacenamiento de materias primas de la nueva célula de proceso BATACS | 52 |
| Cuadro 11. Almacenamiento de reactivos de la nueva célula de proceso BATACS | 52 |
| Cuadro 12. Almacenamiento de productos en proceso de la nueva célula de proceso BATACS..... | 53 |
| Cuadro 13. Equipos de respaldo energético..... | 53 |
| Cuadro 14. Equipos de seguridad..... | 54 |
| Cuadro 15. Estado de equipos y elementos de la planta de hidrólisis..... | 71 |
| Cuadro 16. Especificación de variables de la etapa de preparación de FORSU y de inóculo | 73 |
| Cuadro 17. Especificación de variables de la etapa ensayo de biodegradación | 75 |
| Cuadro 18. Especificación de variables de prueba densidad | 78 |
| Cuadro 19. Especificación de variables de pruebas: humedad y sólidos totales | 78 |
| Cuadro 20. Especificación de variables de prueba sólidos volátiles | 78 |
| Cuadro 21. Especificación de variables de prueba alcalinidad | 79 |
| Cuadro 22. Especificación de variables de prueba pH | 79 |
| Cuadro 23. Cursograma analítico Ensayo BATACS | 80 |
| Cuadro 24. Equipos Unidad de preparación de FORSU..... | 84 |
| Cuadro 25. Equipos Unidad de preparación de inóculo..... | 86 |
| Cuadro 26. Equipos unidad de ensayo de biodegradación anaerobia..... | 88 |
| Cuadro 27. Módulo equipo extracción de muestra..... | 90 |
| Cuadro 28. Módulo equipo de preparación de muestra | 91 |
| Cuadro 29. Módulo equipo de la prueba de densidad | 91 |
| Cuadro 30. Módulo equipo de las pruebas humedad, sólidos totales y volátiles | 92 |
| Cuadro 31. Equipos de la unidad de prueba alcalinidad..... | 93 |

| | |
|--|-----|
| Cuadro 32. Equipos de la unidad de prueba pH | 94 |
| Cuadro 33. Estación de almacenamiento de materias primas, reactivos y residuos | 95 |
| Cuadro 34. Equipos de seguridad industrial de la nueva célula de proceso BATACS | 96 |
| Cuadro 35. Equipos para monitoreo y reportes | 98 |
| Cuadro 36. Precios de equipos preparación inóculo y ensayo de biodegradación | 99 |
| Cuadro 37. Precios equipos estación de almacenamiento | 99 |
| Cuadro 38. Precios equipos de seguridad industrial..... | 100 |
| Cuadro 39. Precios equipos de respaldo energético | 100 |
| Cuadro 40. Precio equipos de monitoreo y reportes..... | 100 |
| Cuadro 41. Resumen de inversiones fijas en equipos requeridos | 100 |
| Cuadro 42. Costo unitario de materia prima e insumos Ensayo BATACS..... | 101 |
| Cuadro 43. Costo insumos pruebas: Humedad, Sólidos totales, Sólidos volátiles | 101 |
| Cuadro 44. Costos insumos prueba de Alcalinidad | 102 |
| Cuadro 45. Costo servicio de pruebas externas de caracterización para el ensayo BATACS..... | 102 |
| Cuadro 46. Costos de mano de obra directa Ensayo BATACS sin pruebas de caracterización..... | 102 |
| Cuadro 47. Costos mano de obra directa prueba densidad..... | 102 |
| Cuadro 48. Costos de mano de obra directa pruebas: humedad, Sólidos totales, Sólidos volátiles | 103 |
| Cuadro 49. Costos de mano de obra directa prueba alcalinidad | 103 |
| Cuadro 50. Costos mano de obra directa prueba pH..... | 103 |
| Cuadro 51. Costo consumo energía eléctrica ensayo BATACS sin pruebas de caracterización..... | 103 |
| Cuadro 52. Costo consumo energía eléctrica prueba densidad | 104 |
| Cuadro 53. Costo consumo energía eléctrica pruebas: Humedad, Sólidos totales, Sólidos volátiles..... | 104 |
| Cuadro 54. Costo consumo energía eléctrica prueba alcalinidad..... | 104 |
| Cuadro 55. Costo consumo energía eléctrica prueba pH | 104 |
| Cuadro 56. Costo consumo energía eléctrica ensayo BATACS con pruebas de caracterización..... | 104 |

LISTA DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 1. Formulación de FORSU requerido para preparar inóculo..... | 8 |
| Tabla 2. Formulación de FORSU nueva requerida en la etapa de preparación de inóculo | 26 |
| Tabla 3. Pictogramas utilizados para identificar la clase de riesgo | 47 |
| Tabla 4. Contenido de las hojas electrónicas de reportes Ensayo BATACS | 83 |

LISTA DE ECUACIONES

| | |
|--|----|
| Ecuación 1. Ecuación para calcular masa de ceniza total en gramos | 15 |
| Ecuación 2. Ecuación para calcular sólidos totales | 15 |
| Ecuación 3. Ecuación para calcular normalidad de la solución de sulfato ferroso amónico | 16 |
| Ecuación 4. Ecuación para calcular contenido de carbono orgánico oxidable total del producto | 17 |
| Ecuación 5. Ecuación para calcular contenido de nitrógeno total..... | 19 |
| Ecuación 6. Ecuación para calcular cantidad de neutralizador..... | 19 |
| Ecuación 7. Corrección de volumen obtenido a condiciones estándares de temperatura y presión | 23 |
| Ecuación 8. Conversión de los volúmenes de gas medidos durante el ensayo a volúmenes de gas a condiciones estándares de temperatura y presión..... | 23 |
| Ecuación 9. Cantidad de carbono gaseoso producido en cada ensayo..... | 23 |
| Ecuación 10. Porcentaje de biodegradación..... | 23 |
| Ecuación 11. Error estándar del porcentaje de biodegradación..... | 24 |
| Ecuación 12. Intervalo de confianza para el porcentaje de biodegradación | 24 |
| Ecuación 13. Cálculo cantidad NaOH 6N para control de pH..... | 27 |
| Ecuación 14. Cálculo de pérdida de peso..... | 33 |
| Ecuación 15. Cálculo de Volumen diario de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión | 34 |
| Ecuación 16. Cálculo de Volumen total de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión | 34 |
| Ecuación 17. Cálculo de Volumen total de metano seco en condiciones estándar de temperatura y presión | 35 |
| Ecuación 18. Cálculo de Carbono gaseoso contenido en el gas producido por el reactor..... | 35 |
| Ecuación 19. Cálculo de Promedio de la cantidad de gas generado por el material de prueba (mp)..... | 36 |
| Ecuación 20. Cálculo de varianza de CG_{mp} | 36 |
| Ecuación 21. Cálculo de Porcentaje de biodegradación del material de prueba | 36 |
| Ecuación 22. Cálculo de Porcentaje de biodegradación del material de prueba | 37 |
| Ecuación 23. Cálculo de Porcentaje de biodegradación del material de prueba | 37 |
| Ecuación 24: Cálculo de la densidad | 38 |
| Ecuación 25. Cálculo de sólidos totales..... | 40 |
| Ecuación 26. Cálculo de humedad | 40 |
| Ecuación 27. Cálculo de sólidos volátiles | 40 |
| Ecuación 28. Cálculo de sólidos fijos..... | 41 |
| Ecuación 29. Cálculo de la normalidad de H_2SO_4 0.02N..... | 42 |
| Ecuación 30. Cálculo de alcalinidad total..... | 43 |

1 ANEXO

COMPARACIÓN DE NORMAS DE BIODEGRADACIÓN

En este apartado, se presentan las normas más relevantes en terminología y ensayos de biodegradación aerobia y anaerobia, planteadas por ASTM, CEN e ISO, ver cuadro 1.

Cuadro 1. Comparación de estándares de biodegradación ASTM, CEN e ISO

| NORMA | ASTM | CEN | ISO |
|---|----------------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| Guía para el vocabulario en el campo de los polímeros degradables, biodegradables y artículos de plástico. | ASTM D883 | CEN 15351: 2006 2006-10-18 | |
| Recomendación para la terminología y caracterización de biopolímeros y bioplásticos. | | CEN / TR 15932: 2010 2010-03-24 | |
| Plásticos - Plásticos biodegradables en o sobre el suelo - Recuperación, eliminación y problemas ambientales relacionados. | | CEN 15822: 2009 2009-11-25 | |
| Determinación de la biodegradabilidad aerobia final de los materiales plásticos en un medio acuoso - Método mediante la medición de la demanda de oxígeno en un respirómetro cerrado. | | EN 14851: 2004 2004-07-21 | ISO 14851: 1999 |
| Determinación de la biodegradabilidad aerobia final de los materiales plásticos en un medio acuoso - Método por análisis del dióxido de carbono. | | EN 14852: 2004 2004-07-21 | ISO 14852: 1999 |
| Determinación de la biodegradabilidad aerobia final de los materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas - Método mediante el análisis del dióxido de carbono - Parte 1: Método general. | ASTM D5951 -96 | 2012-12-01 | ISO 14855-1: 2012 |
| Determinación de la biodegradabilidad aerobia final de los materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas - Método mediante el análisis del dióxido de carbono - Parte 2: medición gravimétrica de dióxido de carbono desprendido en una prueba a escala de laboratorio. | | EN 14855-2: 2009 | ISO 14855-2: 2007 2009-06-24 |
| Determinación de la biodegradabilidad aerobia final de los materiales plásticos en el suelo mediante la medición de la demanda de oxígeno en un respirómetro o por cantidad de dióxido de carbono desprendido. | | EN ISO 17556: 2013 | EN ISO 17556: 2013 |
| Métodos de prueba estándar para determinar la Biodegradación aerobia de materiales plásticos en un medio acuoso o compost. | ASTM D6340-98 (2007) | | |

Sigue

Cuadro 1. (Continuación)

| NORMA | ASTM | CEN | ISO |
|--|---------------------------|------------|---------------------|
| Método de prueba estándar para determinar la biodegradación aerobia de materiales plásticos bajo condiciones controladas de compostaje, la incorporación de temperaturas termófilas. | D5338-11 | | ISO 14855 |
| Guía estándar para la exposición y pruebas de plásticos que se degradan en el medio ambiente mediante una combinación de oxidación y biodegradación. | ASTM D6954-04: 2013 | | |
| Método de prueba estándar para determinar la biodegradación final anaerobia de materiales plásticos con alto o bajo contenido de sólidos. | ASTM D5511-02 | | |
| Método de prueba estándar para determinar la biodegradación anaerobia de materiales plásticos en la presencia de lodos de depuración municipales | D5210-92 (2007) | | |
| Método de prueba estándar para determinar la biodegradación anaerobia de materiales plásticos en condiciones de vertedero acelerados | D5526-12 | | |
| Método de prueba estándar para determinar la biodegradación aerobia de materiales plásticos en el suelo. | D5988 - 12 | | |
| Determinación de biodegradación anaerobia final de materiales plásticos en un sistema acuoso - Método de medición de la producción de biogás. | | | ISO 14853: 2005 |
| Determinación de biodegradación anaerobia última y desintegración bajo alto contenido de sólidos - Método de análisis de biogás liberado. | | | ISO 15985: 2014: |
| Determinación de la biodegradación anaerobia final de materiales plásticos en sistemas de digestión lechados controlados - Método de medición de la producción de biogás. | | | ISO 13975: 2012 |
| Método de prueba estándar para determinar la degradación aerobia y biodegradación anaerobia de los materiales plásticos en condiciones de bioreactor de Vertedero acelerado. | D7475-11 | | |
| Prueba estándar para determinar la biodegradación aerobia de materiales plásticos bajo condiciones controladas de compostaje, en temperaturas termófilas. | D5338 - 11 | | |

Fuente: ASTM, CEN e ISO.

2 ANEXO

EQUIPOS DE BIODEGRADACION COMERCIALES

En este apartado, se realiza una comparación de equipos automatizados de biodegradación aeróbica y anaeróbica comerciales, diferenciando sus componentes principales, ver cuadro 2.

Cuadro 2. Comparación entre equipos de biodegradación aeróbicas comerciales Umic Lab I, ISO 14852 y Umic Lab2

| Nombre comercial /Norma | Unidad de Biodegradación (incubadora) | Medición de gas | DAQ y Monitoreo | Parámetros medidos |
|-------------------------|--|--|--|--|
| Umic Lab I | 18 reactores herméticos Capacidad 3L Regulador de presión Sistemas de regulación de flujo para evitar la condensación. *ISO 14852, placa de agitación. | Sistema de recolección de gas Sensores | Software de control. Transferencia de datos automático con Excel LabVIEW (NI). | CO ₂ Concentración de oxígeno Temperatura Humedad relativa Flujo de aire |
| ISO 14852 | Reactores con volumen de trabajo de 2L Medio inorgánico Fuente de carbono 100 mg/L y 2,000 mg/L de carbono orgánico Material de ensayo Inóculo: lodo activado 10-6 ufc / ml Control positivo: celulosa. Agitadores magnéticos. Sistema de aire: 400 ml/min | Analizador de CO ₂ con un detector infrarrojo | Display | Temperatura CO ₂ |
| Umic Lab 2 | Incubadora (con planta de compostaje) Ventilación forzada y el riego | Sistema acumulación de gases Sensor de gas | Display | Concentración de oxígeno Temperatura Humedad relativa del aire Flujo de aire Parametrización |
| Saida Moda B | Incubadora para 6 muestras de prueba, con temperatura ajustable +/- 1 °C. Para fermentación a temperaturas termófilas y a presión atmosférica | Medida de gas por jeringa o bureta de gas | Display | Gas metano |

Fuente: *Umic Science* (Umic-science.com, 2011) y SAIDA GROUP (Saida group, 2014).

Del mismo modo, se realiza una comparación de equipos de biodegradación anaerobia comerciales automatizadas, diferenciando sus componentes funcionales principales, ver cuadro 3.

Cuadro 3. Comparación entre equipos de biodegradación anaeróbicas comerciales Umic Lab3 On line, Ampts II y Biogas Batch Fermentation System

| Nombre comercial | Biodegradación | Medición de gas | DAQ y Monitoreo | Parámetros medidos |
|--|--|---|---|---|
| Umic LAB3 on-line | 12 biorreactores | Sistema de acumulación de gas Válvula eléctrica paso de gas Válvula de presión. | Software Ethernet PID: PC | Concentración de oxígeno Temperatura Humedad relativa del aire Flujo de aire Parametrización |
| AMPTS II | 15 biorreactores de vidrio Volumen: 500 ml Control de temperatura: hasta 95 ° C Precisión: 0,2 ° C Mezcla en el reactor: mecánica Intervalo y velocidad ajustable velocidad máxima 140 rpm | 15 recipientes de almacenamiento. Capacidad: 100 ml. Eficiencia de absorción:> 98% Sensor de gas | Adquisición de datos integrado. Software especializado, basado en Web se ejecuta en un servidor incorporado. Algoritmo para evitar la sobreestimación de flujo de gas y el volumen Repetibilidad: ± 1% | Indicador de pH. Flujo de gas en tiempo real on-line y la visualización del volumen Presión en tiempo real automática y compensación de temperatura |
| Biogas Batch Fermentation System Ritter | Incubadora: 8-16 bioreactores de 1l. Horno: Binder / Modelo: FD 115 / Volumen 115 ltr (5°C-300°C ±0.1°C) timer (0- 99h) tiene interface de comunicación RS 422 por software APT-COM™ DataControlSystem. | 8 o 16 MilliGascounter MGC-1 V3.2 PMMA Rango de medición: 1 ml/h to 1 ltr/h Precisión: ±3% | Software RIGAMO para Windows® XP / Vista / 7 / 8, exportable a Microsoft Excel, Módulo de entrada digital DIM (opcional) Canales: hasta 24 milligascounter | Flujo de gas en tiempo real. |

Fuente: *Umic Science* (Umic-science.com, 2011), *Bioprocess Control* (Bioprocesscontrol, 2011) y *Ritter*(Ritter, 2014) .

3 ANEXO

DESCRIPCIÓN DEL PROCESO BATACS INICIAL Y VARIABLES

En este apartado se presenta la descripción del proceso de Biodegradación Anaerobia Termófila en Altas Concentraciones de Sólidos (BATACS), del trabajo de grado realizado por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012) donde se examina la biodegradación de empaques biodegradables generados por Grupo de Investigación Agroindustrial Ciencia y Tecnología de Biomoléculas de Interés Agroindustrial de la Universidad del Cauca. CYTBIA obtenido por la extrusión de la mezcla de almidón termoplástico de yuca de origen nativo, ácido poliláctico y policaprolactona (Camacho M & Aley, 2012, pág. 15), donde se establece un protocolo, basado en la norma ASTM D5511-02 y se presentan las variables de proceso.

DESCRIPCIÓN PROCEDIMIENTO BATACS INICIAL

El estándar ASTM D5511-02 (ASTM International, 2002), constituye un entorno de laboratorio que permite una determinación rápida y reproducible de biodegradabilidad, revelando el grado y velocidad de biodegradación anaerobia de materiales plásticos, en alto contenido de sólidos en condiciones anaeróbicas. Los materiales de prueba, es decir, los materiales de referencia: blanco, referencia positiva, referencia negativa, así como el material de ensayo, se exponen a un inóculo metanogénico derivado de digestores anaerobios que operan solamente en residuos domésticos pre tratados, con altos contenidos de sólidos (más de 30% de sólidos totales), en condiciones anaeróbicas y en condiciones estáticas, sin agitación, simulando un ambiente anaerobio en condiciones óptimas.

El volumen de gas producido por unidad de peso de la muestra es medido conociendo la cantidad de carbono contenido en la muestra, el porcentaje de biodegradación puede ser calculado a partir del peso del carbono y el gas producido (dióxido de carbono o metano). La prueba es válida si luego de 15 días, la celulosa presenta valores de biodegradación superiores al $70\% \pm 20$.

El ensayo implementado por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), basado en la norma ASTM D5511 - 02, establece un protocolo del proceso de Biodegradación Anaerobio Termófilo en Altas Concentraciones de Sólidos (BATACS) que consiste en dos etapas: preparación de inóculo y ensayo de biodegradación, en las cuales se realizan operaciones de pruebas de caracterización.

3.1 PREPARACIÓN DE INÓCULO

Se prepara un inóculo anaeróbico metanogénico estable, a partir de una mezcla de fracción orgánica de residuos sólidos urbanos (FORSU) depositada 55 días en un biodigestor anaerobio, a 55°C, siguiendo las operaciones: formulación, caracterización y adecuación de FORSU y caracterización de inóculo.

3.1.1 Formulación de FORSU

En el protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), se prepara el inóculo a partir de FORSU proveniente del restaurante Díaz de la galería del barrio Bolívar de la ciudad de Popayán, de acuerdo a la proporción de componentes descrita en la tabla 1.

Tabla 1. Formulación de FORSU requerido para preparar inóculo

| Componente | Proporción | Formulación para 40 (Kg) |
|--------------------------------------|------------|--------------------------|
| Materia Orgánica Total | 50,00% | 20 |
| Cáscara de papa | 13,33% | 2,66 |
| Cáscara papa criolla | 13,33% | 2,66 |
| Desechos de zanahoria | 13,33% | 2,66 |
| Desechos de lechuga | 13,33% | 2,66 |
| Cáscara de naranja, mandarina, otros | 13,33% | 2,66 |
| Cáscara de plátano | 13,33% | 2,66 |
| Cáscara de arveja | 13,33% | 2,66 |
| Desechos de yuca | 6,70% | 1,34 |
| Agua | 35% | 14 |
| Inóculo | 15% | 6 |

Fuente: Camacho y Aley, 2012.

Se pesan los componentes de la formulación con la balanza JAVAR CW 15, se trituran con cuchillo hasta un tamaño de partícula menor a 3 mm, para que faciliten el inicio de la digestión anaerobia y aceleren la hidrólisis, luego se almacenan en bidón plástico.

3.1.2 Caracterización de FORSU

En el estudio de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), los FORSU son caracterizados mediante la valoración de los siguientes parámetros:

Humedad, materia seca o sólidos totales y sólidos volátiles: se determina por calentamiento de la muestra seca a 550°C según lo describe APHA 2540 E “*Fixed and Volatile Solids Ignited at 550°C*”, ver secciones 3.3.1 y 3.3.2

Carbono orgánico oxidable total: se determina mediante el protocolo descrito por Nelson & Somers (Matus, et al., 1997); consiste en la oxidación del carbono orgánico por una mezcla oxidante de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) y ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), acelerada por el calor de dilución del H_2SO_4 en agua y una fuente externa de temperatura, que permite alcanzar una temperatura de 150°C mantenida durante 30 minutos, ver sección 3.3.3.

Nitrógeno total ($NH^+4 - N$): se efectúa conforme con la norma D 3590 “*Test Methods for Total Kjeldahl Nitrogen in Water*”; la cuantificación del ion amonio se efectúa a los extractos acuosos de materia seca, mezclada en proporción 5/1, siguiendo la metodología Macro Kjeldahl de combustión húmeda-ácida y titulación del ion amonio; la totalidad del proceso, se efectúa manualmente empleando un equipo de calentamiento, ver sección 3.3.4.

Para realizar estas pruebas, se toman partes de residuos de la formulación hasta completar 10gr, se secan con la balanza de humedad, se trituran con molino analítico, luego, se caracterizan haciendo pruebas por triplicado.

3.1.3 Acondicionamiento del Inóculo

En el estudio de Camacho y Aley (Camacho M & Aley M, 2012, p41), se mezcla el FORSU triturado con agua libre de cloro y rumen bovino líquido y fresco, según las proporciones consignadas en la tabla 1, utilizando licuadora industrial JAVAR HBB250R, esta mezcla se introduce en un biodigestor de 40L.

En el biodigestor, la mezcla se agita por una hora con la palanca de agitación manual. Se toman 10gr de inóculo del biodigestor, se mide el pH de la mezcla con un pH metro ARCON pH 5, se ajusta hasta un valor cercano a 6,5, añadiendo carbonato de calcio y/o bicarbonato de sodio a la mezcla, en proporción 2:1.

Se cierra el biodigestor colocando la tapa; se ajusta la temperatura interna a 55°C manipulando la potencia de una resistencia eléctrica ubicada en el tanque baño María donde reposa el biodigestor, girando un botón graduado de 0 a 90°C, este valor se corrobora introduciendo un termómetro de vidrio al interior del biodigestor por un orificio de la tapa; una vez fijada la temperatura, empieza la degradación anaerobia de la mezcla. Durante los 55 días, se registra a diario los volúmenes de gas generados, en la etapa metanogénica, la frecuencia de medición disminuye entre 4 y 5 días, utilizando el sensor de CH_4 HITOX-IR 600

Durante la etapa acidogénica, se lleva registro diario de forma manual de la evolución del pH en la mezcla degradada, para ello se extrae una pequeña muestra de material del biodigestor empleando una sonda plástica introducida a través del sistema de toma de muestra.

Cinco días posteriores al inicio de la digestión, se presenta un leve descenso del pH causada por la hidrólisis y solubilización de macromoléculas del medio (Fernández, 2008), debido a la incapacidad del sistema para amortiguar estos cambios de pH, es necesario ajustar este parámetro a valores superiores a 6.5, mediante la adición de bicarbonato de sodio y calcio, sin abusar de su uso. El control de pH es imprescindible durante la etapa acidogénica, con el objeto de evitar la inminente acidificación y parálisis de la digestión (Fernández, 2008).

A partir del día 11, (momento en el cual se superan valores de pH inferiores a 7), inicia la etapa metanogénica, el pH se mide a intervalos menos regulares (de 4 a 5 días).

En la etapa metanogénica, se presenta un incremento paulatino de los niveles de pH; hacia el día 44 llega a 8.0 e indica de que el sistema ha alcanzado el equilibrio de poblaciones microbianas y procesos químicos que propenden hacia la metanogénesis (Fernández, 2010).

Hacia el día 55, o, proporción de metano de 55% (Yagi, *et al.*, 2009), se detiene la digestión y se extrae el exceso de líquido, mediante tamiz, hasta una concentración aproximada de 20% sólidos totales. Por último, el inóculo se lleva a post-fermentación durante 7 días a 55 °C. Se calculan las velocidades máximas de producción de biogás y registran resultados.

3.1.4 Caracterización del inóculo

En el estudio de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), una vez obtenido, el inóculo, se mide el pH, ver sección 3.3.7, y se caracteriza para corroborar que esté en condiciones óptimas para el ensayo, para esto, se diluye en agua destilada proporción 5:1 – Agua: Inóculo y se efectúa por triplicado la prueba de nitrógeno total ver sección 3.3.4. Se verifica la aptitud del inóculo con respecto a los parámetros establecidos por la ASTM D5511-02, pH entre 7,5 y 8,5, nitrógeno 0,5 a 2 g/Kg BH y sólidos totales >20%, ver sección 3.6 “calidad de inóculo”.

3.2 ENSAYO DE BIODEGRADACIÓN

En el protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), la etapa “ensayo BATACS” tuvo una duración de 30 días, y consta de las operaciones: caracterización de materiales de prueba y ensayo de biodegradación.

3.2.1 Materiales de prueba

En el protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), se emplean tres tipos de materiales de prueba: referencia en blanco (bioreactor vacío), referencia positiva (celulosa), referencia negativa (LDPE) y muestra de ensayo (polímero biodegradable del laboratorio de Reología), como se describen a continuación:

- **Filtro delgado Scheleicher & Schuel 595 (celulosa):** peso específico: 85 g/m², Espesor: 0,19 mm, %Celulosa > 95%, con 0,1% de cenizas, como referencia positiva.
- **Polietileno de baja densidad (LDPE):** densidad: 0,95 g/cm³. Espesor: 0,3 mm, suministrado por la empresa "Popaplast S.A.", como referencia negativa.
- **Polímero Biodegradable (muestra de ensayo),** obtenido en el laboratorio de Reología, por extrusión en tornillo simple de almidón termoplástico de yuca de origen nativo, ácido poliláctico y policaprolactona. Extruido con una relación de compresión 5:1 y relación L/D de 25.

3.2.2 Caracterización de los materiales de Prueba

En el protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), cada material de prueba se caracteriza mediante la valoración de: sólidos fijos, sólidos volátiles, cuantificación de carbono total oxidable, y nitrógeno total (NH⁴⁺ – N), ver pruebas de caracterización 3.3.1 – 3.3.4. Estas pruebas se realizan justo antes de iniciar el ensayo de biodegradación.

3.2.3 Ensayo de biodegradación anaerobia

El protocolo del ensayo de BATACS, implementado por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), tuvo una duración de 30 días, y se realiza con el siguiente procedimiento:

Adecuación de materiales de prueba

Se homogeniza el inóculo, con palanca de agitación manual del biodigestor por una hora; se extrae el inóculo y se pesan 12 muestras de 500gr en balanza JAVAR CW15, depositadas en 12 bioreactores; se pesan por triplicado: 2,5 g de referencia positiva (celulosa), 5 g de referencia negativa (polietileno LDPE) y 5 g de muestra de ensayo, en una balanza analítica SCALTEC SBA 32. Se tritura la celulosa en un molino analítico; el LDPE se corta en trozos rectangulares de 5mm de lado, mientras que parte del material de prueba se pulveriza en un molino analítico y parte se corta en trozos rectangulares 5mm de lado.

Para el ensayo, se emplean 12 bioreactores de vidrio de 800 ml; para la referencia blanco, tres de ellos se cargan sólo con 500g de inóculo, mientras que los nueve restantes, son cargados con tres réplicas de cada material de prueba más 500g de inóculo homogenizado; en cada caso, la mezcla contenida en los bioreactores, se mezcla por cerca de 3 minutos. Los bioreactores se acoplan a su soporte, se sellan y conectan a los sistemas de medición de pH y metano. Se verifica el sellado de biorreactores, conexiones eléctricas y de mangueras.

Para impedir la disolución del CO₂ en el agua de los acumuladores, se debe garantizar un pH de 2 adicionando ácido clorhídrico; una vez satisfecha esta condición, se sumergen los biorreactores en el tanque tipo baño María; se manipula el botón del termostato, estabilizando la temperatura en 52°C ± 2°C del sistema baño María para dar inicio al ensayo.

La temperatura del laboratorio, se registra a diario (una vez tomada las muestras para pruebas y cuantificación de gas metano). Es necesario llevar un registro de pH, esto se realiza mediante la toma de muestras, introduciendo una sonda y con ayuda de un pH Metro OAKTON de referencia ARCON pH 5, la medición se realiza a diario al cabo de los 7 primeros días, donde ésta variable se comporta de forma crítica en el proceso ya que cambia rápidamente, entre cada una de las etapas de biodegradación: hidrolisis, acidogénica, acetogénica y metanogénica, en esta última disminuye la frecuencia de mediciones y se realiza entre 4 -5 días aproximadamente.

A medida que ocurre el proceso se genera gas, que se almacena a través del sistema patronado de acumulación de gases y se mide con un sensor infrarrojo de metano, referencia HITOX IR 600, se realiza a diario; a medida que decrece la cantidad de gas desprendido; es posible disminuir la frecuencia de las mediciones (cada cinco días). Cuando los acumuladores alcanzan su máximo nivel, se enciende el sensor de CH₄ que succiona el gas acumulado en la columna, transfiere el volumen de agua a su posición inicial de los acumuladores y efectúa la medición como una medida en porcentaje de CH₄ presente.

La degradación se extiende por lo menos 15 días, hasta que el blanco no genera más gas o hasta que la celulosa alcance un porcentaje de degradación del 70%; en esta etapa, se da por terminado el ensayo; se detiene la incubación, se registra la fecha y la hora, se apaga la resistencia eléctrica; se permite la aclimatación de los bioreactores a temperatura ambiente durante aproximadamente 8 horas, momento en el cual se realiza una medición final del volumen de gas producido. Por último, se verifican las condiciones del inóculo, tomando registro de su pH final.

3.3 PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN

De acuerdo con el protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), se describen las pruebas de caracterización de: humedad, materia seca o sólidos fijos totales, sólidos volátiles, carbono total oxidable y nitrógeno total.

3.3.1 Determinación de humedad

Tomada del protocolo establecido por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012): la prueba de humedad, es también denominada “determinación del contenido de humedad”, determina el contenido de humedad, mediante el método de termogravimetría, que consiste en pesar una muestra antes y después del calentamiento, determinando la proporción de humedad a partir de la diferencia entre ambos valores, de acuerdo con la norma ASTM D2540 (ASTM, 2003).

Para evitar una posible circulación de humedad entre la muestra y el ambiente, preparar una única muestra para cada medición; para muestras simultáneas, deben guardarse en envases herméticos para evitar alteraciones durante su almacenamiento. Conforme con el manual de usuario de equipo (Precisa Instruments AG, 2014), se establece un procedimiento que consiste en:

Extender la muestra fina y uniformemente sobre el plato, a fin de mantener la reproducibilidad de resultados, una distribución no uniforme, puede producir falta de homogeneidad en la distribución de calor en la muestra, lo que puede tener como consecuencia, un secado incompleto o un mayor tiempo de medición. Las acumulaciones de muestra, se traducen en un mayor calentamiento de las capas superficiales, pudiendo producir combustión o formación de costras. Espesores de capa grandes o eventuales costras impiden que la humedad salga de la muestra. La humedad residual resultante tiene como consecuencia que los valores determinados quedan falseados y dejan de ser reproducibles, ver figuras 1 y 2.

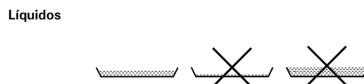
Figura 1. Forma correcta de ubicar la muestra sólida en el plato

Sustancias sólidas



Fuente: Camacho y Aley, 2012

Figura 2. Forma correcta de ubicar la muestra líquida en el plato



Fuente: (Camacho & Aley, 2012)

Introducir el plato en la base del medidor de humedad y cerrar la tapa. Fijar la temperatura de secado entre 30°C y 230°C, en graduación de 1°C, ver figura 3. Se elige 105°C para desarrollar la prueba.

Figura 3. . Tecla para fijar la temperatura deseada



Fuente: Manual Balanza precisa.

Iniciar la medición automáticamente o pulsando la tecla «START/STOP. Esperar a que termine. Realizar lectura del % de humedad, ver figura 4.

Figura 4. Display del medidor de humedad



Fuente: Manual de usuario balanza precisa 300XM (Precisa Instruments AG, 2014).

3.3.2 Prueba de determinación de sólidos fijos y sólidos volátiles totales

Tomada del protocolo establecido por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012): ésta prueba determina residuo inorgánico en una muestra de: RSU, inóculo anaerobio, muestra de ensayo, LDPE y celulosa, utilizando la técnica de

calcinación a 550°C; se realiza la prueba por duplicado. El procedimiento consiste en:

Secar un crisol de porcelana con tapa en la estufa a 100°C por 30 minutos, enfriarlo dentro de desecador y pesarlo. Pesar 5 g de la muestra molida con aproximación a 0,001 g, en la cápsula preparada.

Calentar la muestra cerca de 100 °C hasta que la humedad es expulsada. Se lleva al desecador y se registra su peso. Se transfiere la cápsula al horno y se calienta ésta a 550 °C, hasta que la ceniza esté visiblemente libre de partículas de carbón (normalmente se requiere un mínimo de 2 h). Se deja enfriar, en el desecador y se pesa. Se calienta de nuevo en el horno durante 30 min, se enfría y se pesa. Se repiten estas operaciones, si es necesario, hasta que la diferencia entre dos mediciones sucesivas no sea superior a 0,001 g.

Cálculos

La ceniza total producida por la muestra molida, expresada como un porcentaje por masa sobre la base seca, se obtiene por la fórmula:

Ecuación 1. Ecuación para calcular masa de ceniza total en gramos

$$M_1 = (100/M_0) \times (100/R_S)$$

Dónde

M_0 = es la masa, en gramos, de la muestra de ensayo

M_1 = es la masa, en gramos, de la ceniza total

R_S = es el contenido de materia seca, como porcentaje en masa, de la muestra molida, determinado de acuerdo con la norma ISO 1575

Nota: Se toma como resultado la media aritmética de las dos determinaciones, siempre y cuando se cumpla el requisito de repetibilidad.

3.3.3 Determinación de sólidos volátiles

Información tomada del protocolo establecido por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012): los sólidos volátiles se determinan con la diferencia entre el peso de la muestra seca y el peso de los sólidos fijos.

Ecuación 2. Ecuación para calcular sólidos totales

$$\text{Sólidos volátiles} = \text{Peso de la muestra seca} - \text{Peso de los sólidos fijos}$$

Nota: la diferencia entre los resultados de dos determinaciones, llevadas a cabo simultáneamente o en sucesión rápida por el mismo analista, no debe ser superior a 0,2 g de ceniza total, por 100 g de muestra molida.

3.3.4 Prueba de cuantificación del carbono total oxidable

Información tomada del protocolo establecido por Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012): esta prueba permite cuantificar el carbono orgánico oxidable total en una muestra de: RSU, muestra de ensayo, celulosa y LDPE independientemente.

La determinación consiste en la oxidación del carbono orgánico por una mezcla oxidante de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) y ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), acelerada por el calor de dilución del H_2SO_4 en agua. El carbono orgánico reduce los iones Cr^3 amarillo-naranja del dicromato inicial a iones Cr^3 de color verde (Walkley y Black, 1934 citado por: Alban y Kellog, 1959), en consecuencia, es un método indirecto. Esto significa que está sujeto a interferencias tales como cloruros.

Reactivos: agua destilada, solución de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$), Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), Ácido ortofosfórico concentrado, solución indicadora de ortofenantrolina o difenilamina, solución sulfato ferroso amónico 0,5 N

El proceso consiste en: pesar un Erlenmeyer de 250 ml entre 0,1 g y 0,5 g del producto, con aproximación a 0.0001 g. Adicionar 10 ml de dicromato de potasio 1,0 N, se deja en contacto unos minutos y se agregan 20 ml de ácido sulfúrico concentrado. Se agita manualmente durante 1 minuto y se deja enfriar durante 30 min. A continuación se agrega agua (volumen no mayor de 50 ml ni menor de 20 ml), 5 ml de ácido orto fosfórico y 5 gotas de solución indicadora.

Si al adicionar la mezcla oxidante ($K_2Cr_2O_7$ y H_2SO_4), la solución se torna verde brillante, se deben duplicar las cantidades añadidas o pesar menos producto según sea el caso. Se prepara paralelamente, un blanco de reactivos (10 ml de $K_2Cr_2O_7$ 1,0 N y 20 ml de H_2SO_4 concentrado). Este paso permite tener un blanco de reactivos y valora la normalidad de la solución de sulfato ferroso amónico.

Se titula el blanco de reactivos con la solución de sulfato ferroso amónico. El cambio de color observado, será de un amarillo típico de la solución de dicromato, a un verde brillante. Se registra el volumen (debe ser aproximadamente de 20 ml). Se titulan las muestras objeto del ensayo, con la solución de sulfato ferroso amónico valorada. El cambio de color observado debe ser desde el amarillo (poco o ningún contenido de carbono) o desde un café rojizo hasta color verde brillante.

Cálculos:

Ecuación 3. Ecuación para calcular normalidad de la solución de sulfato ferroso amónico

$$\text{Normalidad} = (10 \text{ ml}) / V$$

Dónde:

10 ml = Volumen de solución de dicromato 1 N usado para el blanco

V = Volumen en mililitros de solución de sulfato ferroso

Ecuación 4. Ecuación para calcular contenido de carbono orgánico oxidable total del producto

$$\% \text{ C.O.}_{\text{ox}} = \frac{[(V_b - V_m) * N * 0,003 * 100]}{W_m} * \frac{[100 \% \text{ humedad}]}{100}$$

Dónde:

V_b = Volumen en ml de solución de sulfato ferroso amónico gastado en el blanco.

V_m = volumen en ml de solución de sulfato ferroso amónico gastado en la muestra.

N = Normalidad de la solución de sulfato ferroso amónico.

W_m = Peso en gramos de la muestra seca

% humedad = Contenido de humedad del producto

Nota: Se debe tener en cuenta el valor de la densidad en caso de haber tomado un peso de muestra.

3.3.5 Prueba de determinación de nitrógeno total (método Kjeldahl)

Esta prueba determina el contenido de nitrógeno total por método Kjeldahl en: RSU, inóculo anaerobio, material de ensayo, celulosa y LDPE.

Consiste en convertir el nitrógeno presente en la muestra, en sulfato de amonio por digestión con ácido sulfúrico concentrado en presencia de un catalizador. El amonio formado se libera por adición de hidróxido de sodio en exceso, se destila a una solución retenedora de ácido sulfúrico o clorhídrico y se titula el exceso de ácido con solución valorada de hidróxido de sodio o potasio.

Reactivos: agua destilada, ácido sulfúrico del 93 % - 98 %, (r.a. o técnico). Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄), mezcla catalizadora (mezclar 10,4 g de sulfato de potasio, 0,3 g de sulfato de cobre pentahidratado y 0,3 g de óxido de titanio) o Pastilla catalizadora Kjeldahl, solución de sulfuro o de tiosulfato de sodio, solución de hidróxido de sodio o de potasio 45 %, indicador de rojo de metilo, solución 0,3 - 0,5 N de ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, solución 0,3 - 0,5 N de hidróxido de sodio o de potasio., granallas de Zinc.

El proceso consiste en: pesar de 0.2 a 0.8 g de la muestra, en un papel filtro o vidrio reloj, se transfiere a un balón de digestión Kjeldahl de 250 ml (limpio y perfectamente seco) y se agrega un cuarto de pastilla del catalizador y 9 ml de H₂SO₄ (concentrado).

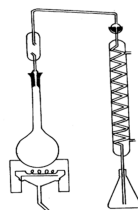
Se pone el balón en posición inclinada y se calienta suavemente hasta que deje de formar espuma. Mantenga la muestra en ebullición enérgica durante 2 horas, hasta que esté completamente clara, libre de materia orgánica; debe hacerse girar el balón para recoger cualquier material carbonizado adherido a la pared. Destilación. Se enfría al aire, se agregan aproximadamente 200 ml de agua y 25 ml de solución de tiosulfato de sodio, se refrigera exteriormente hasta temperatura ambiente. Se agregan granallas de zinc para regular la ebullición, se inclina el balón y se agregan 100 ml de solución de hidróxido de sodio o potasio al 45 %, o la cantidad suficiente para hacer el medio fuertemente alcalino.

Agregar lentamente, la solución alcalina por las paredes girando suavemente el balón. Inmediatamente, se conecta el balón al refrigerante y éste a una trampa de vapor de tal modo que el extremo del refrigerante quede sumergido en una cantidad conocida de solución 0,3 a 0,5 N de ácido sulfúrico o clorhídrico. Luego se calienta hasta que haya destilado todo el amoníaco (150 ml de destilado, mínimo) o prueba con papel tornasol rosado de resultado negativo de amonio. Se retira el tubo de salida del destilado, enjuagando el exterior del tubo en el destilado para evitar el arrastre de vapor.

Valoración del exceso de ácido: se titula el exceso de la solución de ácido, con la solución alcalina, valorada de hidróxido de sodio o potasio, usando dos gotas de rojo de metilo como indicador. Se corrige el resultado efectuando el ensayo en blanco, con los reactivos (sometiendo a digestión y destilación). Se realiza un ensayo de blanco sin muestra en la forma anterior (sometiendo a digestión y destilación).

Para la destilación, ver figura 5, se utiliza un balón de Kjeldahl de 800 ml colocado en forma inclinada, tapado con un tapón de caucho perforado, en el cual se inserta un tubo de vidrio con una trampa, para evitar el arrastre mecánico durante la destilación. Dicha trampa, se conecta por medio de un tubo a un refrigerante, cuyo extremo inferior debe quedar por debajo del nivel del ácido, colocado en el Erlenmeyer de 250 ml de capacidad, ver figura 6. Para el calentamiento del balón Kjeldahl, puede usarse un equipo eléctrico u otra fuente de calor.

Figura 5. Equipo de destilación Kjeldahl



Fuente: Protocolo Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012)

Cálculos:

Ecuación 5. Ecuación para calcular contenido de nitrógeno total

El contenido de nitrógeno total (% N) se calcula aplicando la siguiente ecuación:

$$\%N = \frac{(A1 Na - B1 Nb) - (A2 Na - B2 Nb)}{M}$$

Dónde

A1 = volumen de solución valorada de ácido sulfúrico o clorhídrico, utilizado en la muestra, en ml.

A2 = volumen de solución valorada de ácido sulfúrico o clorhídrico, utilizando en el blanco, en ml.

B1 = volumen de solución valorada de hidróxido de sodio o de potasio, utilizado en el blanco, en ml.

H2 = volumen de solución valorada de hidróxido de sodio o de potasio, utilizado en el blanco, en ml.

Na = normalidad del ácido. Nb = normalidad de la solución de hidróxido de sodio o de potasio. M = peso de la muestra en gramos.

3.3.6 Procedimiento para el control de pH en el biodigestor anaerobio

El control del pH en el proceso de digestión anaerobia es importante, porque al mantener un pH óptimo en el inóculo, asegura que dicho proceso se desarrollará sin contratiempos, este ejercicio debe realizarse rigurosamente con el fin de mantener un pH por encima de 6.5, debido a que a niveles inferiores a este pH se presenta la inhibición del sistema, al no ser un pH óptimo para la flora bacteriana metanogénica. (López, 2011). La prueba tiene por objetivo, mantener un pH adecuado para el normal desarrollo del proceso de digestión anaerobia y se desarrolla así:

Verificar si el pH metro está calibrado; agitar por 5 minutos el biodigestor; introducir la sonda cerrada por la válvula del digestor, abrir las llaves de la válvula, empujar la sonda hasta el fondo, abrir la sonda y cerrarla rápidamente, extraer la sonda, abrir la sonda para dejar caer la muestra en el beaker, diluir la muestra de tomada con agua destilada en proporción 5 a 1 agua/inóculo y agitar y realizar la medición con el pH metro. Si el pH se encuentra por debajo de 6.5, utilizar carbonato de calcio para neutralizar siguiendo el siguiente procedimiento:

Extraer nuevamente una muestra de inóculo de volumen conocido, medir y registrar el pH, agregar una cantidad de carbonato de calcio, conocida hasta que el pH sea neutralizado, después, calcular la cantidad aproximada de carbonato de calcio para neutralizar el volumen de todo el digestor

Hacer los cálculos:

Ecuación 6. Ecuación para calcular cantidad de neutralizador

$$\text{CaCO}_3_{\text{total}} = (\text{VID} * \text{CaCO}_3 n) / M,$$

Dónde:

$\text{CaCO}_3_{\text{total}}$ = Gramos totales de CaCO_3 para neutralizar el contenido del digestor

VID = Volumen estimado de inóculo en el digestor en litros

CaCO_3_n = CaCO_3 necesario para neutralizar la muestra de inóculo

M = Muestra de inóculo de volumen conocido en mL

3.3.7 Medición de pH

La medición se realiza con pH metro marca OAKTON referencia ARCON pH 5, siguiendo este procedimiento: verificar si el pH metro está calibrado; agitar por 5 minutos el biodigestor; introducir la sonda cerrada por la válvula del biodigestor, abrir las llaves de la válvula, empujar la sonda hasta el fondo, abrir la sonda y cerrarla rápidamente, extraer la sonda, abrir la sonda para dejar caer la muestra en el beaker, diluir la muestra de tomada con agua destilada en proporción 5 a 1 agua/inóculo y agitar y realizar la medición con el pH metro.

3.4 CALIBRACIÓN

3.4.1 Calibración del pH metro

En el protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), se realiza la calibración en dos puntos buffers DIN (pH=7, pH=4) como indica la norma ASTM 1293 "*Test Methods for pH of Water*". El procedimiento indica: verificar disponibilidad de equipos de calibración (atornillador y buffers), realizar una limpieza del electrodo del sensor, ubicar los buffers en un soporte, conectar el sensor al transmisor y a la fuente de poder, calibrar el punto buffer 7, calibrar el punto buffer 4, ajustar hasta que el error sea 1% y por último limpiar el electrodo, almacenarlo y guardar los buffer en la nevera.

3.4.2 Calibración del sensor de metano

El protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), no establece calibración del sensor de metano.

3.5 PROCESO DE LIMPIEZA Y DESINFECCIÓN

El protocolo de Camacho y Aley (Camacho & Aley, 2012), no registra actividades de limpieza y desinfección.

3.6 VARIABLES DE PROCESO BATACS INICIAL

La BATACS es un proceso complejo, que depende de variables intrínsecas y extrínsecas (Wojtowicz, 2010, pág. 55); sin embargo, en el proceso se controlan, manipulan, monitorean y calculan variables, como se describe a continuación:

VARIABLES INTRÍNSECAS

Se refiere a características del material que afectan el proceso: la forma física influye, a mayor espesor, mayor tiempo de degradación (Wojtowicz, 2010); la estructura del material incide así como la capacidad de formar estructuras cristalinas, condiciona la biodegradación (Chandra & Rustigi, 1998); polímeros de alto peso molecular no pueden ser degradados (Lucas, Bienaime, Belloy, Queneudec, Silvestre, & Nava-Saucedo, 2008).

VARIABLES EXTRÍNSECAS

Se refiere condiciones medioambientales donde ocurre el proceso BATACS:

Radiación solar: es mejor evitar la luz solar porque produce un efecto inhibitorio sobre las bacterias (Microbiolog & Grupo, n.d.), es una variable aislada.

Tóxicos e inhibidores del proceso: los subproductos generan tóxicos (amoníaco, sulfuro, iones de metales ligeros) que limitan el crecimiento microbiano; una vez llegada a la etapa de maduración hacen decrecer la producción de metano hasta ponerle fin (González, Rustrián, Houbron, & Zamora, 2008).

Calidad del inóculo: de acuerdo al ASTM D5511-02 debe garantizarse: pH entre 7,5 y 8,5, nitrógeno 0,5 a 2 g/Kg BH y sólidos totales >20% (ASTM, 2010); la calidad del inóculo en el protocolo de Camacho y Aley (Camacho M & Aley M, 2012) se verifica y si no se satisface las condiciones no se puede utilizar ese inóculo para el ensayo, la calidad del inóculo es una variable crítica.

Humedad: la degradación biológica mejora, si la humedad está entre 50% y 70% (González, et al., 2008; Robles, 2005 y Palma, et al., 1999), en el protocolo de Camacho y Aley (Camacho M & Aley M, 2012) se garantiza la humedad del inóculo en la formulación (%35 de agua), por tratarse de una variable crítica.

Temperatura: establece la velocidad y aumento exponencial de la población microbiana; en el protocolo de Camacho y Aley (Camacho M & Aley M, 2012, p.48) para la obtención de inóculo se controla en 55°C y en el ensayo de biodegradación en 52°C ± 2°C, manipulando la potencia eléctrica de unas resistencias eléctricas ubicadas en las chaquetas térmicas.

pH: debe garantizarse en etapa acidogénica (7.2-7.4) acetogénica (7.0-7.2) y metanogénica (6.5 y 7.5) (Microbiolog & Grupo, n.d.); en el protocolo de Camacho y Aley (Camacho M & Aley M, 2012, p.48), es una variable controlada iniciando la etapa de obtención de inóculo a 6.5 y luego del quinto día a valores superiores a 6.5, agregando carbonato de calcio y/o bicarbonato de sodio; en el ensayo se controla sólo al inicio en el agua de los acumuladores en 2.

Variables monitoreadas

En los RSU, inóculo y material de muestras, se monitorean las variables: a) Porcentaje de humedad b) Sólidos totales c) Sólidos volátiles d) Cantidad de carbono orgánico total y oxidable e) Nitrógeno total.

Temperatura ambiente: se tienen en cuenta en la conversión de los volúmenes de gas, medidos durante el ensayo a volúmenes de gas a condiciones estándares de temperatura y presión (Camacho M & Aley, 2012).

Presión atmosférica y presión del agua a temperatura ambiente: se tienen en cuenta, en la conversión de los volúmenes de gas medido durante el ensayo, a volúmenes de gas, en condiciones estándares de temperatura y presión.

Porcentaje de biodegradación: es la variable objetivo del ensayo, ver ecuación 10.

Variables derivadas

Son variables necesarias para obtener resultados del ensayo:

Conversión de cantidades obtenidas a condiciones estándares de temperatura y presión: se deben convertir los volúmenes de gas medidos durante el ensayo a volúmenes de gas a condiciones estándares de temperatura y presión, y efectuar la debida corrección por humedad, ya que una cierta fracción de vapor de agua se genera durante todo el experimento. Se emplean las siguientes ecuaciones (Yagi, 2009), ver ecuaciones 7 y 8.

Ecuación 7. Corrección de volumen obtenido a condiciones estándares de temperatura y presión

$$V_{tc} = \left(\frac{P_{atm} - P_w}{P_{atm}} \right) * V_t$$

Ecuación 8. Conversión de los volúmenes de gas medidos durante el ensayo a volúmenes de gas a condiciones estándares de temperatura y presión

$$V_{t(esp)} = \left(\frac{273}{T_r} \right) * \left(\frac{P_{atm}}{1013} \right) * V_{tc}$$

Dónde: V_{tc} = Volumen total corregido en litros; P_{atm} = Presión atmosférica en el laboratorio a temperatura ambiente del laboratorio en hPa; P_w = Presión del agua a temperatura ambiente del laboratorio en hPa; V_t = Volumen total de gas producido durante el experimento en litros; $V_{t(esp)}$ = Volumen de gas corregido a condiciones de temperatura y presión estándar en litros; T_r = Temperatura ambiente del laboratorio en grados Kelvin (K)

Cantidad de carbono gaseoso producido en cada ensayo: cada mol de los materiales de prueba presenta determinado peso, cada mol de carbono produce un mol de metano o dióxido de carbono. Cada mol de gas producido ocupa 22,4 L en condiciones estándar de temperatura y presión (273 K, 1atm). Por tanto se calcula la cantidad de carbono gaseoso producido en cada ensayo, así: ver ecuación 9:

Ecuación 9. Cantidad de carbono gaseoso producido en cada ensayo

$$C_g = \frac{V_{t(esp)} * 12}{22.4}$$

Porcentaje de biodegradación: es la variable objetivo del ensayo, se calcula así, ver ecuación 10:

Ecuación 10. Porcentaje de biodegradación

$$\% \text{Biodegradación} = \frac{C_g - C_{gb}}{C_t} * 100 \quad \text{Dónde:}$$

C_g = Carbono gaseoso de la muestra; C_{gb} = Carbono gaseoso en el blanco; C_t = Carbono total en la muestra.

También se calcula el error estándar e intervalo de confianza del porcentaje de biodegradación.

Error estándar del porcentaje de biodegradación: para determinar el error de la variable degradación, ver ecuación 11:

Ecuación 11. Error estándar del porcentaje de biodegradación

$$S_e = \sqrt{\left(\frac{S_m}{n_1}\right)^2 + \left(\frac{S_b}{n_2}\right)^2} * \left(\frac{100}{C_t}\right)$$

Dónde:

Se = Error estándar del porcentaje de biodegradación.

S_m , S_b = Desviaciones estándar de las cantidades de carbono gaseoso en la muestra y el blanco respectivamente.

n_1 , n_2 = número de repeticiones (triplicado) para la muestra y el blanco respectivamente.

Finalmente se calcula el intervalo de confianza para el porcentaje de biodegradación, ver ecuación 12.

Ecuación 12. Intervalo de confianza para el porcentaje de biodegradación

$$Ic (1 - \alpha) \% [\mu] = \bar{X}_n \pm (t * S_e)$$

$$\alpha = 0,05$$

t representa el valor de la distribución t para un $\alpha=0,05$ con $(n_1 + n_2 - 2)$ grados de libertad ($t=4$) y μ la media poblacional.

4 ANEXO

PROCESO BATACS NUEVO Y PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN

En este apartado, se expone el procedimiento del ensayo BATACS nuevo, presentando las pruebas de caracterización por separado; se presenta la estación de almacenamiento, implementos y equipos de seguridad industrial, equipos de respaldo energético; procedimiento de manejo de materiales y residuos, variables de proceso, cursograma analítico del ensayo y el estudio de reutilización de equipos de la planta de hidrólisis.

4.1 PROCEDIMIENTO BATACS DE LA NUEVA CÉLULA DE PROCESO

El procedimiento BATACS a realizarse en la nueva célula de proceso, se obtiene al adecuar los protocolos del grupo CYTBIA: “Acondicionamiento y caracterización de los materiales de prueba e inóculo metanogénico”, “Realización de pruebas de biodegradación anaerobia y preparación de inóculo metanogénico” y “Pruebas de caracterización y seguimiento empleados en el proceso de preparación del inóculo metanogénico” (Camacho R. , 2014), así: organizando información para cada etapa “Preparación de FORSU”, ver sección 4.1.1, “Preparación de Inóculo”, ver sección 4.1.2 y “Ensayo de Biodegradación”, ver sección 4.1.3, sin perder detalle de cada parte descrita, se mencionan las operaciones de caracterización realizadas en cada etapa sin detallarlas; las “Operaciones de caracterización” son once, se describen las seis que se realizan en la célula, ver sección 4.1.4 y se modelan por separado con el fin de ofrecer flexibilidad a la célula de proceso.

En relación con el anterior modelo BATACS, el nuevo presenta cambios significativos en las operaciones de caracterización al adicionar nuevas pruebas, siendo once en total; cinco de ellas se realizan en laboratorios externos, por tanto no se modelan. El modelo físico cambia casi en su totalidad.

4.1.1 Etapa de Preparación de FORSU

Formulación de FORSU

Se recolecta Fracción Orgánica de Residuos Sólidos Urbanos (FORSU) separadamente, en recipientes plásticos individuales (bidones) en las proporciones indicadas en la formulación para 20Kg, ver tabla 2.

Tabla 2. Formulación de FORSU nueva requerida en la etapa de preparación de inóculo

| Componente | Proporción % | Peso (Kg) |
|--------------------------|--------------|-----------|
| Vegetales | | |
| Desechos de lechuga | 18 | 8,1 |
| Desechos de repollo | 6 | 2,7 |
| Desechos de zanahoria | 2 | 0,9 |
| Desechos de tomate | 3 | 1,35 |
| Desechos de cebolla | 6 | 2,7 |
| Frutas | | |
| Desechos de banano | 7 | 3,15 |
| Desechos de naranja | 5 | 2,25 |
| Desechos de mandarina | 5 | 2,25 |
| Desechos de piña | 5 | 2,25 |
| Carbohidratos | | |
| Desechos de papa criolla | 8 | 3,6 |
| Desechos de papa | 8 | 3,6 |
| Desechos de yuca | 7 | 3,15 |
| Proteínas | | |
| Desechos de carne | 5 | 2,25 |
| Desechos de arveja | 8 | 3,6 |
| Desechos de frijol | 7 | 3,15 |

Fuente: Protocolos CYTBIA (Camacho, 2014).

La formulación se ajusta empíricamente hasta alcanzar una relación carbono nitrógeno de 25:1.

Preparación de FORSU

Se tritura manualmente (con cuchillo), hasta alcanzar un tamaño de partícula aproximado de máximo 3 cm. Se obtiene FORSU triturado (FORSU_T); se pesa cada componente de la FORSU_T, ver tabla 2 y se deposita en un bidón plástico de 60kg; se mezcla manualmente, hasta alcanzar una mezcla visiblemente homogénea; se esparce la mezcla en una malla plástica sobre el nivel del suelo y se seca a temperatura ambiente durante 2 días; posteriormente se seca durante 24 horas en horno a 55°C. Se obtiene FORSU_T seca (FORSU_TS); se tritura la FORSU_TS empleando un molino comercial hasta alcanzar un diámetro de partícula de 1mm a 5 mm; se obtiene FORSU_TST, se ubica el FORSU_TST en un bidón de 30 kg, se sella y agita manualmente por 5 minutos hasta alcanzar una mezcla visiblemente homogénea; se obtiene FORSU_TSTH, se almacena la FORSU_TSTH en un bidón sellado en un lugar fresco y seco.

El acondicionamiento inicial de la FORSU_TSTH se efectúa cada 3 meses; los residuos acondicionados son almacenados durante este periodo y paulatinamente utilizados.

Caracterización de FORSU

Se toma una muestra de 10g de FORSU_TSTH para caracterización y se realizan las pruebas: nitrógeno total y carbono orgánico total, ver sección 4.1.3.

4.1.2 Etapa de Preparación de Inóculo

Se mezcla 8 Kg de FORSU_TSTH con 16 Kg de inóculo líquido (lodo anaerobio) en el biodigestor anaerobio; se sella, se conectan los dispositivos de medición (pH y gases) y se activa el sistema de agitación (70 rpm) durante 20 minutos; se detiene la agitación, se extrae una muestra de 10 a 20 ml de la mezcla de FORSU_TSTH e inóculo líquido (FORSU_TSTH/INO), contenida en el reactor a través del sistema de extracción de muestra; se ajusta la velocidad de agitación del reactor a 70 rpm; se enciende el sistema de calentamiento hasta que se estabilice la temperatura a 55°C de la mezcla FORSU_TSTH/INO contenida en el biodigestor, se conserva por aproximadamente 30 días, inspeccionando que el proceso se mantenga en los valores adecuados, ver cuadro 5. Se obtiene INO_CRUDO.

Control de pH

Si el pH de la mezcla FORSU_TSTH/INO en el biodigestor se encuentra por debajo de 6.5, utilizar NaOH 6N hasta ajustarlo a pH = 6.5, así: se mide 5 ml de MA_ FORSU_TSTH/INO, se ubica en beaker de 50 ml y se agrega 25 ml de agua destilada, se prepara una solución de NaOH 6N, se ubica en una bureta de 25 ml; se calcula la cantidad de NaOH 6N necesaria para llevar la mezcla total de MA_ FORSU_TSTH/INO en el reactor anaerobio con la ecuación 13.

Ecuación 13. Cálculo cantidad NaOH 6N para control de pH

$$V_{NaOH\ 6N} = \frac{A * B}{C}$$

Donde.

V_{NaOH6N} = mililitros de NaOH 6N a ser introducidos en el reactor anaerobio

A = mililitros de NaOH 6N empleado para llevar a pH 6.5 la muestra

B = mililitros de MA_ FORSU_TSTH/INO en el reactor anaerobio

C = mililitros de muestra de MA_ FORSU_TSTH/INO

Se ajusta el pH de FORSU_TSTH/INO en el reactor anaerobio con NaOH 6N.

Registro de mediciones de volumen y composición de gas

Los volúmenes y composición de biogás generados serán medidos a diario con flujómetro y cromatógrafo de gas comercial para biogás (CH₄, CO₂ y H₂). El procedimiento dependerá de las características de operación de cada instrumento.

Caracterización de inóculo FORSU_TSTH/INO

Se realizan pruebas de caracterización para hacer seguimiento de parámetros en la frecuencia consignada, ver cuadro 4; se extrae muestra del biodigestor siguiendo los procedimientos de muestreo y preparación de muestras, ver sección 4.1.3.

Cuadro 4. Frecuencias medición de volumen y composición de gas parámetros de caracterización.

| Parámetro | Símbolo | Técnica | Norma | Frecuencia |
|---------------------------|---------|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------|
| Densidad | p | Volumen peso | APHA-AWWA-WEF 2710F | Cada 10 días |
| Humedad | H | Secado a peso constante 105°C | APHA-AWWA-WEF 2540 | Cada 3 días |
| Sólidos Totales | ST | Secado a peso constante 105°C | APHA-AWWA-WEF 2540 | Cada 3 días |
| Sólidos Volátiles | SV | Incinerado a peso constante 550°C | APHA-AWWA-WEF 2540 | Cada 3 días |
| Carbono orgánico total | COT | Oxidación por combustión húmeda | Walkley y Black ISO 14235:1998 | Cada 10 días |
| Carbono orgánico disuelto | COD | Oxidación por combustión húmeda | Walkley y Black ISO 14235:1998 | Cada 3 días |
| Alcalinidad | CaCO3 | Titulación | APHA-AWWA-WEF 2320B | Cada 3 días |
| Ácidos grasos volátiles | AGV | Cromatografía - Titulación | APHA-AWWA-WEF 5560B | Cada 3 días |
| Nitrógeno amoniacal | NH3 | Destilación – Titulación | APHA-AWWA-WEF 4500-NorgC | Cada 10 días |
| Nitrógeno Total | Ntotal | Kjeldahl | APHA-AWWA-WEF 4500-NorgC | Cada 3 días |
| pH | pH | Potenciómetro | APHA-AWWA-WEF 4500B | Todos los días |
| Volumen de Biogas | Vbiogas | Flujometro de gases | N/A | Todos los días |
| Metano | CH4 | Cromatografía | N/A | Todos los días |
| Dióxido de carbono | CO2 | Cromatografía | N/A | Todos los días |
| Hidrogeno | H2 | Cromatografía | N/A | Todos los días |

Fuente: Protocolos de Biodegradación Anaerobia del Laboratorio de Biotecnología (Camacho R. , 2014)

El desarrollo de la etapa de preparación de inóculo, tiene un comportamiento normal si cumple con estándares ASTM, ver cuadro 5.

Cuadro 5. Valores de referencia para las pruebas de caracterización del inóculo anaerobio

| Parámetro | Símbolo | Técnica | Norma | Frecuencia | Valores de referencia (ASTM D5511-12) |
|-------------------------|---------|------------------------|-------------|----------------|---------------------------------------|
| Ácidos grasos volátiles | AGV | Cromatografía de gases | ASTM D 2908 | Inicio – final | 1 g/Kg |

| | | | | | |
|-----------------|--------------------|---------------|------------------------|----------------|--------------|
| Nitrógeno Total | N _{total} | Kjeldahl | APHA 212 y ASTM D 2908 | Inicio – final | 0.5 - 2 g/Kg |
| pH | pH | Potenciómetro | ASTM D 4129 | Inicio – final | 7.5 – 8.5 |

Fuente: Protocolo de Biodegradación Anaerobia CYTBIA del Laboratorio de Biotecnología (Camacho, 2014).

El proceso de biodegradación anaerobio, tiene un buen desempeño siempre y cuando tenga el comportamiento indicado, ver cuadro 6.

Cuadro 6. Valores de referencia y comportamiento general de cada uno de los parámetros de caracterización en el proceso de biodegradación anaerobia

| Símbolo | Arranque (10 días) | Estabilización (30 días) | Ideal |
|-----------------------|-----------------------|--------------------------|-------------------------------------|
| ST | Disminuye | Disminuye | Inicial - 8% |
| SV | Disminuye | Disminuye | Inicial - 8% |
| COD | Aumenta | Disminuye | Inicial - 8% |
| CaCO ₃ | Disminuye | Aumenta - estable | 2 - 4 g/L |
| AGV | Aumenta – disminuye | Aumenta - estable | C3 (<3g/l), C1/C3 (<4), Tot (<4g/l) |
| AGV/CaCO ₃ | Aumenta | Disminuye - estable | 0.3 - 0.4 |
| N-NH ₄ | Aumenta | Estable (1500 mg /L) | < (1700 - 2000 mg /L) |
| NaOH 6N | Alta | Nula | 10 ml/día |
| % Elim. | Aumenta | Aumenta (40%) | 50% |
| pH | Disminuye - aumenta | Estable (7,5 – 8,5) | 8 |
| L/d | Aumenta - disminuye | Estable 45-100mL/Ldig | |
| %CH ₄ | Bajo-Aumenta | Estable 55% | 60% |
| %CO ₂ | Alto-Disminuye | Estable 45% | 40% |
| %H ₂ | Alto (<20%) Disminuye | Nula | 0% |

Fuente: Protocolo de Biodegradación Anaerobia CYTBIA del Laboratorio de Biotecnología (Camacho, 2014).

Registro de información

La información de todo el proceso, debe registrarse conforme con los formatos que establezca el grupo CYTBIA, en el Anexo 5 se proponen archivos Excel para esto, se adjuntan de forma digital en un CD que acompaña este documento en la carpeta “Reportes”.

4.1.3 Etapa de Ensayo de Biodegradación

Preparación de materiales de Prueba

Conforme con la norma ISO 10210: 2012 (ISO, 2012), se preparan los materiales de prueba así: se enfría por cinco minutos con dióxido de carbono sólido (refrigerante), se corta a un tamaño de 1cmx1cmx1cm, luego se muele junto al refrigerante en molino, procurando que permanezca en una temperatura inferior a la temperatura de transición vítrea, luego, se tamiza primero con tamiz malla de 60 y luego con malla 120, la fracción de 120 se mantiene como muestra de ensayo, fracciones superiores o inferiores se descartan, finalmente, se inspecciona el tamaño de partículas, tomando como mínimo 100, se realiza por inspección visual.

Caracterización de materiales de prueba

Los materiales de prueba que serán empleados en el ensayo de biodegradación anaerobia de polímeros, se preparan para ser caracterizados y se realizan las pruebas: a) Sólidos totales b) Sólidos volátiles acordes con la norma APHA 2540 c) Carbono orgánico total acorde a la norma ASTM D 4129, ver sección 4.1.3.

Cuantificación de réplicas de materiales de prueba

Se calcula y pesa en balanza analítica tres réplicas (R1, R2, R3), que contengan 20 g de sólidos volátiles (cada replica), de cada uno de los materiales de prueba y consignan los pesos reales, se registran todos los valores

Ejemplo:

Muestra: Celulosa como referencia positiva (así para cada muestra)
% S.T. Medidos por secado a 110 °C a hasta peso constante = 95%
% S.V. Medidos por incineración a 550 °C = 98% en base seca.

Muestra de celulosa a pesar = $20 \text{ g} / (0.95 * 0.98) = 21.5 \text{ g}$

Se obtienen 6 réplicas divididas de la siguiente manera:

Replica 1 de la referencia positiva = (R1_RP)
Replica 2 de la referencia positiva = (R2_RP)
Replica 3 de la referencia positiva = (R3_RP)
Replica 1 de la muestra de ensayo = (R1_ME)
Replica 2 de la muestra de ensayo = (R2_ME)
Replica 3 de la muestra de ensayo = (R3_ME)

Post-fermentación de Inóculo

Se mezcla durante 10 minutos el contenido del biodigestor anaerobio agitando a 70 rpm, se extrae 15 Kg de inóculo del reactor anaerobio (INO_CRUDO) y se deposita inmediatamente en el sistema de post-fermentación; se incuba durante 7 días a 55°C sin agitación.

Al finalizar el proceso de post-fermentación y sin extraer del recipiente de post-fermentación, se mezcla el inóculo lenta y cuidadosamente con la mano (emplear guantes de látex que cubran el antebrazo, se verifica visualmente la homogeneidad, se obtiene INO_MEZC.

Caracterización de inóculo pos fermentado

Se extrae 100ml de inóculo del recipiente de post-fermentación INO_MEZC de acuerdo al protocolo general de muestreo, ver sección 4.1.3, se preparan las muestras y se realizan las pruebas de caracterización con la frecuencia definida, ver cuadro 4; la prueba AGV, carbono orgánico total y carbono orgánico disuelto se realizan en laboratorio externo.

Ensayo de biodegradación de materiales de prueba

Se extrae 1000 g de INO_MEZC del recipiente de post-fermentación y se deposita en una taza plástica de interior liso, en la misma se deposita R1_RP y se mezcla manualmente durante 3 minutos; se repite la operación con la muestra de ensayo, para obtener 6 réplicas.

Se obtienen 6 mezclas de INO_MEZC + réplica divididas de la siguiente manera

Inóculo + Replica 1 de la referencia positiva = (INO_MEZC/R1_RP)
Inóculo + Replica 2 de la referencia positiva = (INO_MEZC/R2_RP)
Inóculo + Replica 3 de la referencia positiva = (INO_MEZC/R3_RP)
Inóculo + Replica 1 de la muestra de ensayo = (INO_MEZC/R1_ME)
Inóculo + Replica 2 de la muestra de ensayo = (INO_MEZC/R2_ME)
Inóculo + Replica 3 de la muestra de ensayo = (INO_MEZC/R3_ME)

Se extrae 1000 g de INO_MEZC del recipiente de post-fermentación, se deposita en una taza plástica de interior liso y se mezcla manualmente durante 3 minutos. Se repite la operación tres veces con el objeto de obtener tres réplicas de inóculo sin muestra que será empleado como blanco.

Se obtiene 3 mezclas de inóculo como blanco:

Inóculo para blanco 1 = (INO_MEZC/B1)

Inóculo para blanco 2 = (INO_MEZC/B2)

Inóculo para blanco 3 = (INO_MEZC/B3)

Nota: se sella nuevamente el recipiente de post-fermentación con el inóculo restante en su interior.

Se pesa uno de los bioreactores (R2L) (vacío) del equipo de biodegradación anaerobia, depositar en R2L el INO_MEZC/R1_RP y esparcir uniformemente. Se compacta suavemente con la mano y se pesa el conjunto R2L + INO_MEZC/R1_RP. Se repite la operación para cada uno de los 6 conjuntos Inóculo + Réplica, se registran todos los valores

Se obtienen 6 bioreactores (R2L) configurados de la siguiente manera

Bioreactor 1 que contiene INO_MEZC/R1_RP = (R2L_1)

Bioreactor 2 que contiene INO_MEZC/R2_RP = (R2L_2)

Bioreactor 3 que contiene INO_MEZC/R3_RP = (R2L_3)

Bioreactor 4 que contiene INO_MEZC/R1_ME = (R2L_4)

Bioreactor 5 que contiene INO_MEZC/R2_ME = (R2L_5)

Bioreactor 6 que contiene INO_MEZC/R3_ME = (R2L_6)

Se pesa uno de los R2L (vacío), depositar en R2L el INO_MEZC/B1 y esparcir uniformemente. Se compacta suavemente con la mano y pesar el conjunto R2L + INO_MEZC/B1. Se repite la operación para cada una de las 3 réplicas de blanco, se registra todos los valores.

Se obtienen 3 Reactores (R2L) configurados de la siguiente manera:

Bioreactor 7 que contiene INO_MEZC/B1 = (R2L_7)

Bioreactor 8 que contiene INO_MEZC/B2 = (R2L_8)

Bioreactor 9 que contiene INO_MEZC/B3 = (R2L_9)

Ubicar los 9 bioreactores en el sistema de calentamiento del equipo de biodegradación anaerobia, sellar herméticamente cada bioreactor, conectar cada reactor al sistema de medición de gases (volumen y composición).

Medir la temperatura ambiental y presión atmosférica del cuarto donde está ubicado el equipo de biodegradación, se registran todos los valores.

Se activa el sistema de calentamiento del equipo de biodegradación (horno) a $52 \pm 2^\circ\text{C}$, iniciando la incubación; se registra fecha y hora de inicio. Se realizan mediciones diarias del volumen y composición del gas (metano y dióxido de carbono) de cada uno de los bioreactores del equipo de biodegradación anaerobia; antes de iniciar cada una de las mediciones, se registra la presión y

temperatura ambiental. Se extiende el ensayo hasta que la referencia positiva y/o la muestra de ensayo no generen más gas, aproximadamente 30 días.

Se apaga la calefacción del horno del equipo de biodegradación, para permitir el enfriamiento del sistema durante 8 horas hasta alcanzar la temperatura ambiente.

Caracterización de mezcla degradada del ensayo

Preparación de mezcla degradada para caracterización

Se extraen los bioreactores R2L_1 del equipo de biodegradación; se pesa y se repite la operación con cada uno de los 12 R2L_?; se transfiere el contenido de los tres reactores de referencia positiva a una taza plástica y se mezcla manualmente durante 1 minuto (usar guantes), se repite la operación para las otras series de tres bioreactores que contienen material de ensayo y blanco degradados. Se obtienen los siguientes productos:

Contenido mezclado de R2L_1 = TCMR_P
Contenido mezclado de R2L_2 = TCMR_P
Contenido mezclado de R2L_3 = TCMR_P
Contenido mezclado de R2L_4 = TCMR_ME
Contenido mezclado de R2L_5 = TCMR_ME
Contenido mezclado de R2L_6 = TCMR_ME
Contenido mezclado de R2L_7 = TCMR_B
Contenido mezclado de R2L_8 = TCMR_B
Contenido mezclado de R2L_9 = TCMR_B

Se extrae de la tasa plástica la muestra degradada TCMR_?. De acuerdo al procedimiento general de extracción de muestras y se prepara para caracterización, ver sección 4.1.3; se efectúan las pruebas de caracterización de mezcla degradada a cada uno de los TCMR_?, en las frecuencias consignadas, ver cuadro 4.

Cálculos

Pérdida de peso

Se calcula la pérdida de peso de cada uno de los 12 R2L_?, ver ecuación 14.

Ecuación 14. Cálculo de pérdida de peso

$$PP_{R2L_?} = R2L_{-?_{inicial}} - R2L_{-?_{final}}$$

Dónde:

$PP_{R2L-?}$ = Pérdida de peso del reactor R2L_?
 $R2L_{-?}^{inicial}$ = Peso inicial del reactor R2L_?
 $R2L_{-?}^{final}$ = Peso final del reactor R2L_?

Se convierte el volumen de gas diario generado por cada uno de los 12 R2L_? a volumen seco en condiciones estándares de temperatura y presión , ver ecuación 15.

Ecuación 15. Cálculo de Volumen diario de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión

$$VGDstp_{R2L-?} = VGD_{R2L-?} * \frac{Patm_n - Pw}{Patm_n} * \frac{273}{Tr_n} * \frac{Patm_n}{1013}$$

Dónde:

$VGD_{R2L-?}$ = Volumen diario de gas generado por el reactor R2L_?
 $VGDstp_{R2L-?}$ = Volumen diario de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_?
 $Patm_n$ = Presión atmosférica medida en el día n en hPa
 Pw = Presión de vapor de agua a temperatura Tr en hPa
 Tr_n = Temperatura ambiental en el día n en K

Volumen total de gas seco en condiciones estándares de temperatura y presión generada

Se calcula el volumen total de gas seco en condiciones estándares de temperatura y presión generada por cada uno de los 12 R2L_?, ver ecuación 16:

Ecuación 16. Cálculo de Volumen total de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión

$$VTGstp_{R2L-?} = \sum_{i=n} VGDstp_{(R2L-?)_n}$$

Dónde:

$VTGstp_{R2L-?}$ = Volumen total de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_?
 $VGDstp_{(R2L-?)_n}$ = Volumen diario de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_? en el día n

Volúmenes de metano y dióxido de carbono totales secos en condiciones estándar de temperatura y presión

Se calculan los volúmenes de metano y dióxido de carbono totales secos en condiciones estándar de temperatura y presión, generados por cada uno de los 12 R2L_?, ver ecuación 17.

Ecuación 17. Cálculo de Volumen total de metano seco en condiciones estándar de temperatura y presión

$$VTstpCH4_{R2L_{-?}} = \sum_{i=n} (VGDstp_{(R2L_{-?})_n} * \%CH4_n)$$

$$VTstpCO2_{R2L_{-?}} = \sum_{i=n} (VGDstp_{(R2L_{-?})_n} * \%CO2_n)$$

Dónde:

- $VTstpCH4_{R2L_{-?}}$ = Volumen total de metano seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_?
- $VTstpCO2_{R2L_{-?}}$ = Volumen total de dióxido de carbono seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_?
- $VGDstp_{R2L_{-?}n}$ = Volumen diario de gas seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_? en el día n
- $\%CH4_n$ = Porcentaje de CH4 medido del gas generado en el día n
- $\%CO2_n$ = Porcentaje de CO2 medido del gas generado en el día n

Cantidad de carbono

Se calcula la cantidad de carbono contenida en el gas generado por cada uno de los 12 R2L_?, ver ecuación 18.

Ecuación 18. Cálculo de Carbono gaseoso contenido en el gas producido por el reactor

$$CG_{R2L_{-?}} = \frac{(VTstpCO2_{R2L_{-?}} + VTstpCH4_{R2L_{-?}})}{22.4} * 12$$

Dónde:

$VTstpCH4_{R2L_{-?}}$ = Volumen total de metano seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_?

$VTstpCO2_{R2L_{-?}}$ = Volumen total de dióxido de carbono seco en condiciones estándar de temperatura y presión generado por el reactor R2L_?

$CG_{R2L_{-?}}$ = Carbono gaseoso contenido en el gas producido por el reactor R2L_?

Promedio de cantidad de carbono y la varianza de las cantidades de carbono gaseoso producidas por de cada material de prueba y el blanco

Calcular el promedio de cantidad de carbono y la varianza de las cantidades de carbono gaseoso producidas en cada material de prueba y el blanco, ver ecuaciones 19 y 20.

Ecuación 19. Cálculo de Promedio de la cantidad de gas generado por el material de prueba (mp)

$$\overline{CG}_{mp} = \frac{\sum_{i=?} CG_{R2L_{-?}}}{?}$$

Ecuación 20. Cálculo de varianza de CG_{mp}

$$S^2_{mp} = \frac{\sum_{i=?} (CG_{R2L_{-?}} - \overline{CG}_{mp})^2}{n}$$

Dónde:

CG_{mp} = Promedio de la cantidad de gas generado por el material de prueba (mp) donde mp se refiere a Referencia Positiva (RP), Referencia Negativa (RN), Muestra de Ensayo (ME) o Blanco (B)

$CG_{R2L_{-?}}$ = Carbono gaseoso contenido en el gas producido por el reactor R2L_? que corresponde a la réplica de cada mp

S^2_{mp} = varianza de CG_{mp}

Ejemplo: $CG_{R2L_{-1}}$, $CG_{R2L_{-2}}$, $CG_{R2L_{-3}}$ corresponde al carbono gaseoso generado por las tres réplicas de la RP (R1_RP, R2_RP, R3_RP) contenidas en los reactores R2L_1, R2L_2, R2L_3 por tanto:

$$\overline{CG}_{RP} = \frac{CG_{R2L_{-1}} + CG_{R2L_{-2}} + CG_{R2L_{-3}}}{3}$$

$$S^2_{RP} = \frac{[(CG_{R2L_{-1}} - \overline{CG}_{RP}) + (CG_{R2L_{-2}} - \overline{CG}_{RP}) + (CG_{R2L_{-3}} - \overline{CG}_{RP})]^2}{3}$$

Porcentajes de biodegradación

Calcular los porcentajes de biodegradación, para cada uno de los 12 R2L_?, ver ecuación 21.

Ecuación 21. Cálculo de Porcentaje de biodegradación del material de prueba

$$\% B_{mp} = \frac{\overline{CG}_{mp} - \overline{CG}_B}{C_{mp}} * 100$$

Dónde:

CG_B = Carbono gaseoso promedio generado por el blanco

C_{mp} = Carbono Total, contenido en el material de prueba

$\%B_{mp}$ = Porcentaje de biodegradación del material de prueba

Error estándar de los porcentajes de biodegradación

Calcular el error estándar de los porcentajes de biodegradación, ver ecuación 22.

Ecuación 22. Cálculo de Porcentaje de biodegradación del material de prueba

$$Se_{mp} = \left(\sqrt{\frac{S_{mp}^2}{n1} + \frac{S_B^2}{n2}} \right) * \frac{100}{C_{mp}}$$

Dónde:

Se_{mp} = Error estándar del porcentaje de biodegradación del material de prueba

S_B^2 = Desviación estándar de CG_B

$n1$ = Numero de réplicas, evaluadas del material de prueba (3 en este caso)

$n2$ = Numero de réplicas, evaluadas del blanco (3 en este caso)

Cálculo del intervalo de confianza

Calcular el intervalo de confianza con el 95% de los porcentajes de biodegradación, ver ecuación 23.

Ecuación 23. Cálculo de Porcentaje de biodegradación del material de prueba

$$IC95\% B_{mp} = \%B_{mp} \pm (t * Se_{mp})$$

Dónde:

$IC95\%B_{mp}$ = Intervalo de confianza al 95% del porcentaje de biodegradación del material de prueba ($\%B_{mp}$)

t = valor de la distribución t para un $\alpha=0,05$ con $(n_1 + n_2 - 2)$ grados de libertad ($t=4$)

Validación del ensayo: si la referencia positiva no exhibe un porcentaje de biodegradación del 70% o mayor durante los primeros 30 días de ensayo, con una desviación del 20%, la prueba tiene que ser declarada invalida y repetirse con inóculo nuevo.

4.1.4 Pruebas de Caracterización

Para determinar si el ensayo de biodegradación anaerobia se desarrolla en normalidad, se realizan pruebas de caracterización; en el cuadro 4 antes

expuesto, se presenta la frecuencia de realización, en el cuadro 5 y 6 se muestran los valores de referencia que deben presentarse en las etapas de preparación de inóculo y ensayo de biodegradación.

A continuación, se mencionan las once pruebas de caracterización, se presentan las cinco que son realizadas en la célula de proceso, exponiendo también los procedimientos de extracción y preparación de muestras, requeridos para caracterizar muestras de inóculo.

Determinación de la densidad

El procedimiento plasmado para la determinación de la densidad en el Protocolo (Camacho R. , 2014), se establece basado en los métodos estandarizados de la APHA-AWWA-WEF 2710F. Se describe exclusivamente el procedimiento general omitiendo los aspectos concernientes al control de calidad de la prueba, la calibración de los instrumentos y seguridad, para mayor detalle consultar la norma.

Se pesa en balanza analítica una probeta vacía de 100 ml; se registra el peso. Se deposita en la probeta 100 ml de muestra de análisis; se registra el volumen; se pesa el conjunto en probeta, más muestra de análisis en balanza analítica; se registra el peso.

Por ejemplo, para calcular densidad de FORSU_TSTH, ver ecuación 24:

Ecuación 24: Cálculo de la densidad

$P_{\text{FORSU}} = (\text{Peso del conjunto probeta} + \text{muestra de análisis}) - (\text{Peso de la probeta vacía})$

$$\rho = \frac{P_{\text{Muestra}}}{V_{\text{Muestra}}}$$

Dónde:

ρ = densidad de muestra de análisis en g/ml

P_{FORSU} = Peso de muestra de análisis

V_{FORSU} = Volumen de muestra de análisis.

Cuantificación de humedad, sólidos totales y sólidos volátiles

El procedimiento se establece basado en los métodos estandarizados de la APHA-AWWA-WEF 2540G (Camacho, 2014), se realiza por duplicado. Se describe el procedimiento general, omitiendo los aspectos concernientes al control de calidad de la prueba, la calibración de los instrumentos y seguridad. Para mayor detalle consultar la norma.

Alistamiento de equipos

Precalentar una mufla a 550°C. Lavar con agua destilada 2 crisoles de porcelana vacíos, ubicarlos en la mufla precalentada a 550°C e incinerar durante 1 hora. Retirar los crisoles vacíos de la mufla y dejarlos enfriar a temperatura ambiente hasta que alcancen aproximadamente 70°C. Almacenar los crisoles en un desecador.

Cuantificación de Sólidos Totales y Humedad

Se realiza por duplicado.

Preparación de muestras en crisol

Tomar los crisoles almacenados anteriormente, pesarlos individualmente en balanza analítica, tarar y registrar el peso.

Muestras a caracterizar

Tomar 40 g (20 g por replica) de muestra a caracterizar, ubicarla en un beaker de 50 ml y mezclar enérgicamente, durante 5 minutos con varilla de vidrio.

Pesar 15 g (por réplica) de muestra de análisis, mezclada en un crisol preparado, esparciendo uniformemente (repetir operación con la segunda replica de 15 g); registrar los pesos.

Cubrir los conjuntos crisol y muestra de análisis con un vidrio reloj cada uno.

Preparación de material de prueba

El material de prueba a caracterizar debe triturarse antes en molino analítico, se pesa 5 g (por replica) en un crisol preparado, esparciéndolo uniformemente (se repite la operación con la segunda replica de 5 g) y se registran los pesos.

Se cubren los conjuntos crisol y muestra de análisis con un vidrio reloj.

Desecar muestra

Ubicar los conjuntos (crisol, muestra y vidrio reloj) anteriores en un baño maría a 90°C durante 2 horas. Precalentar el horno de secado a 105°C. Ubicar los conjuntos en el horno precalentado durante 1 hora. Retirar los conjuntos del horno, ubicar inmediatamente en desecador y permitir el enfriamiento hasta temperatura ambiente. Pesar los conjuntos (crisol y muestra (sin vidrio reloj)) en balanza analítica. Repetir las fases "desecar muestra" hasta que la variación en peso no supera el 4%; registrar los pesos finales.

Calcular el porcentaje de sólidos totales y humedad

Se calculan de acuerdo con las ecuaciones 24 y 25 (se debe calcular promedio, desviación estándar e intervalo de confianza).

Ecuación 25. Cálculo de sólidos totales

$$\%S.T. = \frac{(A - B) * 100}{C}$$

Ecuación 26. Cálculo de humedad

$$\%H = 100 - \%S.T.$$

Dónde:

A = g del conjunto (crisol, muestra)

B = g del crisol vacío

C = g de muestra pesada

Cuantificación de Sólidos Volátiles y Sólidos Fijos

Incineración de muestra

Esta prueba se realiza por duplicado.

Repetir el procedimiento de “preparación de muestras en crisol”. Ubicar los conjuntos (crisol con muestras de polímero e inóculo), tapando cada uno con vidrio reloj y registrar peso; ubicar un sobre mechero a gas e incinerar por 15 minutos. Ubicar los conjuntos, más el conjunto del material de prueba, en una mufla fría, encender la mufla e incinerar durante 2 horas a 550°C. Extraer los conjuntos del numeral anterior de la mufla, ubicar en desecador y permitir el enfriamiento a temperatura ambiente. Pesar los conjuntos del numeral anterior. Repetir las operaciones de “incineración de muestra” (con mufla caliente y durante 30 minutos) hasta que la variación en peso no supere el 4%; registrar los peso finales.

Calcular el porcentaje de sólidos volátiles y sólidos fijos, ver ecuaciones 27 y 28 (se debe calcular promedio y desviación estándar).

Nota: Para facilitar el manejo y traslado de los crisoles, estos se pueden dejar sobre una lámina de madera dura de 2.5 cm de espesor, para posteriormente, ser introducidos a la mufla y/o horno

Ecuación 27. Cálculo de sólidos volátiles

$$\%S.V. = \frac{(C - D) * 100}{A - B}$$

Ecuación 28. Cálculo de sólidos fijos

$$\%S.F. = 100 - \%S.V.$$

Dónde:

A = g del conjunto (crisol, muestra)

B = g del crisol vacío

C = g de g del conjunto (crisol, muestra, vidrio reloj)

D = g de crisol vacío + g del vidrio reloj

Carbono orgánico total (COT) y carbono orgánico disuelto (COD)

El procedimiento se establece, con el método semicuantitativo de medición de carbono total oxidable, planteado por Walkley y Black (Camacho, 2014); éstas pruebas serán realizadas en laboratorio externo; para muestra de ensayo y blanco se solicita por duplicado.

Alcalinidad

El procedimiento plasmado en este apartado se establece con base a los métodos estandarizados de la APHA-AWWA-WEF 2320B (Camacho, 2014). Se Describe exclusivamente el procedimiento general omitiendo los aspectos concernientes al control de calidad de la prueba, la calibración de los instrumentos y seguridad. Para mayor detalle consultar la norma. Se realiza por duplicado.

Preparación de Na₂CO₃ 0.05 N

Secar 1.5g de Na₂CO₃ (Estándar Primario) a 250°C durante 4 horas, enfriar en desecador hasta temperatura ambiente. Se obtiene Na₂CO₃_S. Pesar 0.6250 g de Na₂CO₃_S en un Erlenmeyer de 250 ml; registrar el peso. Agregar al Erlenmeyer agua destilada hasta completar un volumen de 250 ml. Se obtiene Na₂CO₃_0.05N. Sellar el Erlenmeyer con papel vinipel.

Nota: conservar Na₂CO₃ 0.05N a 4°C por máximo una semana. Al momento de utilizar Na₂CO₃ 0.05N, conservar a temperatura ambiente.

Preparación de H₂SO₄ 0.02 N

Ubicar en balón aforado de 1000 ml, 300 ml de agua desionizada y agregar lentamente 2.8 ml de H₂SO₄ al 98% (medido con pipeta volumétrica) y aforar con agua desionizada. Se obtiene H₂SO₄_0.01N

Ubicar en balón aforado de 1000 ml, 300 ml de agua desionizada y agregar 200 ml de H₂SO₄_0.01N y aforar con agua desionizada. Se obtiene H₂SO₄_0.02N.

Nota: Conservar H₂SO₄_0.02N. Al momento de utilizar H₂SO₄_0.02N, conservar a temperatura ambiente. Siempre estandarizar con Na₂CO₃_0.05N antes de su uso como titulante.

Estandarización de H₂SO₄ 0.02 N

Agregar en un beaker de 100 ml, 40 ml de Na₂CO₃_0.05N (medido con pipeta volumétrica), 50 ml de agua desionizada (medido con pipeta volumétrica) y un agitador magnético. Mezclar en plancha de agitación magnética por 1 minuto. Titular potenciométricamente (empleando pH-metro) la mezcla anterior con H₂SO₄_0.02N hasta pH 4.5. Registrar el volumen de H₂SO₄_0.02N empleado en la titulación.

Nota: Mezclar con agitador después de cada adición de H₂SO₄_0.02N y detener agitación el momento de introducir el electrodo del pH-metro.

Calcular la normalidad de H₂SO₄_0.02N

Se calcula de acuerdo con la ecuación 29, se obtiene H₂SO₄_0.02N_E

Ecuación 29. Cálculo de la normalidad de H₂SO₄_0.02N

$$N_{H_2SO_4} = \frac{A * B}{53 * C}$$

Dónde:

A = gramos de Na₂CO₃_S agregados al Erlenmeyer de 250 ml

B = mililitros de Na₂CO₃_0.05N tomados para la titulación

C = mililitros de H₂SO₄_0.02N empleado en la titulación

Cálculo de alcalinidad

Lavar todo el material de vidrio con jabón neutro y agua destilada y secar en horno a 105°C por 1 hora. Tomar con pipeta aforada una alícuota de 25 ml de muestra de análisis (por replica), ubicarla en beaker de 50 ml e introducir agitador magnético (repetir operación con la otra replica de 25 ml). Titular potenciométricamente (empleando pH-metro) las mezclas del numeral anterior con H₂SO₄_0.02N_E hasta pH 4.5.

Nota: Cuando se acerque al pH final, agregar titulante gota a gota y mezclar con agitador magnético. Verificar estabilidad del pH antes de agregar más titulante

Registrar los volúmenes de H₂SO₄_0.02N_E empleado en la titulación de cada réplica.

Calcular alcalinidad total

Se calcula de acuerdo con la ecuación 30, promedio y desviación estándar, y se registra el valor.

Ecuación 30. Cálculo de alcalinidad total

$$\text{Alcalinidad (gCaCO}_3 / \text{Kg)} = \left(\frac{A * B * 50}{C} \right) * 10$$

Dónde:

A = mililitros de H₂SO₄_0.02N_E empleado en la titulación

B = Normalidad de H₂SO₄_0.02N_E

C = mililitros de muestra empleada

Cuantificación de acidez volátil total (AGV)

El procedimiento se establece basándose en los métodos estandarizados de la APHA-AWWA-WEF 5560B (Camacho, 2014); esta prueba se realiza en laboratorio externo para muestra y blanco.

Medición de pH

El procedimiento plasmado en este apartado, se toma de los protocolos del grupo CYTBIA (Camacho, 2014) establecido con métodos estandarizados de la APHA-AWWA-WEF 4500-H+. Se Describe exclusivamente el procedimiento general omitiendo los aspectos concernientes a control de calidad de la prueba, la calibración de los instrumentos y seguridad. Para mayor detalle consultar la norma.

Se verifica que esté calibrado el sensor, luego se debe: ubicar en beaker de 20 ml, 10 ml de muestra de análisis, introducir agitador magnético, ubicar el beaker en plancha de agitación y agitar suavemente por 5 minutos. Sumergir completamente la punta del electrodo y sonda de temperatura del pHmetro en el beaker del numeral anterior, leer el pH y aplicar corrección por temperatura; registrar pH y temperatura.

Nitrógeno Orgánico Total y Nitrógeno Amoniacal

El procedimiento se establece con base a los métodos estandarizados de la APHA-AWWA-WEF 4500-N_{org}C (semi-micro-Kjhldeahl) y 4500-NH₃C (Camacho, 2014); éstas pruebas serán realizadas en laboratorio externo; se realiza duplicado de muestra y monoplificado de blanco.

Procedimiento general de muestreo

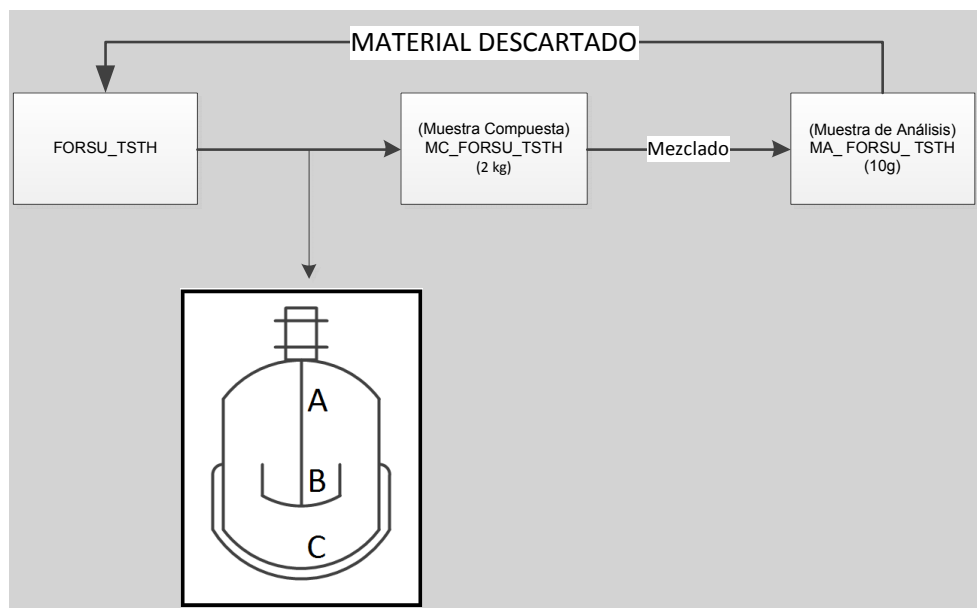
Para la toma de muestra, se empleará el procedimiento consignado por la Autoridad Panameña de Seguridad de Alimentos, en su "Manual de Procedimiento

de Muestreo para alimentos a granel”, que consiste en sondear cinco lugares: un sondeo en el centro (A), un sondeo en cada una de las esquinas opuestas (B), el último sondeo en cada una de las dos esquinas restantes (C). Finalmente, se agrupan las muestras elementales obtenidas, en un conjunto denominado muestra compuesta, que se reducirá hasta obtener la muestra de análisis.

Este procedimiento se realiza para FORSU_TSTH/INO e INO_CRUDO: se extrae por sondeo en tres puntos 100 ml de muestra compuesta de FORSU_TSTH/INO contenido en el bioreactor según indica la figura 13 y se deposita en beaker de 150 ml. Se obtiene MC_ FORSU_TSTH/INO e MC_ INO_CRUDO; se mezcla con varilla de vidrio por 5 minutos; se pesa en beaker de 100 ml, 5g de muestra; se obtiene la muestra de análisis MA_ FORSU_TSTH/INO y MC_ INO_CRUDO respectivamente. Se retorna el remanente de las muestras al reactor, ver figura 6.

Para INO_MEZC, TCMR_P, TCMR_ME y TCMR_B respectivamente, se extrae por sondeo en tres puntos 100ml de muestra compuesta, se coloca en beaker de 150 ml, y se agita por 3 minutos con plancha de agitación, se pesa en beaker de 100 ml 5g de muestra para obtener las muestras de análisis respectivas.

Figura 6. Esquema para la toma una muestra de FORSU_TSTH/INO.



Fuente: Protocolo de Biodegradación Anaerobia CYTBIA del Laboratorio de Biotecnología (Camacho, 2014)

Nota: Si se requiere almacenamiento, ubicar las MA_ FORSU_TSTH/INO en botella de polietileno totalmente sellada y almacenar por no más de 72 horas a 4°C. Rotular con Nombre (Ej: MA_ FORSU_TSTH/INO N°1), Fecha y hora de recolección de la muestra

Procedimiento general de preparación de muestras FORSU_TSTH/INO

Para efectuar la cuantificación de N-NH₄, N_{org}-Total, Alcalinidad, Acidez Total, COD y COT de inóculo o mezcla degradada, las muestras se tratan según el protocolo de extracción de componentes, por lixiviación para su análisis en fase líquida desarrollado por Álvarez, 2005; quien efectuó ensayos de extractabilidad de estos componentes, mediante la aplicación de procesos de lixiviación en los que se tomaron muestras a diferentes instantes, para determinar el tiempo necesario para la optimización del proceso¹. Los ensayos realizados mostraron que la extracción del 99% de la materia orgánica como COT y la estabilidad en el valor de la conductividad se alcanzaba antes de los 30 minutos de lixiviación. No obstante se realizará lixiviación de 2 horas para asegurar la total liberación de las sustancias solubles.

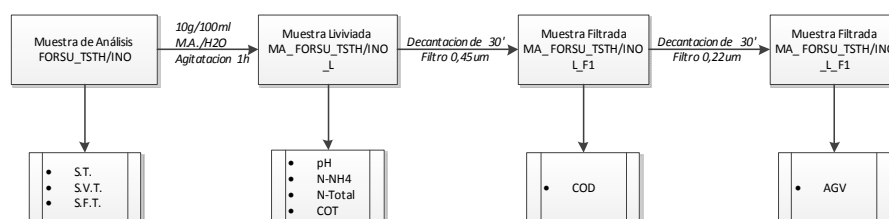
Se extrae 5g de MA_ FORSU_TSTH/INO, se ubica en beaker de 100ml, y se afora con agua destilada Milli RO hasta 50 ml, se introduce un agitador magnético y durante 2 horas en plancha de agitación magnética se agita. Se obtiene MA_ FORSU_TSTH/INO lixiviada (MA_ FORSU_TSTH/INO _L).

Se extrae una alícuota de 10 ml de MA_ FORSU_TSTH/INO _L para la cuantificación de N-Total y una de 10 ml para cuantificación de alcalinidad. Se permite la decantación por gravedad de la mezcla en el beaker anterior durante 30 minutos.

Se filtra la mezcla decantada del numeral anterior empleando filtros de fibra de vidrio de 37 y 45 micras. Se obtiene el filtrado de MA_ FORSU_TSTH/INO _L: (MA_ FORSU_TSTH/INO _L _F1). Se extrae una alícuota de 20 ml de MA_ FORSU_TSTH/INO _L _F1 para la cuantificación de COD. Se almacena en botella plástica. Se filtra empleando filtros de fibra de vidrio de 37 y 45 micras. Se obtiene filtrado de MA_ FORSU_TSTH_RH_L_F1: (MA_ FORSU_TSTH_RH_L_F2). Se extrae una alícuota de 10 ml de MA_ FORSU_TSTH_RH_L_F2 para la cuantificación de Acidez Volátil Total. Se almacena en botella plástica, ver figura 7.

¹ÁLVAREZ, Gallego. Ensayo de diferentes procedimientos para el arranque de un proceso de co-digestión anaerobia seca de FORSU y lodos de depuradora en rango termofílico". Tesis doctoral. Cádiz. Universidad de Cádiz. Departamento de ingeniería química y tecnología de alimentos, 2010. 398 p.

Figura 7. Esquema para la preparación de las muestras de FORSU_TSTH/INO



Fuente: Protocolo de Biodegradación Anaerobia CYTBIA del Laboratorio de Biotecnología (Camacho & Aley, 2012)

4.2 PROCEDIMIENTO DE MANEJO DE LOS RESIDUOS

Los residuos generados en ensayo y pruebas deben ser almacenados de acuerdo con sus componentes, para garantizar la disposición final adecuada, donde puedan desactivarse o rescatar sus componentes, facilitar la manipulación evitando que causen problemas de salud al personal o que contaminen el medio ambiente. Deben seleccionarse envases apropiados, etiquetarlos y conservarlos en estantes convenientes.

Envases: para el envasado, almacenamiento y correspondiente separación de los residuos, tanto sólidos como líquidos, se propone utilizar recipientes plásticos (polietileno). El tamaño del recipiente depende de la cantidad generada de cada uno de los residuos, utilizándose preferencialmente de uno a dos litros. Los residuos líquidos se disponen en recipientes de boca angosta y los sólidos en recipientes de boca ancha, ver figura 8.

Figura 8. Envasado de residuos químicos









Fuente: protocolo de segregación laboratorio de Ingeniería Ambiental Universidad del Cauca (Benavides, Vivas, & Sarria, 2007)

Etiquetado e identificación de envases. Todos los envases se etiquetan, identificando claramente su contenido y acompañados de un pictograma que indica si se trata de un residuo corrosivo, reactivo, tóxico y/o inflamable. Los pictogramas de identificación de riesgo, ver tabla 3, fueron tomados de la clasificación que realiza la Comunidad Económica Europea, ésta clasificación es

utilizada como complemento para el almacenamiento de sustancias químicas en laboratorios o bodegas y es hecha en función de las propiedades fisicoquímicas, toxicologías, efecto en la salud y efecto sobre el ambiente que puedan causar las sustancias químicas manipuladas.

Tabla 3. Pictogramas utilizados para identificar la clase de riesgo

| Pictograma | Riesgo | Pictograma | Riesgo |
|---|------------|---|------------|
|  | Corrosivo |  | Tóxico |
|  | Explosivo |  | Nocivo |
|  | Comburente |  | Inflamable |

Fuente: protocolo de segregación laboratorio de Ingeniería Ambiental Universidad del Cauca (Benavides et al., 2007)

Los recipientes deben ser etiquetados con el tipo de residuo, concentración, nombre del laboratorio, responsable y fechas de eliminación; en este sentido se debe ir registrando en la botella, y durante su llenado, la última fecha de depósito del residuo en el recipiente correspondiente, con el fin de conocer el tiempo real de permanencia del residuo dentro del mismo y conocer las frecuencias aproximadas de eliminación de cada residuo químico.

Disposición de Residuos Químicos

Teniendo en cuenta las características de los residuos que se producen durante el ensayo de biodegradación anaerobia y las pruebas de caracterización, se clasifican los residuos generados ver cuadros 7 y 8.

Cuadro 7. Segregación de residuos químicos, teniendo en cuenta sus características químicas

| NÚMERO DE CLASIFICACIÓN | ESTADO | CARACTERÍSTICA DEL RESIDUO QUÍMICO SESEGADO |
|-------------------------|---------|---|
| 1 | LÍQUIDO | SOLVENTES E HIDROCARBUROS HALOGENADOS |
| 2 | LÍQUIDO | HIDROCARBUROS NO HALOGENADOS |
| 3 | LÍQUIDO | ÉTERES (ÚNICAMENTE) |
| 4 | LÍQUIDO | SOLVENTES ORGÁNICOS (con C, H, O, N, S) |
| 5 | LÍQUIDO | RESIDUOS PARA EL APROVECHAMIENTO AGROQUÍMICO Metales (Cu, Fe, Mn, Zn, B, Mo, Co, K, Ca, Mg), sales azufradas, fosfatos |
| 6 | LÍQUIDO | METALES PESADOS Metales (Al, Ba, Be, Cd, Cr, Sn, Ni, Ag, Pb, Ti, V, Pd, Pt) Semimetal (As) y No metal (Se). |
| 7 | LÍQUIDO | MERCURIO Y SALES DE MERCURIO |
| 8 | SÓLIDO | SUSTANCIAS SÓLIDAS NO BIODEGRADABLES |
| 9 | LÍQUIDO | ÁCIDOS Y BASES ÚNICAMENTE |

Fuente: Guía para la gestión integral de residuos químicos en el Comité de Gestión Integral de Sustancias y Residuos Químicos (Portilla, 2014)

Cuadro 8. Segregación de residuos químicos recuperables

| ESTADO | CARACTERÍSTICA DEL RESIDUO QUÍMICO SESEGADO |
|---------|---|
| LÍQUIDO | RESIDUOS DE ETANOL |
| LÍQUIDO | RESIDUOS DE ÁCIDO BENZOICO |
| LÍQUIDO | RESIDUOS DE HEXANO |
| SÓLIDO | RESIDUOS DE SÍLICA |

Fuente: Guía para la gestión integral de residuos químicos en el Comité de Gestión Integral de Sustancias y Residuos Químicos (Portilla, 2014)

De acuerdo con los residuos generados, se define la disposición final de los residuos para su segregación, ver cuadro 9.

Cuadro 9. Almacenamiento y disposición final de residuos generados en la célula de proceso BATACS nueva

| Etapas/Pruebas | Salidas | Característica | Almacenamiento | Disposición final |
|--|---|---------------------|-------------------------------|---|
| Preparación inóculo | Desechos de material orgánico | Orgánico | Bolsa naranja o gris | Planta de compostaje |
| | Desechos de FORSU | | Bolsa naranja o gris | Planta de compostaje |
| | Inóculo | | Bolsa naranja o gris | Cabina extractora de gases o incineración |
| | Metano y CO ₂ | Combustible | Bolsa de acumulación de gases | Aguas negras domiciliarias |
| | Agua residual con material orgánico | Orgánico | Tubería | |
| Ensayo de biodegradación | Metano y CO ₂ | Combustibles | Bolsa de acumulación de gases | Cabina extractora de gases o incineración |
| | Inóculo | Orgánico | Recipiente etiquetado (4) | Unidad de desactivación Unicauca |
| | Agua residual (de los productos degradados compuesta por sulfuro de hidrógeno y amoníaco) | Solventes orgánicos | | |
| Materia seca o sólidos totales y sólidos volátiles | Material orgánico calcinado | Orgánico | Bolsa naranja o gris | Planta de compostaje |
| Carbono orgánico oxidable total | Carbono orgánico oxidado | Orgánico | Bolsa naranja o gris | Planta de compostaje |
| | Otros Desechos | | | |

Fuente: propia, diciembre de 2014.

Lo anterior, permite reutilizar los residuos orgánicos en la planta de compostaje de la Facultad de Ciencias Agrarias que se construirá en el año 2015, así como aplicar técnicas para la desactivación, eliminación y/o recuperación de residuos químicos mediante la Unidad de Desactivación de Residuos Químicos de la Universidad del Cauca y de esta forma, es posible mitigar los impactos ambientales generados al realizar las pruebas de caracterización y el ensayo de biodegradación anaerobia. Los residuos químicos que no puedan ser tratados ni recuperados son enviados a la ruta de riesgo.

4.3 IMPLEMENTOS DE SEGURIDAD INDUSTRIAL

De acuerdo con la entrevista realizada a Catalina Zarama Ruiz (Zarama, 2014), jefe de Salud Ocupacional de la Universidad del Cauca, en los laboratorios debe tenerse en cuenta los riesgos químicos del personal, los responsables de laboratorios deben instruir al personal en normas de seguridad industrial y propender para que se lleven a cabo. Además de las medidas de control en el medio de trabajo, tales como las cabinas de extracción de gases y otros métodos de ventilación forzada, es necesario el uso de algunos implementos de protección personal de acuerdo con los riesgos de los productos químicos. Es necesario tener en cuenta:

- Preferir gafas protectoras y anti empañantes para dar una mayor protección.
- Usar careta con pantalla o monogafas de ventilación lateral facial en polivinilocloruro para labores de transvase o donde se presente riesgo de salpicaduras, cuando se requiera simultáneamente el uso de respiradores con cartucho químico de acuerdo con el tipo de sustancia al que se está expuesto.
- Elegir guantes, según el riesgo al que se está expuesto. Pueden ser de látex, neopreno o caucho natural.
- Exigir el uso de bata de laboratorio. Las de manga larga garantizan mayor protección en caso de presentarse algún tipo de accidente o derrame de reactivos, debe ser uno de los requisitos indispensables para ingresar o permanecer en el laboratorio.

Equipo para derrames de sustancias químicas

El área de almacenamiento debe contar por lo menos con el siguiente equipo y materiales para el control de derrames o escapes:

1. Almohadillas para ácidos, bases u otras sustancias químicas.
2. Gafas
3. Guantes de goma y de tela
4. Delantales
5. Protectores para la cara
6. Botas de goma
7. Equipo de limpieza para mercurio, si tiene este tipo de sustancia almacenada
8. Cinta rayada en amarillo y negro para control de acceso
9. Rótulos de Peligro
10. Bolsas de plástico resistente
11. Pala, de material que no pueda crear electricidad estática
12. Escoba
13. Recogedor
14. Respiradores
15. Balde

4.4 ESTACIÓN DE ALMACENAMIENTO DE MATERIALES Y RESIDUOS

En la célula de proceso de biodegradación anaerobia, se debe establecer un almacén para materiales y residuos. Para ello deben seleccionarse estantes adecuados que garanticen la preservación de los reactivos y evite accidentes al personal.

Estantería

El material más recomendado para las estanterías es el metal. El estante debe mantenerse asegurado a la pared para evitar que se mueva y preferiblemente las bandejas deben ser contenedoras. El estante debe llenarse de tal manera que los recipientes que contienen líquidos y son de mayor capacidad vayan abajo, los frascos altos hacia atrás y los pequeños adelante; los productos más peligrosos abajo y los más inofensivos arriba. El producto almacenado debe ser únicamente el necesario, no se recomienda tener grandes existencias de un producto. Se debe tener un sistema de aseguramiento, bien sea mediante cadenas o barras metálicas que eviten el movimiento o mediante enmallados. La altura máxima de almacenado de los productos, dejará libre como mínimo 1m entre la parte superior de la carga y el techo del local. Tanto para productos en estantes o en mesas de trabajo, es absolutamente necesario separar al máximo posible los productos previsiblemente incompatibles entre sí:

- El Sodio y Potasio, deberán permanecer en Kerosén, preferentemente en recipiente metálicos.
- El Fósforo y Pentóxido de Fósforo deberán permanecer en recipientes herméticamente cerrados.
- El ácido Nítrico y Sulfúrico deberán guardarse en gabinetes metálicos sobre planchas de plomo, acero inoxidable o un plástico adecuado.
- Los compuestos volátiles u oxidantes no deben permanecer cerca de luz directa o fuente de calor.
- Los reactivos deben permanecer alejados de la luz directa, ya que de contener líquidos con un alto índice de refracción, éstos pueden actuar como una lente y comenzar un incendio.
- Los artículos pesados deben permanecer tan cerca del suelo como sea posible, sin obstruir la circulación.
- Los tubos de vidrio quedarán de manera horizontal cerca del suelo.
- Las botellas grandes de ácidos, se ubicarán en los estantes más bajos.
- Quedarán separados los agentes oxidantes de los orgánicos y de los materiales de combustibles e inflamables.
- Quedarán separados los ácidos de bases o metales, tales como Sodio, Potasio, Magnesio, etc.
- Quedarán separados los productos que desprendan gases tóxicos cuando entran en contacto, tales como Cianuro de Sodio, Sulfuro de Hierro, etc.

Materias primas, reactivos y productos en proceso se almacenan basándose en las normas, J.T. Baker y SAF-T-DATA, conforme con lo estipulado por el Comité de Gestión Integral de Sustancias y Residuos Químicos (Portilla, 2014), ver cuadros 10, 11 y 12.

Cuadro 10. Almacenamiento de materias primas de la nueva célula de proceso BATACS

| Materias primas y reactivos | Tipo | Cantidad | Envasado | Máximo tiempo | Temperatura |
|----------------------------------|----------|----------|------------------------|---------------|-------------|
| Vegetales | Orgánico | 16 Kg | Bidón plástico sellado | 2 días | Ambiente |
| Frutas | Orgánico | 10 Kg | Bidón plástico sellado | 2 días | Ambiente |
| Carbohidratos | Orgánico | 11 Kg | Bidón plástico sellado | 2 días | Ambiente |
| Proteínas | Orgánico | 9 Kg | Bidón plástico sellado | 2 días | Ambiente |
| Lodo anaerobio | Orgánico | 16 Kg | Bidón plástico sellado | 2 días | Ambiente |
| Filtro de fibra de vidrio 0,22um | Material | 12 und | Bolsa sellada | NA | Ambiente |
| Filtro de fibra de vidrio 0,45um | Material | 12 und | Bolsa sellada | NA | Ambiente |
| Papel filtro | Material | 2 und | Bolsa sellada | NA | Ambiente |
| Celulosa | Material | 5 und | Bolsa sellada | | Ambiente |
| Material de ensayo | Material | 1 und | Bolsa sellada | | Ambiente |

Fuente: propia, diciembre de 2014

Cuadro 11. Almacenamiento de reactivos de la nueva célula de proceso BATACS

| Materias primas y reactivos | Tipo | Envasado | Máximo tiempo | Temperatura |
|---|-------|---|---------------|-------------------|
| Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄) 98% | Ácido | Recipiente de acero inoxidable Ambiente, seco fresco, ventilado y sin luz solar. Incompatible con metales en polvo, materia orgánica, reductores. Lejos de cloratos, cromatos, cianuros | 1 año | Ambiente y fresco |
| NaOH 6N | Base | Recipiente original. Lugar seco sin acceso a desagües. Alejado de ácidos fuertes y metales. | 1 año | Ambiente |
| Carbonato de sodio Na ₂ CO ₃ | Sal | Almacenar en un área fresca, seca, y bien ventilada. Contenedores altamente sellados. Incompatible con ácidos | 1 año | Ambiente |
| Jabón neutro | Sal | Empaque original, lugar seco | 1 año | Ambiente |
| Agua milli Ro (Agua destilada) | - | Empaque original | 1 año | Ambiente |
| Agua desionizada | - | Empaque original | 1 año | Ambiente |

Fuente: propia, diciembre de 2014

Cuadro 12. Almacenamiento de productos en proceso de la nueva célula de proceso BATACS

| Materias primas y reactivos | Tipo | Envasado / Ubicación | Máximo tiempo | Temperatura |
|--|----------|---------------------------------|---------------|----------------------|
| Inóculo metanogénico | Orgánico | Recipiente acero inoxidable 15l | 1 mes | 52°C |
| FORSU | Orgánico | Bidón plástico cerrado | 3 meses | Temperatura ambiente |
| Na ₂ CO ₃ 0.05 N | Sal | Botella vidrio ámbar 300 ml | 1 semana | Temperatura ambiente |
| H ₂ SO ₄ 0.02 N | | Botella vidrio ámbar 600 ml | 1 semana | 4°C |

Fuente: propia, diciembre de 2014

4.5 EQUIPOS DE RESPALDO ENERGÉTICO

El proceso de biodegradación, es complejo y exige control estricto de la temperatura para “preparación de inóculo” y “ensayo de biodegradación”, fluctuaciones de 1°C pueden causar daños irreparables, por tanto, deben evitarse las interrupciones energéticas, garantizando un flujo continuo, en este sentido, es necesario considerar equipos de respaldo energético, que garanticen su funcionamiento todo el tiempo. Así mismo, para el registro de información debe protegerse el computador ante altibajos energéticos. A continuación se presentan los equipos considerados, ver cuadro 13.

Cuadro 13. Equipos de respaldo energético

| Equipo | Función |
|--------------------------------|---|
| Planta eléctrica de emergencia | Garantizar energía eléctrica ante fallos de la red, en la preparación de inóculo y ensayo de biodegradación anaerobia de muestras de ensayo |
| UPS | Proteger equipos de sobrecargas y garantizar tiempo de funcionamiento ante fallos eléctrico. |

Fuente: propia, diciembre de 2014

4.6 EQUIPOS DE SEGURIDAD

En la célula de proceso deben tenerse en cuenta espacios para el personal como baño, duchas, lava ojos y lavamanos, así mismo, debe contar con equipos de seguridad industrial que prevenga posibles riesgos, ver cuadro 14. En este sentido debe garantizarse: la absorción y expulsión de gases y garantizar una ventilación adecuada, por tanto son necesarios estos equipos: cabina de extracción de gases con ventilador expulsor y chimenea. Se hace necesario contar con equipos para detener ignición causada por fuego, líquidos y gases, en este sentido los extintores juegan un papel vital. Equipos neutralizadores se utilizan para atender emergencia en caso de derrames o vertidos accidentales. Normalmente debe disponerse de agentes específicos para ácidos, bases, disolventes orgánicos y mercurio, lo que se constituye “equipo básico”.

Se requiere de un botiquín de primeros auxilios para atender personas que se lesionen, pues cuentan con elementos indispensables para dar atención básica a las víctimas que en muchos casos pueden ser decisivos para salvar vidas. La

célula debe contar con letreros de señalización de seguridad con el fin de indicar al laboratorista el riesgo y rutas de evacuación en caso de emergencia.

Cuadro 14. Equipos de seguridad

| Equipo | Función |
|----------------------------|---|
| Cabina extractora de gases | Extraer vapores del laboratorio |
| Chimenea | Transmitir vapores al exterior del edificio |
| Ventilador | Extraer tóxicos y olores contaminantes |
| Ventiladores | Retirar aire del interior de laboratorio |
| Extintor | Apagar incendio por fuego clase A (combustibles sólidos), clase B (combustibles líquidos), clase C (combustibles gaseosos). |
| Equipo de neutralización | Opera en caso de derrames |
| Botiquín | Necesario en caso de accidente |

Fuente: propia, diciembre de 2014

4.7 PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN DE SENSORES

4.7.1 Calibración del sensor de pH

El pHmetro Schott, tiene una función de calibración automática en 3 puntos Buffer y tiene memoria, donde almacena los datos de calibración. La función CalClock: recuerda la siguiente calibración o bien avisa cuando el electrodo debe ser calibrado.

4.7.2 Calibración de Pt 100

De acuerdo con el manual del transmisor de temperatura SITRANS TH200/TH300, puede realizarse la calibración en uno o dos puntos; mediante la calibración en un punto se puede desplazar el punto cero de la característica del sensor conectado. De este modo, se puede calibrar el valor inicial del sensor de entrada. Esto no afecta el alcance de la medida.

Mediante la calibración del sensor (en dos puntos), la característica del sensor conectado, se puede ajustar en dos puntos de compensación. De este modo, los valores medidos en los puntos de compensación resultan correctos. La calibración del sensor en dos puntos permite reducir el porcentaje de fallos debidos a la característica.

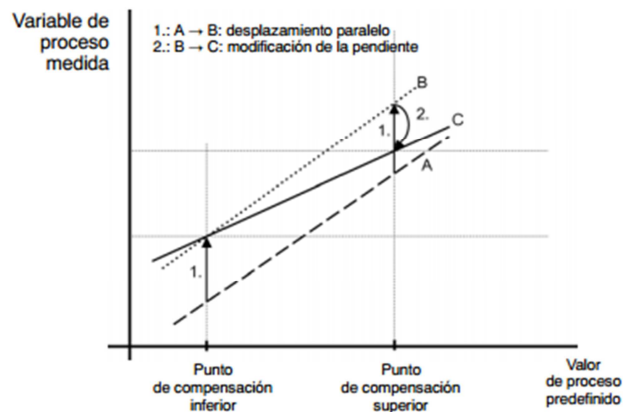
Ajuste del punto inferior de calibración del sensor

La variable de proceso (temperatura), se coloca en la entrada del transmisor. Mediante el software de manejo (SIPROM T o comunicador HART) se debe ordenar al transmisor que registre este valor de proceso. Esta operación implica un desplazamiento del offset de la característica, ver figura 9.

Ajuste del punto superior de calibración del sensor

La variable de proceso (temperatura) para la cual es preciso efectuar la calibración superior del sensor se coloca en la entrada del transmisor. Mediante el software de manejo, se debe ordenar al transmisor que registre este valor de proceso. Al hacerlo, se corregirá la pendiente de la característica ver figura 9. El punto inferior de calibración del sensor no resulta afectado.

Figura 9. Calibración del sensor Pt 100



Fuente: manual del transmisor de temperatura SITRANS TH200/TH300

4.8 PROCEDIMIENTO DE LIMPIEZA

El grupo CYTBIA establecerá un procedimiento de limpieza de equipos y de la célula de proceso de biodegradación anaerobia.

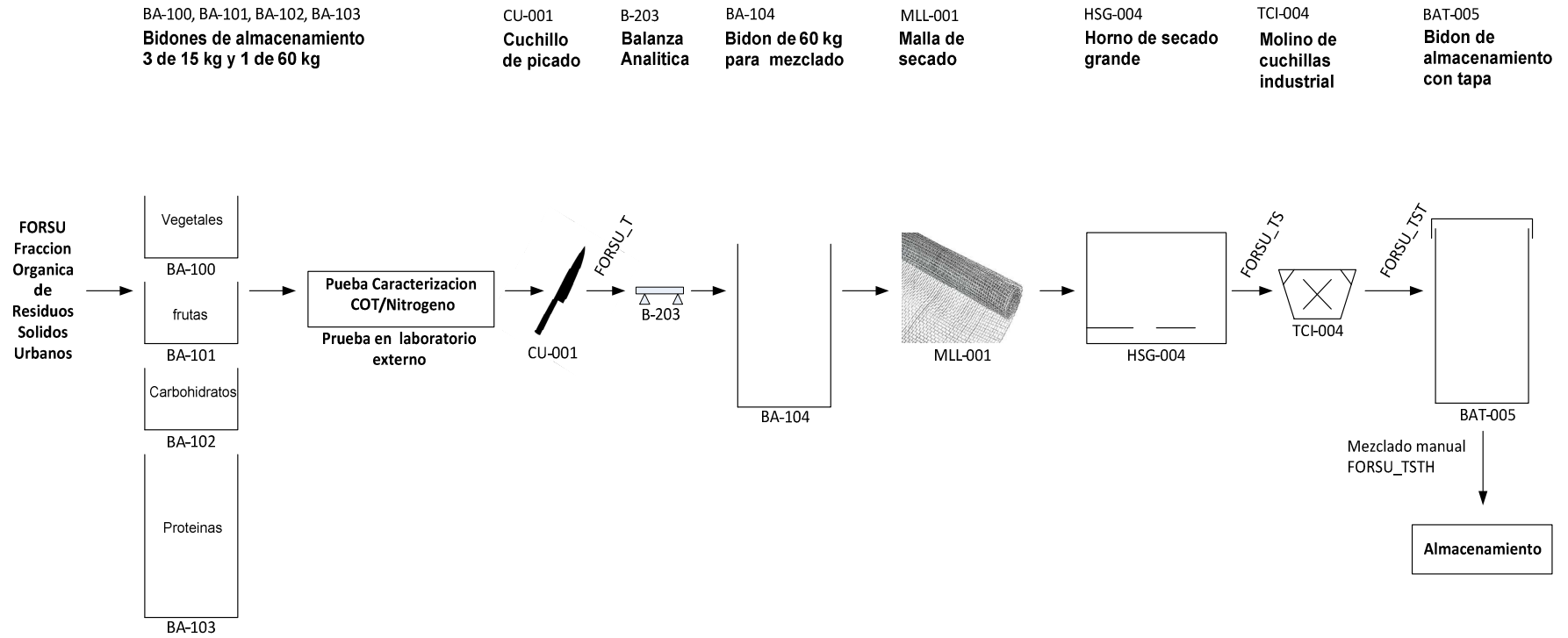
4.9 DIAGRAMAS PFD y P&ID

4.9.1 PFD preparación de FORSU

La FORSU se prepara tomando cantidades formuladas de materia orgánica, ver tabla 2, compuesta por cáscara de vegetales, frutas, carbohidratos y proteínas los

cuales se depositan en bidones plásticos; se toma una muestra de ellos para caracterizar y hacer un ajuste empírico hasta alcanzar una relación COT: Nitrógeno de 25:1; una vez logrado esto, la materia orgánica se tritura manualmente con machete hasta un tamaño de partícula de máximo 3cm x 3cm x 3cm, se obtiene FORSU triturado (FORSU_T), éstos se pesan en balanza analítica y se depositan en bidón de 60kg, donde se mezclan manualmente utilizando guantes de malla, se extienden en una malla plástica para un secado a temperatura ambiente durante 2 días, luego pasan por un horno de secado grande a 55°C obteniendo así FORSU_T seca (FORSU_TS), se tritura en molino industrial alcanzando un tamaño de partícula de 1mm a 5mm, se obtiene FORSU_TS triturada (FORSU_TST), se ubica en un bidón plástico de 60kg se cierra con tapa y se agita manual y vigorosamente hasta obtener una mezcla homogénea obteniendo así 20Kg de FORSU_TST homogenizada (FORSU_TSTH) y se almacena en un lugar fresco y seco, ver figura 10.

Figura 10. PFD preparación de FORSU

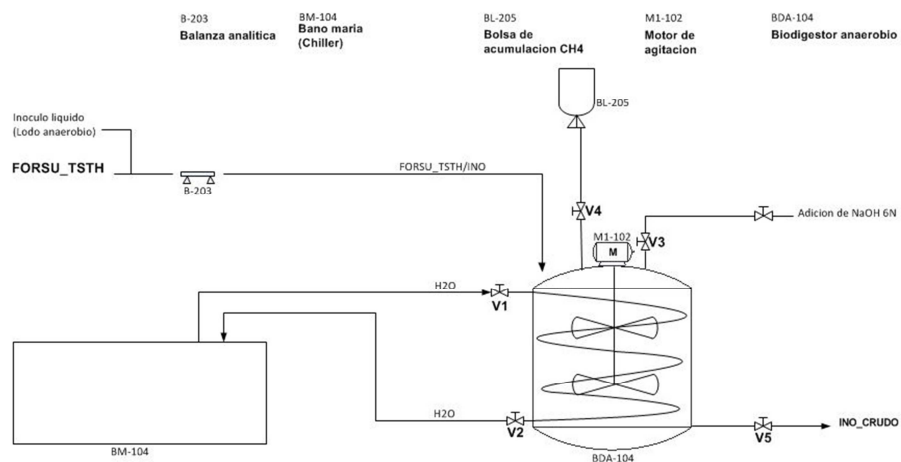


Fuente: propia, diciembre de 2014.

4.9.2 PFD preparación de inculo

Se mezcla 8 Kg de FORSU_TSTH con 16 Kg de inculo líquido (Lodo anaerobio) obtenido de laboratorio externo obteniendo así (FORSU_TSTH/INO) y se deposita en un biodigestor anaerobio, se cierra mediante una tapa hermética, se conectan instrumentos de medición, se activa un sistema de agitación mediante un motor con eje de aspas a 70 rpm durante 20 min, se detiene la agitación y se extrae una pequeña muestra a través del sistema de extracción; nuevamente se enciende el motor de agitación y el sistema de calentamiento mediante un Chiller que pone a circular agua caliente a través de la chaqueta interna del biodigestor, estabilizando la temperatura interior en 55 °C; se deja FORSU_TSTH/INO por 30 días, el pH del FORSU_TSTH/INO se mantiene en el rango de (6.5-8.5) mediante la adición de NaOH 6N, se obtiene 24 Kg de INO_CRUDO, ver figura 11.

Figura 11. PFD preparación de inculo

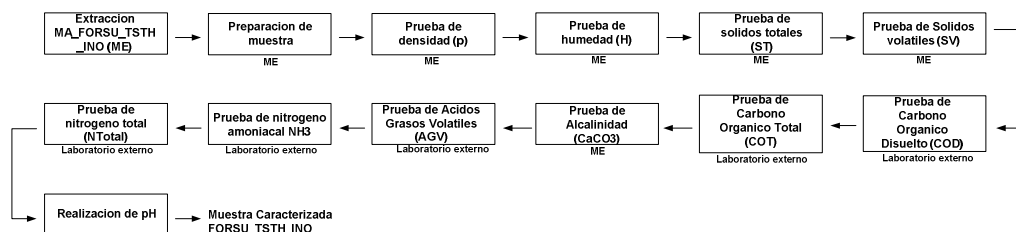


Fuente: propia, diciembre de 2014.

4.9.3 PFD caracterización FORSU_TSTH/INO

Se toma una muestra de análisis (MA) de la mezcla interna del biodigestor FORSU_TSTH/INO (MA_FORSU_TSTH/INO) mediante el sistema de extracción, se prepara la muestra y se llevan a cabo las operaciones de caracterización: Prueba de densidad (p), humedad (H), sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV), carbono orgánico disuelto (COD), carbono orgánico total (COT), prueba de alcalinidad (CaCO3), ácidos grasos volátiles (AGV), nitrógeno amoniacal (NH3), nitrógeno total (N-Total) y realización de pH, ver figura 12.

Figura 12. PFD, caracterización FORSU_TSTH/INO

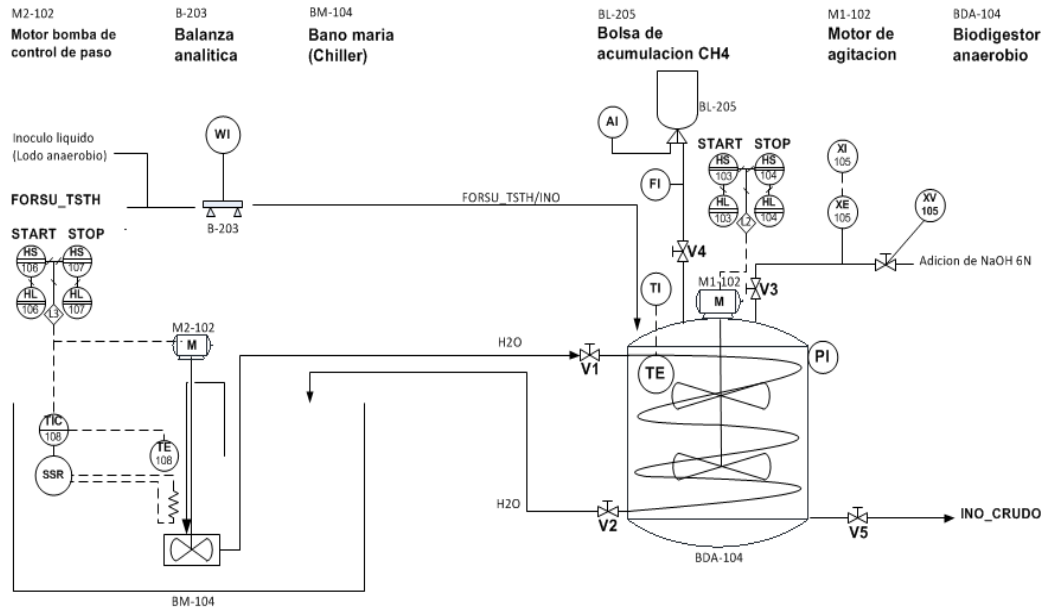


Fuente: propia, diciembre de 2014.

4.9.4 P&ID unidad de preparación de inoculo

Esta unidad está compuesta por un biodigestor de 20L anaerobio (BDA 104) con tapa, que tiene un manómetro (PI), se le acondiciona un sistema de agitación de aspas activado por un motor (MI102), la velocidad agitación del biodigestor se ajusta mediante un panel de control de encendido y apagado (HS) y lógica (L3); en el interior se ubica un sensor de pH (XI) que transmite la lectura a un indicador (XI) y el control de la variable se realiza mediante la adición manual de NaOH 6N por la válvula V3; cuenta con un sistema de control de temperatura interna, ésta se puede visualizar mediante un indicador (TI) conectado a un sensor de temperatura (TE) Pt-100 introducido en la mezcla interna; la temperatura es controlada por el flujo de agua caliente que circula a través de la chaqueta del biodigestor desde un Chiller con las válvulas V1 y V2, el flujo es conducido mediante succión y bombeo generado por una bomba de control de paso, la temperatura se incrementa por un calorífero sumergido en el agua del interior del Chiller, un sensor (TE) Pt-100 mide la temperatura, ésta variable es controlada por un controlador indicador de temperatura (TIC), que recibe parámetros de ajuste por medio de botones de mando para (HS), la lógica de control enciende el motor de la bomba de control de paso (M2-102) y la temperatura se mantiene estable dado que la señal de control envía una señal de control a un relé de estado sólido (SSR) el cual aumenta o disminuye el paso de potencia para el calentamiento del calorífero; en la parte superior del biodigestor se encuentra una bolsa donde se acumula gas BL-205 cuya cantidad puede observarse mediante un milligascounter (FI), este gas, posteriormente se lleva a análisis a un cromatógrafo de gases (AI). Mediante un termómetro de vidrio se mide la temperatura ambiente, ver figura 13.

Figura 13. P&ID, preparación de inculo

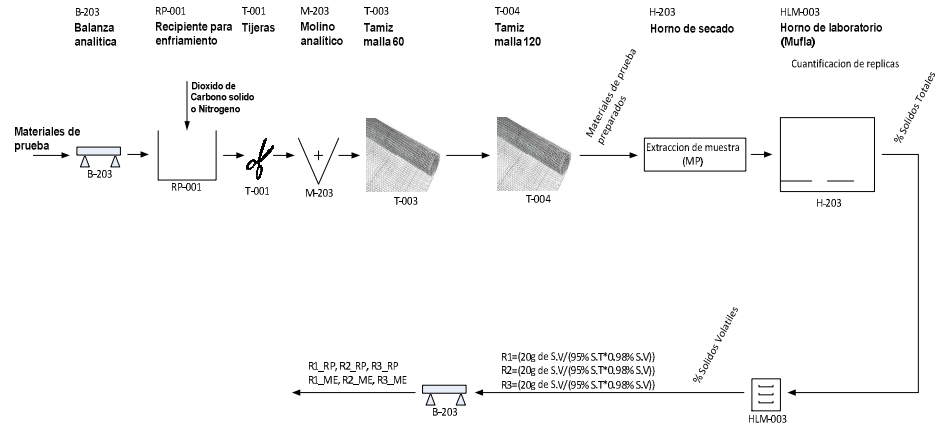


Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.5 PFD preparación y cuantificación de réplicas de materiales de prueba

Se toman pequeñas cantidades de materiales de prueba, se pesa en balanza analítica, se enfrían en un recipiente plástico liso por 5 minutos, con dióxido de carbono sólidos o nitrógeno, se cortan con tijera a un tamaño de partícula de 1cm x 1 cm x 1cm, se muele junto con el refrigerante en molino analítico, se tamizan con malla de 60 y luego con una de 120, siendo esta última fracción de donde se toma una muestra de ensayo, se inspecciona el tamaño de partículas tomando como mínimo 100, se realiza mediante inspección visual, se realiza prueba de caracterización tomando una muestra (MP), la cuantificación de réplicas de materiales de prueba se calcula y se pesa muestra de prueba medidos por secado a 110 °C en horno de secado se obtiene % de ST y por incineración a 550 °C en mufla se obtiene % de SV se obtienen 6 réplicas las cuales se pesan y se registran, ver figura 14.

Figura 14. PFD preparación y cuantificación de réplicas de materiales de prueba

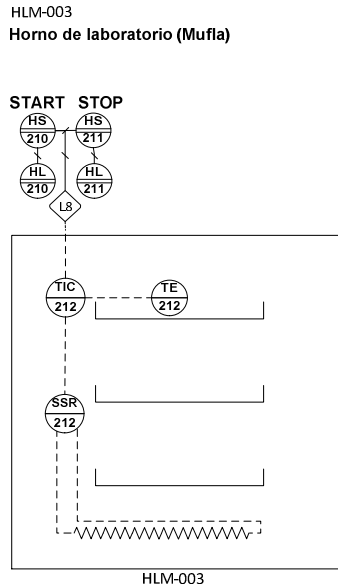


Fuente: propia, diciembre de 2014.

4.9.6 P&ID Mufila

Cuenta con un sistema de mando y control, mediante controles manuales de encendido y apagado (HS), ajuste de temperatura y la lógica (L8), que encienden el controlador indicador de temperatura (TIC); un sensor de temperatura (TE) le indica al controlador el valor de la variable y este envía una señal de control a un relé de estado sólido (SSR), el cual disminuye o aumenta el paso de potencia eléctrica a una resistencia térmica, ver figura 15.

Figura 15.P&ID Mufila

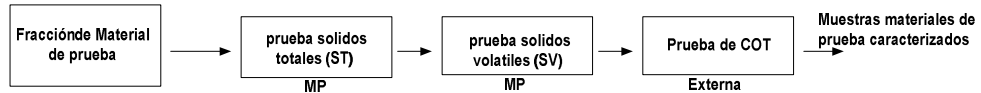


Fuente: propia, diciembre de 2014.

4.9.7 PFD de caracterización de materiales de prueba

Se toma una fracción de materiales de prueba y se llevan a cabo actividades de caracterización de sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV) y carbono orgánico total (COT), ver figura 16.

Figura 16. PFD de caracterización materiales de prueba

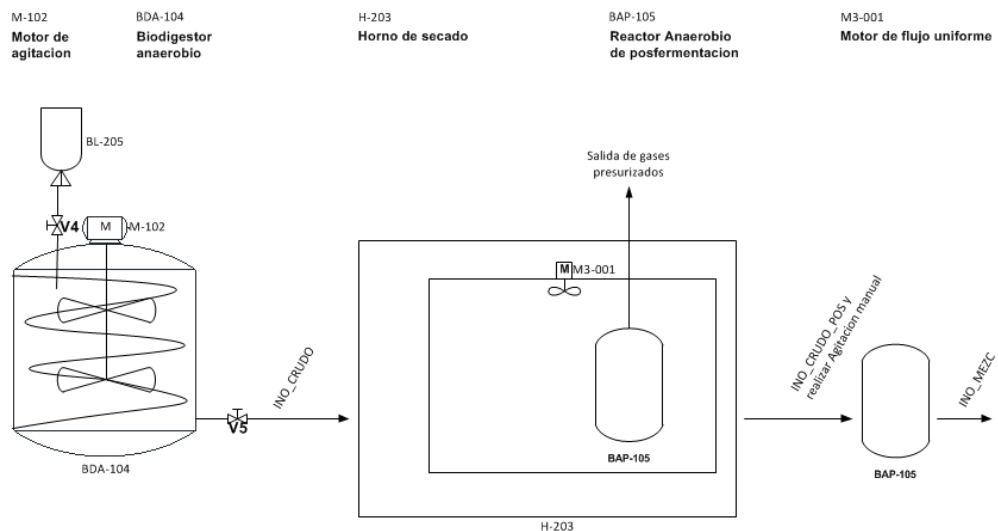


Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.8 PFD pos fermentación de inoculo

Una vez obtenido INO_CRUDO, se agita a 70 rpm de durante 10 min en el biodigestor anaerobio (BDA-104), se extrae 15kg y se deposita en un reactor anaerobio (BAP-105) dentro de un horno de secado (H-203), por 7 días a 55°C; al finalizar el proceso, el recipiente de post fermentación es retirado del horno de secado y se mezcla cuidadosamente de forma manual utilizando guantes de látex que cubran el antebrazo se inspecciona y verifica la homogeneidad, obteniendo INO_MEZC, ver figura 17.

Figura 17. PFD post fermentación de Inoculo

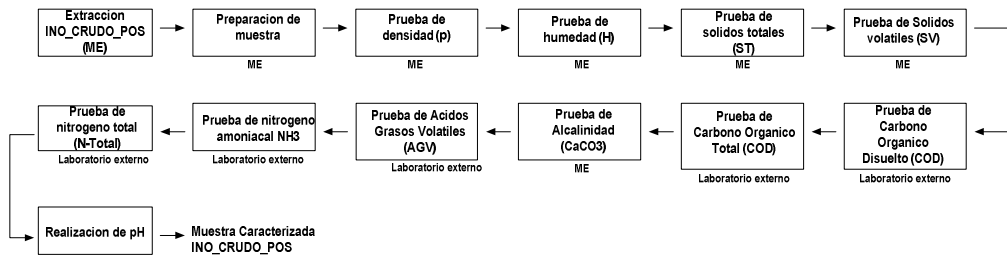


Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.9 PFD caracterización de inóculo post fermentado

Se extrae 100ml de INO_MEZC, se preparan las muestras y realiza las pruebas de caracterización: prueba de densidad (p), humedad (H), sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV), carbono orgánico disuelto (COD), carbono orgánico total (COT), prueba de alcalinidad (CaCO₃), ácidos grasos volátiles (AGV), nitrógeno amoniacal (NH₃), nitrógeno total (N-Total) y realización de pH, ver figura 18.

Figura 18. PFD, caracterización inóculo pos fermentado (INO_CRUDO_POS)

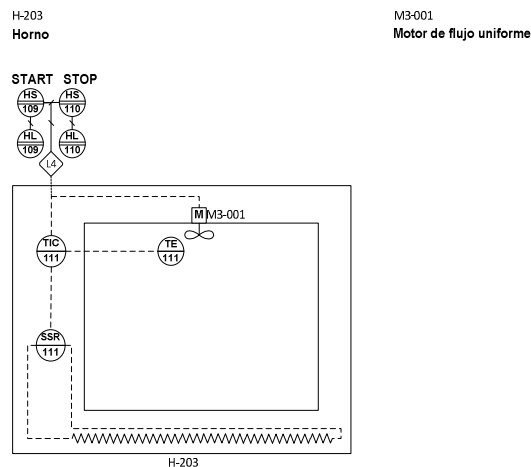


Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.10 P&ID módulo equipo horno de secado y horno de secado grande

Los hornos seleccionados tienen el mismo principio de funcionamiento, se realiza un P&ID para describirlos: el equipo tiene un panel frontal de encendido y apagado (HS) desde el cual el laboratorista ajusta el valor de temperatura; la lógica (L4) enciende el ventilador de flujo uniforme y un controlador indicador de temperatura (TIC), un sensor de temperatura (TE) le indica al el controlador el valor de la variable y este envía una señal de control a un relé de estado sólido (SSR), el cual disminuye o aumenta el paso de corriente a una resistencia térmica, ver figura 19.

Figura 19. P&ID, Horno de secado y horno de secado grande



Fuente: propia, diciembre de 2014.

4.9.11 PFD ensayo de biodegradación

Se extrae 1 Kg de INO_MEZC del recipiente de post fermentación y se deposita en una taza de interior liso, se divide en 6 partes para armar tres réplicas de referencia positiva (RP) y tres réplicas de material de ensayo: (INO_MEZC + replica) (INO_MEZC/R1_RP, INO_MEZC/R2_RP, INO_MEZC/R3_RP, INO_MEZC/R1_ME, INO_MEZC/R2_ME, INO_MEZC/R3_ME); se extrae 1000g de solo INO_MEZC se mezcla por tres min de forma manual se repite la operación tres veces para obtener 3 réplicas de blanco (INO_MEZC/B1, INO_MEZC/B2, INO_MEZC/B3), se pesa 9 bioreactores (R2L) vacíos de manera individual, se deposita cada una de las réplicas anteriores en 9 biorreactores, se esparce suave y de forma uniforme manualmente, se compacta y se pesa cada conjunto, se registran los pesos, se obtiene (INO_MEZC/R1_RP = (R2L_1), INO_MEZC/R2_RP = (R2L_2, INO_MEZC/R3_RP = (R2L_3, INO_MEZC/R1_ME = (R2L_4, INO_MEZC/R2_ME = (R2L_5, INO_MEZC/R3_ME = (R2L_6, INO_MEZC/B1 = (R2L_7, INO_MEZC/B2 = (R2L_8, INO_MEZC/B3 = (R2L_9), los biorreactores se ubican en módulo equipo de calentamiento del horno Binder FD 115, a $52 \pm 2^\circ\text{C}$, por 30 días o hasta que la RP no genere más gas, se registra hora y fecha del inicio y fin del ensayo. La biodegradación genera biogás que se almacena en bolsas plásticas especializadas de 2L, unidas a cada biorreactor, se realizan mediciones diarias de volumen y composición de cada uno de los bioreactores. Adicionalmente se registra la temperatura ambiente y presión atmosférica cada vez que se realizan las mediciones, ver figura 20.

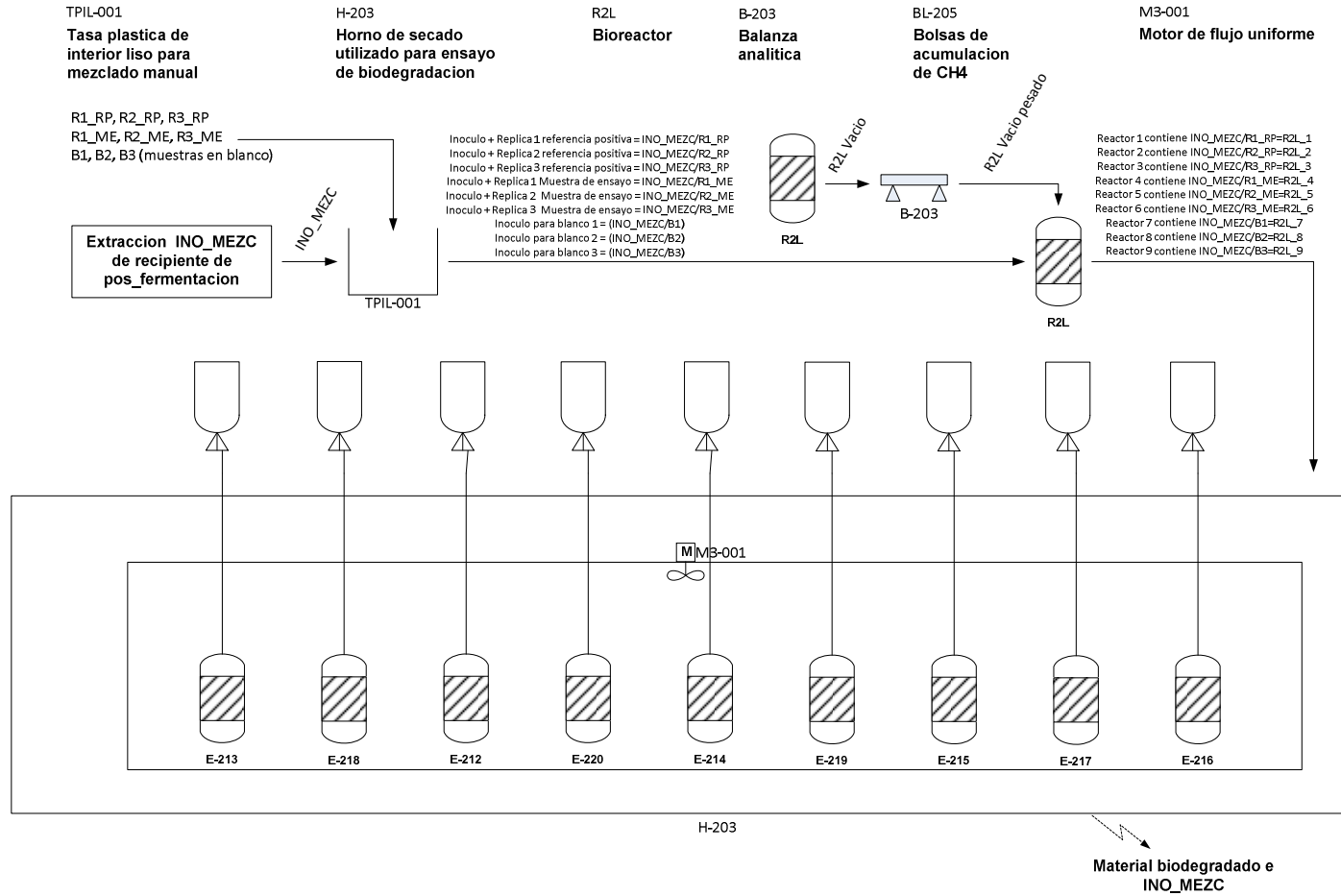
4.9.12 P&ID unidad ensayo de biodegradación

El módulo equipo de calentamiento del Biogas Batch System de Ritter, consta de un horno Binder FD 115, tiene un panel de control de mando para ajuste de temperatura, botones de inicio y detención manual (HS) y los indicadores piloto asociados (HL), los cuales envían la lógica de accionamiento (L5), ésta lógica acciona un ventilador para flujo uniforme de calor y a su vez para realizar el control de temperatura mediante un controlador indicador de temperatura (TIC), un sensor temperatura (FE) el cual trasmite al controlador el valor de la variable del proceso, este se compara con el valor de ajuste y hace correcciones enviando una señal de control a un relé de estado sólido (SSR) el cual finalmente disminuye o aumenta el paso de corriente en una resistencia de calentamiento; en la parte superior se encuentra el módulo equipo analizador de gases, compuesto por 9 bolsas especializadas para recolección de gases, 9 flujómetros (FI) MilliGascounter para la cuantificación de gases tales como CH₄, CO₂ e H₂, posteriormente el gas acumulado se lleva a un cromatógrafo de gases (AI) para analizar el volumen y composición del gas, ver figura 21.

4.9.13 PFD del procedimiento general de preparación de muestras FORSU_TSTH/INO, INO_MEZC e INO_MEZC y mezcla degradada

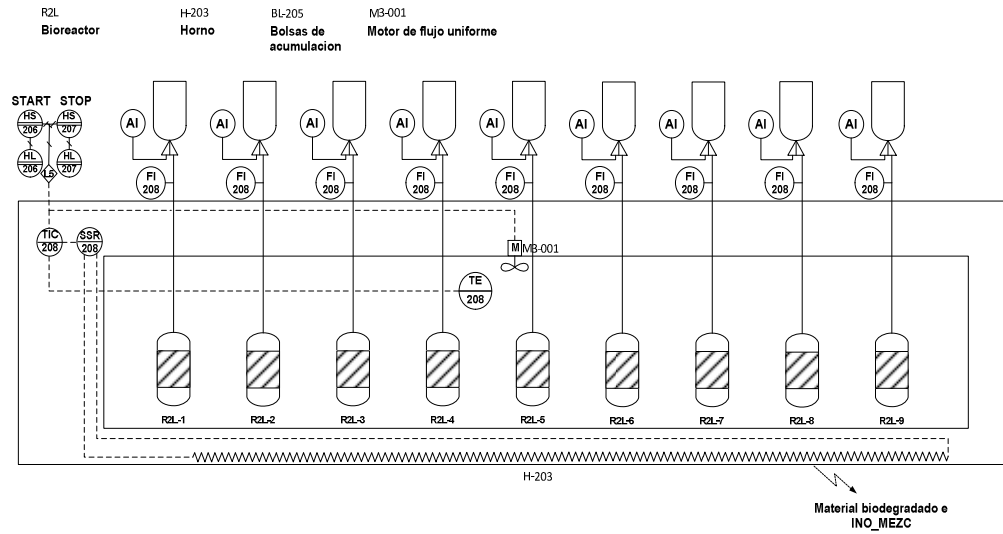
Se extraen 5g de muestra de análisis MA_FORSU_TSTH/INO, se realiza las pruebas de ST, SVT, SFT, se deposita en un beaker de 100ml aforando con agua destilada milli RO hasta 50 ml, pasa a un agitador magnético por dos horas donde se realiza el proceso de lixiviación de la MA_FORSU_TSTH/INO se obtiene MA_FORSU_TSTH/INO_L, se obtiene una alícuota de 10ml de MA_FORSU_TSTH/INO_L para realizar pruebas de pH, N-NH₄, N-total y COT, se permite una decantación por gravedad en el beaker anterior por 30 min, posteriormente se pasa por un filtro 0.45um y se obtiene MA_FORSU_TSTH/INO_RH_L_F1, se extrae una alícuota de 20ml a esta muestra obtenida y se realiza la prueba COT, seguidamente se almacena en botella plástica para luego pasar por un filtro de 0.22um, se obtiene del filtrado de MA_FORSU_TSTH/INO_RH_F2, se extrae una alícuota de 10ml de esta muestra y se realiza la cuantificación de AGV, repetir todas las operaciones con MA_INO_MEZC y MA_INOMEZC de mezcla degradada, ver figura 22.

Figura 20. PFD, ensayo de biodegradación



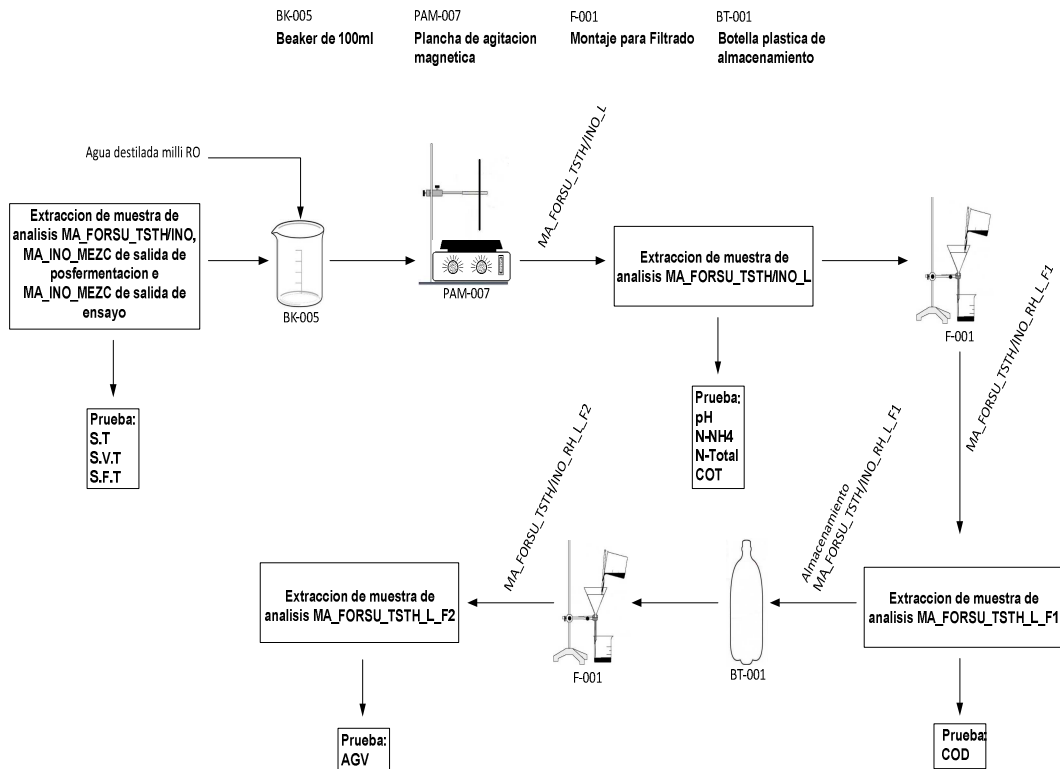
Fuente: propia, diciembre de 2014.

Figura 21. P&ID, ensayo de biodegradación



Fuente: propia, diciembre de 2014

Figura 22. PFD procedimiento general de preparación de muestras FORSU_TSTH/INO, INO_MEZC e INO_MEZC y mezcla degradada

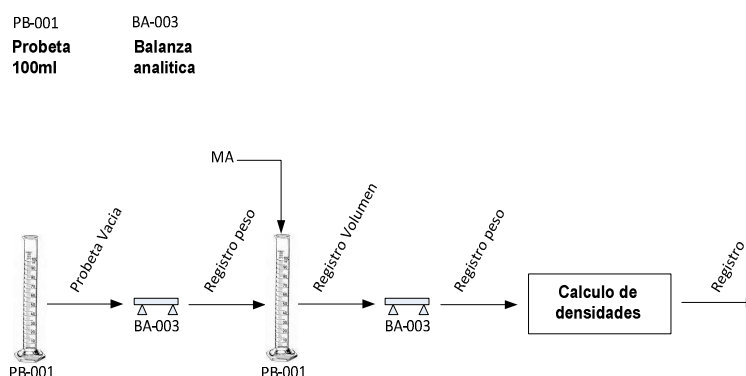


Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.14 PFD prueba de densidad

Esta prueba se realiza tomando una probeta de 100ml vacía que se pesa en balanza analítica, se registra su peso, en ella se deposita 100ml de muestra de análisis (MA), se registra el volumen y se pesa en conjunto nuevamente en balanza analítica, se registra el peso, posteriormente de forma manual se realizan los cálculos de densidad de la muestra y se lleva a un registro en una computadora, ver figura 23.

Figura 23.PFD prueba de densidad



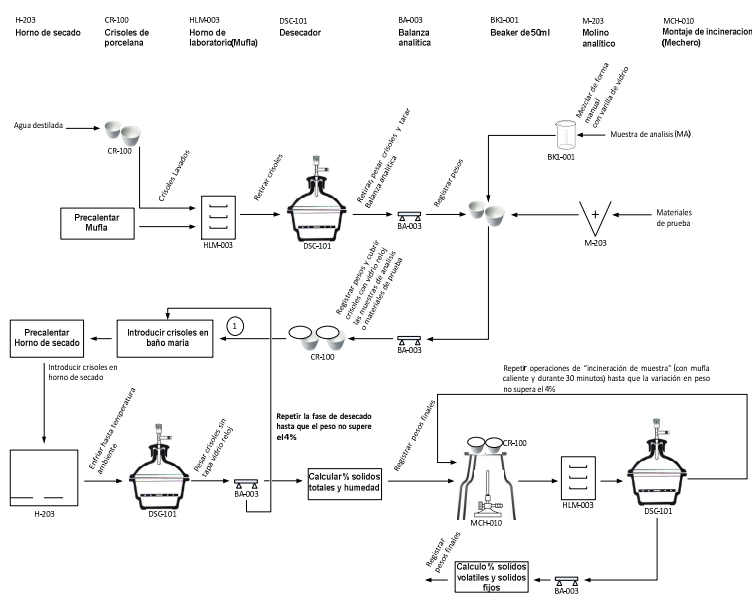
Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.15 PFD pruebas de cuantificación de humedad, sólidos totales, sólidos volátiles y sólidos fijos.

Se lavan crisoles con agua destilada, se calienta la mufla a 550°C sobre la cual se depositan los crisoles y se incineran por 1 hora, se retiran los crisoles y se dejan enfriar a temperatura ambiente en un desecador hasta que alcancen 70°C. Se tara la balanza analítica y se pesa individualmente cada crisol y se registra su peso. Se toma 40g (20g por réplica) de muestra a caracterizar, se ubican en un beaker de 50ml y se mezclan vigorosamente durante 5 min con varilla de vidrio, se pesan 15g (por réplica) de muestra de análisis, ésta se esparce de manera uniforme en cada crisol y se registran los pesos, se cubren con vidrio reloj. Para las muestras de prueba a caracterizar, es necesario triturarlas en molino analítico, se pesa 5g por réplica, esparciéndolos uniformemente, se registra el peso de cada uno y se cubren con vidrio reloj. Para desecar la muestra a caracterizar y los materiales de prueba se ubica el conjunto de (crisoles, muestra o materiales con vidrio reloj) en un baño maría a 90°C por 2 horas, se precalienta el horno a 105°C, se ubican el conjunto en el horno de secado durante 1 hora, se retiran del horno los conjuntos y se llevan a un desecador donde se estabiliza a temperatura ambiente, se pesan los conjuntos (sin vidrio reloj) en balanza analítica, a continuación se repite toda la fase de desecar la muestra o los materiales de prueba hasta que la variación de peso no supere el 4%, se registran los pesos finales y se calcula manualmente el porcentaje de sólidos totales y humedad.

Para la cuantificación de sólidos volátiles y sólidos fijos se lleva a cabo la incineración de muestra a caracterizar o de los materiales de prueba por medio de un mechero a gas ubicando los crisoles tapados con vidrio reloj y se incineran por 15 minutos, luego este conjunto pasa a una mufla donde se incineran por 2 horas a 550°C, se extraen los conjuntos de crisoles, se ubican en un desecador hasta que alcancen temperatura ambiente y se pesan; se repiten las actividades de incineración de muestra con la mufla caliente, durante 30 minutos hasta que la variación de peso no supere el 4 %, se registran los pesos finales y se calcula de forma manual el porcentaje de sólidos volátiles y sólidos fijos, ver figura 24.

Figura 24. PFD, caracterización: prueba de cuantificación de humedad, sólidos totales, sólidos volátiles y sólidos fijos



Fuente: propia, diciembre de 2014

4.9.16 PFD prueba de alcalinidad.

Se realiza preparando Na_2CO_3 0.05 N, H_2SO_4 0.02 N y estandarizando H_2SO_4 0.02 N N:

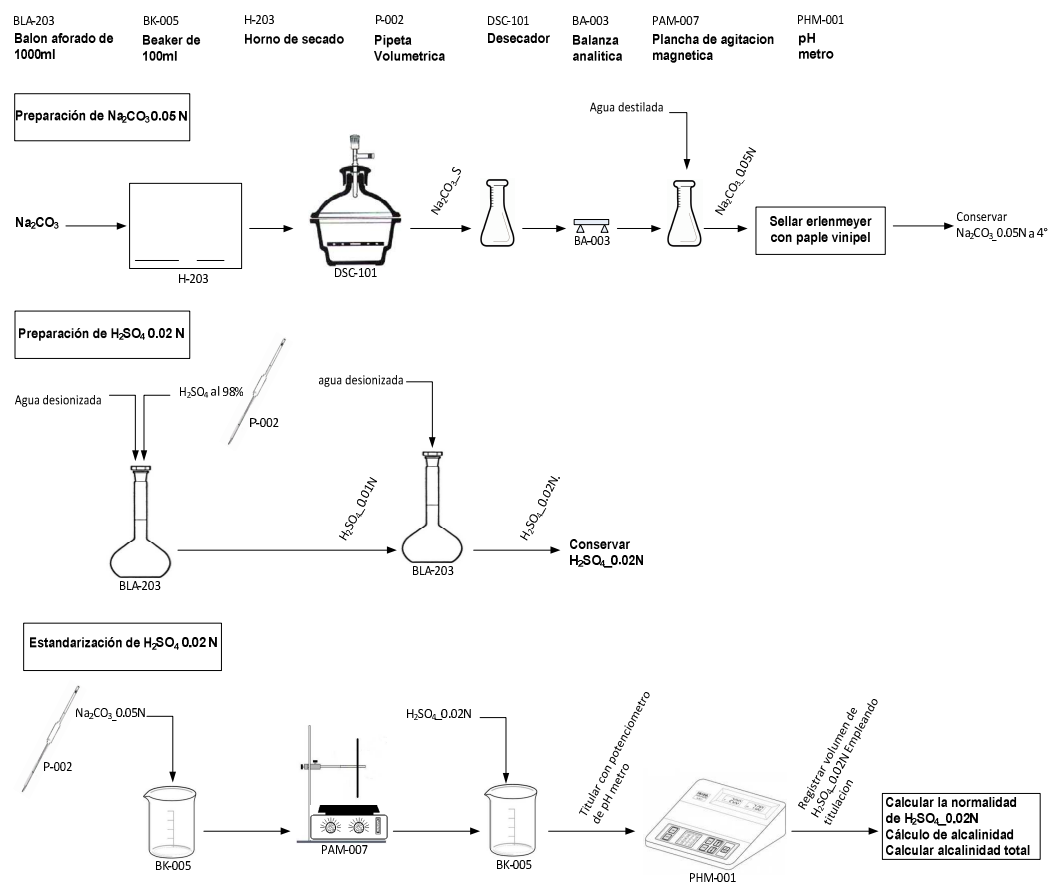
La preparación de Na_2CO_3 0.05 N se realiza, secando 1.5g de Na_2CO_3 (Estándar Primario) a 250°C durante 4 horas, se deja enfriar en desecador hasta que alcance temperatura ambiente, se obtiene Na_2CO_3_S ; se pesa 0.6250g de Na_2CO_3_S en un Erlenmeyer de 250 ml; se registra el peso; se agrega al Erlenmeyer agua destilada hasta completar un volumen de 250 ml, se obtiene Na_2CO_3 0.05 N.

La preparación de H_2SO_4 0.02 N se realiza ubicando en balón aforado de 1000 ml, 300 ml de agua desionizada y agregando lentamente 2.8 ml de H_2SO_4 al 98% (medido con pipeta volumétrica) y se afora con agua desionizada. Se

obtiene H₂SO₄_0.01N, posteriormente, se ubica en balón aforado de 1000 ml, 300 ml de agua desionizada, se agrega 200 ml de H₂SO₄_0.01N y se afora con agua desionizada. Se obtiene , H₂SO₄ 0.02 N.

La estandarización de H₂SO₄ 0.02 N se realiza: agregando en un beaker de 100 ml, 40 ml de Na₂CO₃ 0.05 N (medido con pipeta volumétrica), 50 ml de agua desionizada (medido con pipeta volumétrica) y se mezcla en plancha de agitación magnética por 1 minuto; se titula potenciométricamente (empleando pH-metro) la mezcla anterior con H₂SO₄_0.02N hasta pH 4.5. Se registra el volumen de H₂SO₄ 0.02 N empleado en la titulación.

Figura 25. PFD prueba de Alcalinidad



Fuente: propia, diciembre de 2014

4.10 INSPECCIÓN VISUAL DE LA CÉLULA DE HIDRÓLISIS

Se realiza una inspección visual de los equipos de la célula de hidrólisis del laboratorio de Biotecnología de la Universidad del Cauca, con el fin de identificar capacidades y funcionalidad para ser reutilizados en la nueva célula de proceso de biodegradación anaerobia, ver cuadro 15.

Cuadro 15. Estado de equipos y elementos de la planta de hidrólisis

| MÓDULO EQUIPO | FABRICANTE | CARACTERÍSTICAS | ESTADO |
|---|------------------------------|---|---|
| Baño termostataado | Centricol | 13 l 0 – 400 °C | Funcionando |
| Sensor pt-100 : temp int bioreactor | Centricol | Precisión: 0.1° C | Funcionando |
| Termómetro de mercurio VWR Brand. | | 0 -100°C | Funcionando |
| Transmisor de temperatura Siemens: D-76181 | Siemens | 4 -20 mA | Funcionando |
| Controlador temperatura: algoritmo PLC | Siemens | | Funcionando |
| Resistencia eléctrica del baño termostataado | Centricol | | Funcionando |
| Bomba de recirculación GeoglobalPartners FP 500 | Smartpond | (86 - 584) gph | Funcionando |
| Baño de enfriamiento | | | No encontrado |
| Bomba de recirculación GeoglobalPartners FP 500 | Centricol | | Funcionando |
| Serpentín | Centricol | Acero inoxidable | Funcionando |
| Servomotor ASMT01 L250AK | Delta Electronics | | No funciona |
| Encoder | | | No Funciona |
| Variador ACServo Variador Delta ASDA0121LA ElectronicsInc, | Delta Electronics Inc. | | No funciona |
| Aspas | | Agitador de palas | |
| Aireador | | Acero inoxidable | |
| Sensor de pH Electrodo InstrumaticModel 10 | | Rango: 0 -14 pH Condiciones: (5 - 80) °C (0 - 100) psi | Funciona |
| Transmisor indicador de pH INTECH INSTRUMENTS LPI-pH, | | Salida: 4-20 mA Resolución: 0.1% LCD display | No funciona |
| Controlador pH: algoritmo a PLC | Centricol | | Funcionando con el programa de software proporcionado por el proveedor |
| Bombas peristálticas | Centricol | Una para ácido Otra para base | Sin revisar |
| Manómetro No especificado | | | No especificado |

Continúa...

Cuadro 15. (Continuación)

| MÓDULO EQUIPO | FABRICANTE | CARACTERÍSTICAS | ESTADO |
|--|----------------|---|---|
| PLC siemens S7-200 CPU 221- 226 | | 6 E/4 S - 24 E/16 S 4096 - 16384 bytes 0 - 7 módulos1 Puerto: 1 y 2 RS—485 (PLC) Velo p: 0.22 microsegundos/operación Interfaz: RS--232/PPI (PC) | Funciona |
| Pantalla táctil Delta | Centricol | | Funciona |
| Computador de escritorio 224Xp | | | Funcionando |
| HMI Centricol SIMATIC WinCC Flexible 2007 | Centricol | | Funcionando |
| Cable de comunicación siemens de referencia PPI- RS 485/PCRS 232, | | | Funcionando |
| Chiller | Sin referencia | No se han especificado rangos | Funcionando |
| Biodigestor de 5l | Genérico | No presenta fisuras Tiene serpentín Aspas y eje Motor y variador | Aspas no adecuadas para el proceso Motor y variador no funcionan |
| Biodigestor de 20l | Genérico | No presenta fisuras Tiene serpentín Aspas y eje Motor y variador | Aspas no adecuadas para el proceso Motor y variador funcionan |

Fuente: propia, noviembre de 2014

4.11 VARIABLES DE NUEVO PROCESO BATACS

Se presentan las variables de proceso del ensayo de biodegradación y 11 pruebas de caracterización, especificando variables de entrada, monitoreadas y derivadas, ver cuadros 16 a 23.

Cuadro 16. Especificación de variables de la etapa de preparación de FORSU y de inóculo

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|--|--|--|
| Fecha y hora de inicio de acondicionamiento FORSU | | |
| Peso formulación FORSU (vegetales, frutas, carbohidratos, proteínas) | | |
| Tamaño corte de FORSU | Peso FORSU_T | |
| Tiempo de secado a temperatura ambiente FORSU_T Temperatura de secado en horno FORSU_T Tiempo de secado en horno FORSU_T | Peso FORSU_TS | |
| Tamaño trituración FORSU_TS Tiempo de trituración | Peso FORSU_TST | |
| Tiempo de agitación | Peso FORSU_TSTH | |
| Fecha y hora de inicio de preparación de inóculo | | |
| Peso de FORSU para caracterización | Cantidad Carbono FORSU_TSTH Cantidad Nitrógeno FORSU_TSTH | Relación Carbono: Nitrógeno FORSU_TSTH |
| Peso de lodo anaerobio para preparar inóculo | | |
| Peso FORSU_TSTH para preparar inóculo | | |
| Revoluciones agitación inicial Tiempo de agitación inicial | | |
| Revoluciones agitación Tiempo de agitación | | |
| Temperatura de calentamiento | | |
| Cantidad de agua destilada | pH de FORSU_TSTH/INO | |
| Cantidad de NaOH 6N | | Cantidad NaOH 6N para control de pH |
| | Cantidad de FORSU_TSTH/INO | |
| | Flujo de gases FORSU_TSTH/INO | |
| | Cantidad de CH ₃ FORSU_TSTH/INO | |
| | Cantidad de CO ₂ FORSU_TSTH/INO | |

Continúa...

Cuadro 16. . (Continuación)

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|---|--|----------------------------|
| | Cantidad de H ₂ FORSU_TSTH/INO | |
| Cantidad de FORSU_TSTH/INO para caracterización | Densidad FORSU_TSTH/INO | |
| Temperatura ambiente | Humedad FORSU_TSTH/INO | |
| Presión atmosférica | Sólidos Totales FORSU_TSTH/INO | |
| | Sólidos Volátiles FORSU_TSTH/INO | |
| | Carbono orgánico total FORSU_TSTH/INO | |
| | Carbono orgánico disuelto (COD) FORSU_TSTH/INO | |
| | Alcalinidad FORSU_TSTH/INO | |
| | Ácidos grasos volátiles (AGV) | |
| | Nitrógeno amoniacal FORSU_TSTH/INO | |
| | Nitrógeno Total FORSU_TSTH/INO | |
| | pH FORSU_TSTH/INO | |
| | Cantidad de INO_CRUDO | |
| Cantidad de INO_CRUDO para caracterización | AGV INO_CRUDO | |
| | Ntotal INO_CRUDO | |
| | pH INO_CRUDO | |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 17. Especificación de variables de la etapa ensayo de biodegradación

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|---|---|--|
| Tamaño de corte de materiales de prueba | | |
| Tiempo de enfriamiento de materiales de prueba | | |
| Tiempo de molienda de materiales de prueba | | |
| | Tamaño de partícula de materiales de prueba inspeccionados | |
| Cantidad de materiales de prueba para caracterización | Sólidos totales materiales de prueba Sólidos volátiles materiales de prueba Carbono orgánico total materiales de prueba | |
| | | Réplicas de referencia positiva (R1_RP, R2_RP y R3_RP) Réplicas de muestra de ensayo (R1_ME, R2_ME y R3_ME) |
| Revoluciones agitación inicial Tiempo de agitación inicial | Flujo de gases INO_CRUDO | |
| Cantidad de INO_CRUDO | Cantidad de CH ₃ INO_CRUDO | |
| Tiempo de post fermentación | Cantidad de CO ₂ INO_CRUDO | |
| Temperatura de post fermentación | Cantidad de H ₂ INO_CRUDO | |
| | Cantidad de INO_MEZC | |
| Cantidad de INO_MEZC para caracterización | Densidad | |
| | Humedad INO_MEZC | |
| | Sólidos Totales INO_MEZC | |
| | Sólidos Volátiles INO_MEZC | |
| | Carbono orgánico total INO_MEZC | |
| | Carbono orgánico disuelto (COD) INO_MEZC | |
| | Alcalinidad INO_MEZC | |
| | Ácidos grasos volátiles INO_MEZC | |
| | Nitrógeno amoniacal INO_MEZC | |

Continúa...

Cuadro 17. (Continuación)

| Variabes de entrada | Variabes monitoreadas | Variabes derivadas |
|--|---|--|
| | Nitrógeno Total INO_MEZC | |
| | pH INO_MEZC | |
| Cantidad de INO_MEZC para ensayo | | |
| Cantidad de R1_RP, R2_RP y R3_RP | INO_MEZC/R1_RP INO_MEZC/R2_RP INO_MEZC/R3_RP | |
| Cantidad de R1_ME, R2_ME y R3_ME | INO_MEZC/R1_ME INO_MEZC/R2_ME INO_MEZC/R3_ME | |
| Temperatura ambiente | INO_MEZC/B1 INO_MEZC/B2 INO_MEZC/B3 | |
| Presión atmosférica | Peso inicial de: R2L_1, R2L_2, R2L_3 R2L_4, R2L_5, R2L_6 R2L_7, R2L_8, R2L_9 | |
| Fecha y hora de inicio de ensayo | Flujo de gases INO_CRUDO | |
| Temperatura de incubación | Cantidad de CH ₃ de R2L_1... R2L_9 | |
| Tiempo de incubación | Cantidad de CO ₂ de R2L_1... R2L_9 | |
| Fecha y hora final del ensayo | Cantidad de H ₂ de R2L_1... R2L_9 | |
| Tiempo de enfriamiento del horno de biodegradación | | |
| | Peso final de: R2L_1, R2L_2, R2L_3 R2L_4, R2L_5, R2L_6 R2L_7, R2L_8, R2L_9 | |
| | | Pérdida de peso R2L_1... R2L_9 |
| | | Volumen total de gas diario en condiciones estándar de temperatura y presión |
| | | Volumen de metano y dióxido de carbono total seco en condiciones estándar de temperatura y presión |

Continúa...

Cuadro 17. (Continuación)

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|--|---|--|
| | | Cantidad de carbono en cada bioreactor R2L_? |
| | Cantidad de carbono de referencia positiva muestra de ensayo y blanco | Promedio de cantidad carbono de referencia positiva muestra de ensayo y blanco |
| | Porcentaje de biodegradación | Porcentaje de biodegradación, error estándar e intervalo de confianza |
| Cantidad de referencia positiva degradada para caracterización | | |
| Cantidad de muestra de ensayo degradada para caracterización | | |
| Cantidad de blanco degradado para caracterización | | |
| | Densidad TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Humedad TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Sólidos Totales TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Sólidos Volátiles TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Carbono orgánico total TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Carbono orgánico disuelto (COD) | |
| | Alcalinidad TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Ácidos grasos volátiles TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_ | |
| | Nitrógeno amoniacal TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | Nitrógeno Total TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |
| | pH TCMR_P, TCMR_ME Y TCMR_B | |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 18. Especificación de variables de prueba densidad

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|--------------------------------|------------------------------------|----------------------------|
| Peso de muestra de análisis | Densidad de la muestra de análisis | Densidad |
| Peso de la probeta | Peso de muestra de análisis | |
| Volumen de muestra de análisis | Peso de la probeta | |
| | Volumen de muestra de análisis | |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 19. Especificación de variables de pruebas: humedad y sólidos totales

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|---|---|----------------------------|
| Peso crisoles preparados | Temperatura pre mufla | % Sólidos totales |
| Peso inicial de muestra por duplicado | Tiempo pre mufla | % Humedad |
| Peso de muestras mezclada por duplicado en crisol | Tiempo de incineración | |
| Peso de muestra por duplicado de material de ensayo | Temperatura reposo crisoles preparados | |
| | Tiempo de mezcla de muestra | |
| | Temperatura baño María | |
| | Tiempo baño María | |
| | % Variación de peso final | |
| | % Sólidos totales de la muestra de análisis | |
| | Humedad | |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 20. Especificación de variables de prueba sólidos volátiles

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|---|-----------------------------------|----------------------------|
| Peso crisoles preparados | Temperatura incineración mechero | % Sólidos volátiles |
| Peso inicial de muestra por duplicado | Tiempo incineración mechero | % Sólidos fijos |
| Peso de muestras mezclada por duplicado en crisol | Temperatura mufla | |
| Peso de muestra por duplicado de material de ensayo | Tiempo mufla | |
| Peso de muestras mezclada por duplicado en crisol | Tiempo reposo crisoles preparados | |

Continúa...

Cuadro 20. . (Continuación)

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|---|-------------------------------|----------------------------|
| Peso de muestra por duplicado de material de ensayo | Temperatura mufla rep | |
| | Tiempo temp mufla rep | |
| | % Variación de peso final | |
| | % Sólidos volátiles | |
| | % Sólidos fijos | |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 21. Especificación de variables de prueba alcalinidad

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|--|--|---|
| Cantidad de muestra de análisis | Temperatura de secado | Normalidad de H ₂ SO ₄ _0.02N |
| Peso de Na ₂ CO ₃ | Tiempo de secado | Alcalinidad |
| Peso de Na ₂ CO ₃ _S | Tiempo enfriado | |
| Na ₂ CO ₃ _0.05N | Aforado agua para Na ₂ CO ₃ _0.05N | |
| Cantidad de agua desionizada | Aforado agua para H ₂ SO ₄ _0.01N | |
| Cantidad de H ₂ SO ₄ al 98% | Tiempo agit est H ₂ SO ₄ 0.02N | |
| Agua desionizada | Titulación est H ₂ SO ₄ 0.02N | |
| Cantidad de H ₂ SO ₄ _0.01N | Temperatura secado instrum | |
| Cantidad de Na ₂ CO ₃ _0.05N | Tiempo sec instrumentos | |
| Cantidad de H ₂ SO ₄ _0.02N | Tiempo agit cálculo | |
| | Titulación mezcla | |
| | Alcalinidad | |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 22. Especificación de variables de prueba pH

| Variables de entrada | Variables monitoreadas | Variables derivadas |
|--|-------------------------------|----------------------------|
| Cantidad de muestra de análisis | | |
| Tiempo de agitación de muestra de análisis | pH de muestra de análisis | Corrección por temperatura |

Fuente: propia, enero de 2015

4.12 CURSOGRAMA ANALÍTICO ENSAYO BATACS

Presenta las 10 operaciones principales consideradas en el modelo de proceso (ISA S.88), se indican en círculo 29 operaciones, consideradas como actividades de proceso, 38 inspecciones, 1 transporte, 2 almacenamientos y 8 demoras.

Cuadro 23. Cursograma analítico Ensayo BATACS

| CURSOGRAMA ANALITICO | | Diagrama de flujo de operación | | | | | Hoja: 1-3 | |
|--|---|--------------------------------|---|---|---|--------|---------------|--|
| Proceso: Ensayo BATACS. Laboratorio de Biodegradación - Centro de Desarrollo Tecnológico. Unicauca | | | | | | | | |
| Realizado por: Paola Marcela Certuche Muñoz y Daniel Eduardo Melo Ruiz | | | | | | | | |
| Revisado por: Mag. Ing. Juan Flórez | | | | | | | | |
| Descripción de actividades | ○ | □ | ⇒ | ▽ | D | Tiempo | Observaciones | |
| 1 Preparación de FORSU | | | | | | | | |
| Recolección de FORSU | | | | | | | | |
| Trituración manual | * | | | | | | | |
| Mezcla manual | * | | | | | | | |
| Secado a temperatura ambiente | * | | | | | | | |
| Secado en horno | * | | | | | | | |
| Trituración en molino | * | | | | | | | |
| Agitado manual | * | | | | | | | |
| 2 Caracterización de FORSU | | | | | | | | |
| Pesar muestra de FORSU | | | | | | | | |
| Preparación de materiales para caracterización | * | | | | | | | |
| Determinación de carbono orgánico total | * | | | | | | | |
| Determinación de contenido de nitrógeno | * | | | | | | | |
| 3 Preparación de inóculo | | | | | | | | |
| Pesar muestra de FORSU | | | | | | | | |
| Mezclado de FORSU con inóculo líquido | * | | | | | | | |
| Homogenizado de mezcla | * | | | | | | | |
| Control de pH | * | | | | | | | |
| Control de temperatura de la mezcla degradada | * | | | | | | | |
| Registro de mediciones | * | | | | | | | |
| 4 Caracterización de inóculo | | | | | | | | |
| Extracción de muestra de inóculo | | | | | | | | |
| Preparación de muestra de inóculo | * | | | | | | | |
| Determinación de densidad | * | | | | | | | |
| Determinación de humedad | * | | | | | | | |
| Determinación de sólidos volátiles | * | | | | | | | |
| Determinación de sólidos totales | * | | | | | | | |
| Determinación de COT | * | | | | | | | |
| Determinación de COD | * | | | | | | | |
| Determinación de alcalinidad | * | | | | | | | |
| Determinación de AGV | * | | | | | | | |
| Determinación de nitrógeno amoniacal | * | | | | | | | |
| Determinación de nitrógeno total | * | | | | | | | |
| Determinación de pH | * | | | | | | | |

| CURSOGRAMA ANALITICO | | Diagrama de flujo de operación | | | | | Hoja: 2-3 | |
|--|---|--------------------------------|---|---|---|--------|---------------|--|
| Proceso: Ensayo BATACS | | | | | | | | |
| Laboratorio de Biodegradación - Centro de Desarrollo Tecnológico | | | | | | | | |
| Universidad del Cauca | | | | | | | | |
| Realizado por: Paola Marcela Certuche Muñoz y Daniel Eduardo Melo Ruiz | | | | | | | | |
| Revisado por: Mag. Ing. Juan Flórez | | | | | | | | |
| Descripción de actividades | ○ | □ | ⇒ | ▽ | D | Tiempo | Observaciones | |
| 5 Preparación materiales de prueba | | | | | | | | |
| Enfriamiento material de prueba | * | | | | | | | |
| Corte de material enfriado | * | | | | | | | |
| Trituración de material enfriado y cortado | * | | | | | | | |
| Tamizado de material enfriado, cortado y triturado | * | | | | | | | |
| Cuantificación réplicas de materiales de prueba | | | | | | | | |
| 6 Caracterización de materiales de prueba | | | | | | | | |
| Preparación muestras para caracterización | * | | | | | | | |
| Determinación de sólidos volátiles | * | | | | | | | |
| Determinación de sólidos totales | * | | | | | | | |
| Determinación carbono orgánico total | * | | | | | | | |
| 7 Post fermentación de inóculo | | | | | | | | |
| Homogenización de inóculo | * | | | | | | | |
| Post fermentación de inóculo | * | | | | | | | |
| Mezclado inóculo post fermentado | * | | | | | | | |
| 8 Caracterización inóculo post fermentado | | | | | | | | |
| Realización de muestreo | | | | | | | | |
| Preparación muestra caracterización | * | | | | | | | |
| Determinación de pH | * | | | | | | | |
| Determinación de densidad | * | | | | | | | |
| Determinación de humedad | * | | | | | | | |
| Determinación de sólidos volátiles | * | | | | | | | |
| Determinación de sólidos totales | * | | | | | | | |
| Determinación de COT | * | | | | | | | |
| Determinación de COD | * | | | | | | | |
| Determinación de alcalinidad | * | | | | | | | |
| Determinación de AGV | * | | | | | | | |
| Determinación nitrógeno amoniacal | * | | | | | | | |
| Determinación nitrógeno total | * | | | | | | | |
| Registro de información | * | | | | | | | |

| CURSOGRAMA ANALITICO | Diagrama de flujo de operación | | | | | Hoja: 3-3 | |
|--|--------------------------------|-----------|----------|----------|----------|-----------|---------------|
| Proceso: Ensayo BATACS | | | | | | | |
| Laboratorio de Biodegradación - Centro de Desarrollo Tecnológico | | | | | | | |
| Universidad del Cauca | | | | | | | |
| Realizado por: Paola Marcela Certuche Muñoz y Daniel Eduardo Melo Ruiz | | | | | | | |
| Revisado por: Mag. Ing. Juan Flórez | | | | | | | |
| Descripción de actividades | ○ | □ | ⇒ | ▽ | D | Tiempo | Observaciones |
| 9 Ensayo de biodegradación de materiales de prueba | | | | | | | |
| Mezcla de inóculo pos fermentado y materiales de prueba | * | | | | | | |
| Homogenizado de inóculo para blanco | * | | | | | | |
| Biodegradación de muestras con temperatura controlada | * | | | | | | |
| Reposo del equipo | | | | | * | | |
| Cálculos y documentación | * | | | | | | |
| 10 Caracterización de mezcla degradada | | | | | | | |
| Realización de muestreo | | | | | * | | |
| Preparación de mezcla degradada para caracterización | * | | | | | | |
| Determinación de pH | | * | | | | | |
| Determinación de densidad | | * | | | | | |
| Determinación de humedad | | * | | | | | |
| Determinación de sólidos volátiles | | * | | | | | |
| Determinación de sólidos totales | | * | | | | | |
| Determinación de COT | | * | | | | | |
| Determinación de COD | | * | | | | | |
| Determinación de alcalinidad | | * | | | | | |
| Determinación de AGV | | * | | | | | |
| Determinación de nitrógeno amoniacal | | * | | | | | |
| Determinación de nitrógeno total | | * | | | | | |
| Cálculos y documentación | * | | | | | | |
| TOTAL | 29 | 38 | 1 | 2 | 8 | | |

Fuente: propia, enero de 2015

5 ANEXO

FORMATOS DE REPORTES DEL ENSAYO BATACS

Se desarrollan los formatos de reportes en hojas electrónicas Excel, ver tabla 4, se almacenan de forma digital en un CD que acompaña la monografía, en la carpeta “Reportes”.

Tabla 4. Contenido de las hojas electrónicas de reportes Ensayo BATACS

| Nombre del archivo | Nombre de la hoja |
|----------------------------------|---|
| 1-Emision y recepción de pedidos | FORSU Insumos y reactivos Ino_Lodo anaerobio |
| 2-Preparacion de FORSU | Preparación y caracteriza_FORSU |
| 3-Preparacion de inoculo | Prep_Inoculo Densidad Humedad, ST,SF y volátiles COT, COD FORSU_TSTH_INO Alcalinidad FORSU_TSTH_INO AGV FORSU_TSTH_INO Nitrógeno Total y amoniacal PH- FORSU_TSTH_INO |
| 4-Inoculo pos fermentado | Post fermentación Densidad Humedad, ST,SF y volátiles COT, COD Alcalinidad AGV Nitrógeno Total y amoniacal PH |
| 5-Ensayo BATACS | Caract_MP (ST, SV, COT) Caracterizacion inoculo (LA) Ensayo Seguimiento RP, ME y B Densidad TCMR Humedad, ST,SF y volatiles TCMR COT, COD TCMR Alcalinidad TCMR Alcalinidad TCMR Nitrogeno Total, amoniacal TCMR |

Fuente: propia, enero de 2015.

6 ANEXO







ESPECIFICACIÓN DE INSTRUMENTACIÓN Y EQUIPOS

La nueva célula de proceso de biodegradación anaerobia está compuesta por cuatro unidades: a) Unidad de preparación de FORSU, b) Unidad de preparación de inóculo c) Unidad de biodegradación y d) Unidad de caracterización; se presentan los equipos que conforman cada una de ellas, ver cuadros 24-36:

6.1 EQUIPOS UNIDAD PREPARACIÓN DE FORSU








Los equipos que conforman la unidad de preparación de FORSU se detallan en el Cuadro 24. Para más información, consultar fichas técnicas de equipos en la carpeta “Anexo FT equipos” en el CD adjunto a este documento.

Cuadro 24. Equipos Unidad de preparación de FORSU

| Equipo | Referencia | Rango | Estado | Función | Imagen |
|----------------------|------------|-----------------------|---------|--------------------------------------|---|
| Bidón de polietileno | Genérico | Capacidad: 15l (16Kg) | Comprar | Almacenar cáscara de vegetales |  |
| Bidón de polietileno | Genérico | Capacidad: (10Kg) | Comprar | Almacenar cáscara de frutas |  |
| Bidón de polietileno | Genérico | Capacidad (10Kg) | Comprar | Almacenar cáscara de carbohidratos |  |
| Bidón de polietileno | Genérico | Capacidad: (9Kg) | Comprar | Almacenar cáscara de proteínas |  |
| Bidón de polietileno | Genérico | Capacidad: (16Kg) | Comprar | Almacenar cáscara de inóculo líquido |  |
| Bidón de polietileno | Genérico | Capacidad: (50 Kg) | Comprar | Para almacenar FORSU |  |

Continúa...

Cuadro 24. (Continuación)








| | | | | | |
|------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|------------|--|---|
| Balanza de precisión 12Kg | Kern Gab-12K0.1N | Capacidad: 12 Kg \pm 0.001 Kg | Disponible | Pesado de material orgánico |  |
| Cuchillo | Genérico | Estándar | Comprar | Corte de FORSU |  |
| Espátula | Genérica | Grande | Disponible | Esparcir FORSU |  |
| Montaje de secado | Diseño | Malla: 0.1 – 0.5 cm | Comprar | Secado inicial FORSU |  |
| Horno de secado grande | FD 240 Binder | Capacidad 1l (0-300°C \pm 0.1) | Disponible | Secado de FORSU |  |
| Molino de martillo cuchillas | Triturador picador TP 8 Penagos | Diámetro tamices: 0.2 - 6.0 mm | Comprar | Molienda FORSU |  |
| Recipiente de polietileno | Genérico | Capacidad: 50 ml | Comprar | Almacenar, y transportar FORSU que va a preparación de inóculo |  |

Fuente: propia, enero de 2015

Equipos unidad preparación de inóculo






Los equipos que conforman la unidad de preparación de inóculo se detallan en el Cuadro 25.

Cuadro 25. Equipos Unidad de preparación de inculo

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|---|---|---|--|------------|---|---|
| Biodigestor anaerobio con chaqueta | Genérico | Centricol | Capacidad: 40 l Sin agitación con manómetro | Disponible | Almacenar mezcla en condiciones anaerobias |  |
| Manómetro del biodigestor | Genérico | Centricol | 0-30 psi | Disponible | Medir presión interna del biodigestor |  |
| Sensor pt-100 | Genérico | Centricol | Precisión 0.1 ° C | Disponible | Censa temperatura interna del biodigestor |  |
| Transmisor de temperatura | Siemens: D-76181 Software de manejo SIPROM T | Siemens | 4 -20 mA | Disponible | Transmite señal del sensor al visor de temperatura |  |
| Indicador de temperatura | Indicador de temperatura | TC Direct | Precisión: PT100: $\pm(0.3\%$ de la lectura + 1 dígito) ó $\pm 0.8^{\circ}\text{C}$ (1.6°F) | Comprar | Permite visualizar la temperatura interna del biodigestor |  |
| Sistema de agitación Motor con variador y juego de aspas | Agitador vertical de velocidad reducida VR3 | Optimización de procesos y tecnología OPT | Capacidad 150m ³ l (40 – 335) rpm | Comprar | Transmitir movimiento a las aspas del agitador |  |
| Chiller | LAUDA ALPHA RA8 | LAUDA | Control de temperatura: -25 ° C 100 ° C $\pm 0,05$ ° C Volumen: 7.5 L Flujo: 15 L / min | Disponible | Realiza control de temperatura del agua que ingresa a la chaqueta del biodigestor |  |

Continúa...

Cuadro 25. (Continuación)

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|---------------------------------|---|-----------------------|--|-------------|--|---|
| Sensor indicador de pH | Lab 850 pH metro SCHOT Instruments | SI Analytics | -2.000-19.999 ± 0,005 Pt 1000 Buffer: 4,01 + 6,87 RS232 Memoria: 800 datos | Comprar | Determinar pH del inóculo o mezcla degradada |  |
| Sistema de acumulación de gases | Gas Sampling Bag GSB-P/ 10, Pulse Pump III™ | Ritter Modelo Lab 850 | Capacidad 10l | Comprar | Almacenar muestras de gas |  |
| Cromatógrafo de gases | Agilent 7890A | Agilent Technologies | Rango dinámico lineal de 10 ⁷ Hasta cuatro señales Automatizado con HMI de computador | Comprar | Censar gases: metano, dióxido de carbono e hidrógeno |  |
| Barómetro | DB 3 | PCE Instruments | 0...+2000 mbares, Precisión: ± 0,5 % | Comprar | Determinar presión atmosférica |  |
| Termómetro de vidrio | VWR Brand | Brand | 0 -100°C ± 1 °C | Disponibile | Medir temperatura ambiente |  |

Fuente: propia, enero de 2015

6.2 EQUIPOS UNIDAD DE ENSAYO DE BIODEGRADACIÓN






Los equipos que conforman la unidad de biodegradación se detallan en el Cuadro 26.

Cuadro 26. Equipos unidad de ensayo de biodegradación anaerobia

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|-----------------------------|-------------|--------------------|--------------------------------|-------------|---|---|
| Post fermentador | Genérico | Genérico | Capacidad: 20 Kg (0-60)°C | Comprar | Incubación de inóculo crudo |  |
| Balanza de precisión 1 Kg | XB 1200C | Precisa | Capacidad: 1200 g ± 0.01 g | Disponibile | Pesar inóculos fermentados que ingresan al ensayo |  |
| Taza plástica interior liso | Genérica | Genérica | Capacidad 3 Kg | Comprar | Cuantificar réplicas |  |
| Espátula | Genérica | Genérica | Grande | Disponibile | Esparcir mezcla |  |
| Balanza analítica | ALJ 220-4NM | Kern | 0 – 220 g ± 0.0001 g | Disponibile | Pesar muestras de ensayo |  |
| Recipiente | Genérica | Genérica | Capacidad: 250 ml | Comprar | Preparación de materiales de prueba |  |
| Tijera | Genérica | Genérica | | Comprar | Cortar materiales de prueba |  |
| Molino analítico | PX-MFC 90 D | Kienmatica polymix | Diámetro tamices: 0.2 - 6.0 mm | Disponibile | Triturar materiales de prueba |  |
| Tamices malla (2) | Genérica | Genérica | Capacidad: 60 y 120 | Comprar | Tamizado de materiales de prueba |  |

Continúa...

Cuadro 26. (Continuación)






| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|-------------------------------------|--------------------------------|-----------------|---|-------------|---|---|
| Horno incubador con salida superior | FD 115 | Binder | Capacidad: 115l (5 -300) °C +/- 0.1 °C Temporizador: 0-99 h Interfaz: RS 422 Hasta 16 bioreactores | Comprar | Mantener temperatura constante y continua de bioreactores |  |
| Bioreactores (9) | Laboratory glass bottle | Ritter | Capacidad: 1l Conexión a sensor de gas | Comprar | Lugar de biodegradación de materiales de prueba con inóculo |  |
| Analizador de gases | MilliGascouter MGC-1 V3.2 PMMA | Ritter | Capacidad: 1 ml/h- 1 l/h ± 0.3% | Comprar | Medir flujo de gas |  |
| Barómetro | DB 3 | PCE Instruments | 0...+2000 mbar Precisión: ± 0,5 % | Comprar | Medir presión atmosférica |  |
| Termómetro de vidrio | VWR Brand | Brand | 0 -100°C ± 1 °C | Disponibile | Medir temperatura ambiente |  |

Fuente: propia, enero de 2015

6.3 EQUIPOS UNIDAD DE CARACTERIZACIÓN






Se presentan los módulos equipos para: extracción y preparación de muestra, ver cuadros 27 y 28.

Cuadro 27. Módulo equipo extracción de muestra

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|--------------------------------|-------------|----------|---|------------|---|---|
| Sonda para muestreo | Diseñada | Diseñada | - | Disponible | Extraer muestras de material para caracterización |  |
| Beaker | Genérico | Genérico | 0 – 150 ml ± 0.0001 g | Disponible | Conterer muestra |  |
| Varilla de vidrio | Genérico | Genérico | Tamaño: 5 mm de diámetro y 6 cm de largo | Disponible | Mezclar muestra |  |
| Plancha de agitación magnética | MS7-H550 S | Scilogex | (0-550) °C ±1% (100-1500) rpm | Disponible | Agitar mezcla y calentarla |  |
| Balanza analítica | ALJ 220-4NM | Kern | 0 – 220 g ± 0.0001 g | Disponible | Pesar muestras de ensayo |  |

Fuente: propia, enero de 2015.

Cuadro 28. Módulo equipo de preparación de muestra



| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|--------------------------------|------------|----------|-------------------------------------|------------|-----------------------------|--|
| Pipeta aforada 10ml | Genérico | Genérico | Capacidad 10ml | Disponible | Obtener alícuota de muestra |  |
| Beaker | Genérico | Genérico | 0 – 100 ml ± 0.0001 g | Disponible | Conterer muestra |  |
| Plancha de agitación magnética | MS7-H550 S | Scilogex | (0-550) °C ±1% (100-1500) rpm | Disponible | Agitar mezcla y calentarla |  |
| Embudo de decantación | Genérico | Genérico | Capacidad 0-1000 ml | Disponible | Decantación de muestra |  |
| Embudo | Genérico | Genérico | - | Disponible | Filtrado de muestra |  |

Fuente: propia, enero de 2015.

Equipos pruebas de caracterización







Los módulos equipo están organizados según las pruebas a realizar: densidad, humedad, sólidos totales y volátiles, alcalinidad y pH, ver cuadros 29-32.

Cuadro 29. Módulo equipo de la prueba de densidad

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|-------------------|-------------|----------|-------------------------|------------|--------------------------|---|
| Balanza analítica | ALJ 220-4NM | Kern | 0 – 220 g ± 0.0001 g | Disponible | Pesar muestras de ensayo |  |
| Probeta 100 ml | Genérico | Genérico | 0 – 100 ml | Disponible | Medir muestras de ensayo |  |


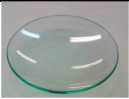



Fuente: propia, enero de 2015.

Cuadro 30. Módulo equipo de las pruebas humedad, sólidos totales y volátiles

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|----------------------------|----------------|---------------------------|---|------------|---|---|
| Medidor de humedad precisa | Precisa 60X | Precisa | 30-230 °C ± 0.01% | Disponible | Calcinación de material |  |
| Mufla | FB 1400 | Furnace | 30-300 °C ± 0.9°C | Disponible | Secar muestra |  |
| Higrómetro | Modelo: MT-241 | Industrias Asociadas Ltda | Temperatura interna (0-50) ±°C 1°C Humedad: (5-19) % | Comprar | Registrar temperatura y humedad del laboratorio |  |
| Varilla de vidrio | Genérico | Genérico | Tamaño: 5 mm de diámetro y 6 cm de largo | Disponible | Mezclar muestra |  |
| Espátula | Genérico | Genérico | Pequeña | Disponible | Esparcir mezcla |  |
| Balanza analítica | ALJ 220-4NM | Kern | 0 – 220 g ± 0.0001 g | Disponible | Pesar muestras de ensayo |  |





Continúa...

Cuadro 30. (Continuación)

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|-------------------------|------------|----------|-----------------------------------|------------|---|--|
| Crisoles de porcelana | Genérico | Genérico | 15 mm | Disponible | Depositar muestra |  |
| Vidrio reloj | Genérico | Genérico | 118.5 cm | Disponible | Tapar crisoles |  |
| Horno de secado pequeño | FD 240 | Binder | Capacidad 1l (0-300°C ±0.1) | Disponible | Secado de material |  |
| Mechero de gas | Bunsen | Bunsen | Con llave de paso de gas y piloto | Disponible | Calentamiento de muestras |  |
| Desecador mediano | | Nalgene | 2.4l | Disponible | Enfriamiento de materiales sin absorción de humedad |  |






Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 31. Equipos de la unidad de prueba alcalinidad

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|-------------------|-------------|----------|-------------------------|------------|---|---|
| Balanza analítica | ALJ 220-4NM | Kern | 0 – 220 g ± 0.0001 g | Disponible | Pesar muestras de ensayo |  |
| Desecador mediano | | Nalgene | 2.4l | Disponible | Enfriamiento de materiales sin absorción de humedad |  |
| Erlenmeyer | Genérico | Genérico | 250 ml | Disponible | Contener materiales para preparar |  |
| Balón aforado | Genérico | Genérico | 1000ml | Disponible | Realizar mezclas |  |




Continúa...

Cuadro 31. (Continuación)

| | | | | | | |
|-------------------------------|-----------------|----------------------------------|---|------------|---|--|
| Pipetas aforadas | Genérico | Genérico | Capacidad 10ml | Disponible | Obtener alícuota de muestra |  |
| Beakers | Genérico | Genérico | 100ml 50 ml | Disponible | Contener muestras para agitar en plancha |  |
| Plancha de agitación | MS 7- H550-S | Scilogex | (0-550) °C ±1% (100-1500) rpm | Disponible | Agitar mezcla y calentarla |  |
| Sensor indicador de pH | Lab 850 | pH metro SCHOT Instruments | -2.000- 19.999 ± 0,005 Pt 1000 Buffer: 4,01 + 6,87 | Comprar | Determinar pH del inóculo o mezcla degradada |  |
| Horno de secado pequeño | FD 240 | Binder | Capacidad 1l (0-300°C ±0.1) | Disponible | Secado de material |  |

Fuente: propia, enero de 2015

Cuadro 32. Equipos de la unidad de prueba pH






| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|------------------------------|-----------------|----------------------------------|--|------------|---|---|
| Sensor indicador de pH | Lab 850 | pH metro SCHOT Instruments | -2.000- 19.999 ± 0,005 Pt 1000 Buffer: 4,01 + 6,87 | Comprar | Determinar pH del inóculo o mezcla degradada |  |
| Beaker | Genérico | | 20 ml | Disponible | Contener muestras para mezclado |  |
| Plancha de agitación | MS 7- H550-S | Scilogex | (0-550) °C ±1% (100- 1500) rpm | Disponible | Agitar mezcla y calentarla |  |

Fuente: propia, enero de 2015

6.4 ESTACIÓN DE ALMACENAMIENTO DE MATERIAS PRIMAS, REACTIVOS Y RESIDUOS

En la presente propuesta de automatización se da cumplimiento a requerimientos generales, recomendando una estación de almacenamiento, que conserve materias primas e insumos requeridos en el ensayo BATACS, ver cuadro 33.

Cuadro 33. Estación de almacenamiento de materias primas, reactivos y residuos








| Equipo | Referencia | Marca | Características | Estado | Función | Imagen |
|---|---------------------------|----------|--|--------|--|---|
| Estante almacenamiento de reactivos | Genérico | Genérico | Armario de puertas batientes con bandejas | Compra | Almacenar reactivos en condiciones adecuadas |  |
| Estante almacenamiento de residuos químicos | Genérico | Genérico | Armario de seguridad bajo metálico | Compra | Almacenar residuos químicos en condiciones adecuadas |  |
| Estante almacenamiento de FORSU | Genérico | Genérico | Metálico destapado con malla y sistema de seguridad que evite el derramamiento de líquidos | Compra | Almacenar FORSU en condiciones adecuadas |  |
| Estante almacenamiento de equipos | Genérico | Genérico | Metálico con puertas batientes | Compra | Almacenar equipos |  |
| Nevera | ASSENT O 220L SE 2P DACTI | Haceb | 220 l No frost | Compra | Almacenar reactivos |  |

Fuente: propia, enero de 2015

6.5 EQUIPOS DE SEGURIDAD INDUSTRIAL

Cumpliendo un requerimiento general, se recomiendan implementos y equipos de seguridad industrial, que garanticen la integridad del personal y de la infraestructura, ver cuadro 34.



Cuadro 34. Equipos de seguridad industrial de la nueva célula de proceso BATACS

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|----------------------------|--|------------------------|---|-------------|---|---|
| Cabina extractora de gases | PTEFH-36 AIR | SCIENCE USA | Con ductos. Flujo de aire continuo. Con alarmas | Comprar | Extraer vapores del laboratorio |  |
| Chimenea | Personalizado | Personalizado | Adaptado a la cabina extractora | Comprar | Transmitir vapores al exterior del edificio |  |
| Ventilador | Vektor-MD | Greenheck | 40.776 m ³ /h | Comprar | Extraer tóxicos y olores contaminantes |  |
| Ventiladores | FAC4-45 Extractor de aire Mural de pared | Ventiladores Euritecsa | 5.400 m ³ /h | Comprar | Retirar aire del interior de laboratorio |  |
| Extintor | Genérico | Genérico | Tipo Polvo químico-ABC Portátil 20Kg | Comprar | Apagar incendio por fuego clase A B y C |  |
| Equipo de neutralización | Personalizado | Personalizado | Neutraliza ácidos, bases, disolvente orgánico | Comprar | Opera en caso de derrames |  |
| Botiquín | Genérico | Genérico | Elementos básicos de botiquín | Disponibile | Necesario en caso de accidente |  |

Fuente: propia, enero de 2015

6.6 EQUIPOS DE RESPALDO ENERGÉTICO

Cumpliendo un requerimiento hardware, se recomiendan equipos de respaldo energético, para garantizar la continuidad del ensayo ante potenciales fallos eléctricos, ver cuadro 35.









| Equipo | Referencia Marca | Características | Función | Imagen |
|--------------------------------|----------------------|---|---|---|
| Planta eléctrica de emergencia | EF3000ISEB Yamaha | Potencia máxima: 5.5 hp Combustible: gasolina Consumo combustible: 1.63l/h Generador Voltaje: 120VAC/12VDC Potencia máx: 3000W Potencia nom: 2800W Autonomía: 8h Bajo ruido | Garantizar energía eléctrica ante fallos de la red, en la preparación de inóculo y biodegradación de muestras de ensayo |  |
| UPS | Telco 2700W DELL | Tiempos de ejecución: 5 minutos con carga máxima, 14 minutos con media carga Voltajes de entrada: 110, 120, 127 V CA Voltajes de salida: 110, 120, 127 V CA | Proteger equipos de sobrecargas y garantizar tiempo de funcionamiento ante fallos eléctrico. |  |

Fuente: propia, enero de 2015

6.7 EQUIPOS REQUERIDOS PARA MONITOREO Y REPORTE

Se proponen equipos para registro y monitoreo del Ensayo BATACS y pruebas, ver cuadro 36.

Cuadro 35. Equipos para monitoreo y reportes

| Equipo | Referencia | Marca | Rango | Estado | Función | Imagen |
|---|-------------------------------------|----------|---|------------|---------------------------------------|---|
| Computador de escritorio | Inspiron Small Desktop 3647 | DELL | Procesador Intel® Celeron® de doble núcleo. Memoria de 4 GB. Disco duro de 500 GB Windows 8.1 | Comprar | Hacer cálculos y registrar resultados |  |
| Impresora | Impresora Multifuncional Epson L210 | EPSON | Capacidad 4.000 páginas en negro y 6.500 páginas a color. 27 páginas por minuto en negro | Comprar | Imprimir resultados |  |
| Calculadora de bolsillo científica | FX-82ESPLUSBK SB | CASIO | 9 memorias variables. Estadísticas bidimensionales Análisis de regresión. | Disponible | Realizar cálculos de pruebas |  |
| Software de adquisición de datos | RIGAMO™ V.3.1 | Ritter | Capacidad: XP / Vista / 7 Hasta 24 milligas counter | Comparar | Gestión de información del ensayo |  |
| Interfaz horno | Interfaz: RS 422 | Ritter | DataControlSystem | Comprar | Comunicación SW APT-COM™ |  |
| Módulo interfaz Input/Interface Converter A/D | Digital Input/Interface Module | Ritter | Capacidad: 1-16 canales | Comprar | |  |
| Archivador | Genérico | Genérico | Metálico con tres gavetas | Comprar | Preservar registros y reportes |  |
| Tablet | Xperia | Sony | 16 Gigabytes | Comprar | Toma de Datos |  |

Fuente: propia, enero de 2015

7 ANEXO

COSTEO DEL ENSAYO BATACS Y PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN

7.1 INVERSIONES FIJAS

La implementación de la propuesta, requiere de equipos existentes y otros que se deben adquirir comercialmente equivalentes a una inversión de ciento setenta y ocho millones cuarenta y ocho mil quinientos cincuenta y dos pesos colombianos \$178'.048.552,0 m/cte.; la principal inversión es en equipos para preparación de inóculo y ensayo de biodegradación \$143'.922.400, ver cuadros 36 a 41.

Cuadro 36. Precios de equipos preparación inóculo y ensayo de biodegradación

| ELEMENTO | MARCA | CAN | UND | VAL/UND (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------------------------------|----------------------------------|-----|------|--------------|--------------------|
| Analizador de gases | Por confirmar | 1 | Unid | 30.000.000 | 30.000.000 |
| Balanza analítica | Marca Precisa. Modelo XB 220A | 1 | Unid | 6.008.800 | 6.008.800 |
| Balanza de precisión | Marca Kern. Platillo en acero | 2 | Unid | 2.030.000 | 4.060.000 |
| Bolsa, sistema agitación y visor temp | Personalizado | 1 | Unid | 10.000.000 | 10.000.000 |
| Biodegradación | Biogas Batch Fermentation System | 1 | Unid | 60.000.000 | 60.000.000 |
| Flujómetro de gases | Ritter DrumType | 1 | Unid | 10.000.000 | 10.000.000 |
| Higrómetro | MT-241 | 4 | Unid | 71.000 | 284.000 |
| Barómetro | DB 3 | 1 | Unid | 300.000 | 300.000 |
| Molino Analítico | Kienmatica polymix PX-MFC 90D | 1 | Unid | 15.000.000 | 15.000.000 |
| pH metro | SCHOT Intruments, Lab 850 | 1 | Unid | 4.000.000 | 4.000.000 |
| Plancha de agitación magnética | LB PRO modelo MS7-H550-S | 2 | Unid | 1.484.800 | 2.969.600 |
| Recipiente pos fermentación | Genérico | 1 | Unid | 1.000.000 | 1.000.000 |
| Termómetro | Genérico | 1 | Unid | 100.000 | 100.000 |
| Malla tipo galpón | Diseño | 1 | Unid | 200.000 | 200.000 |
| TOTAL | | | | | 143.922.400 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 37. Precios equipos estación de almacenamiento

| ELEMENTO | MARCA | CAN | UND | VAL/UND (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---|----------|-----|------|--------------|------------------|
| Estante almacenamiento de reactivos | Genérico | 1 | Unid | 800.000 | 800.000 |
| Estante almacenamiento de residuos químicos | Genérico | 1 | Unid | 400.000 | 400.000 |
| Estante almacenamiento de FORSU | Genérico | 1 | Unid | 600.000 | 600.000 |
| Estante almacenamiento de equipos | Genérico | 1 | Unid | 600.000 | 600.000 |
| TOTAL | | | | | 2.400.000 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 38. Precios equipos de seguridad industrial

| ELEMENTO | MARCA | CAN | UND | VAL/UND (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------------------|---------------------------------------|-----|------|--------------|------------------|
| Campana extractora de gas | PTEFH-36 AIR | 1 | Unid | 16.000.000 | 16.000.000 |
| Chimenea | Personalizado | 1 | Unid | 2.000.000 | 2.000.000 |
| Ventiladores | Vektor-MD | 1 | Unid | 600.000 | 600.000 |
| Ventiladores | FAC4-45 Extractor de aire Mural | 2 | Unid | 100.000 | 200.000 |
| Extintor | Genérico | 4 | Unid | 80.000 | 320.000 |
| Equipo de neutralización | Personalizado | 1 | Unid | 150.000 | 150.000 |
| Botiquín | Genérico | 2 | Unid | 60.000 | 120.000 |
| TOTAL | | | | | 19.390.000 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 39. Precios equipos de respaldo energético

| ELEMENTO | MARCA | CAN | UND | VAL/UND (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|--------------------------------|-------------|-----|------|--------------|------------------|
| Planta eléctrica de emergencia | EF3000ISEB | 1 | Unid | 8.000.000 | 8.000.000 |
| UPS | Telco 2700W | 1 | Unid | 600.000 | 600.000 |
| TOTAL | | | | | 8.600.000,0 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 40. Precio equipos de monitoreo y reportes

| ELEMENTO | MARCA | CAN | UND | VAL/UND (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|------------------------|----------------------------------|-----|------|--------------|------------------|
| Computador | DELL Inspiron Small Desktop 3647 | 1 | Unid | 2.000.000 | 2.000.000 |
| Impresora | Impresora Mult Epson L210 | 1 | Unid | 460.000 | 460.000 |
| Calculadora científica | Genérico | 1 | Unid | 30.000 | 30.000 |
| Archivador | Genérico | 1 | Unid | 300.000 | 300.000 |
| Tablet | Sony | 1 | Unid | 946.152 | 946.152 |
| TOTAL | | | | | 3.736.152 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 41. Resumen de inversiones fijas en equipos requeridos

| EQUIPOS | VALOR TOTAL (\$) |
|--|------------------|
| Equipos preparación inóculo y ensayo de biodegradación | 143.922.400 |
| Equipos estación almacenamiento | 2.400.000 |
| Equipos de seguridad industrial | 19.390.000 |
| Equipos de respaldo energético | 8.600.000,0 |
| Equipos de monitoreo y reportes | 3.736.152,0 |
| TOTAL | 178.048.552,0 |

Fuente: propia, enero 2015

7.2 COSTEO MATERIA PRIMA E INSUMOS PARA ENSAYO BATACS Y PRUEBAS

A falta de información, se propone registrar el costo de materias primas e insumos requeridos para el ensayo BATACS y las seis pruebas de caracterización, ver cuadros 42-44.

Cuadro 42. Costo unitario de materia prima e insumos Ensayo BATACS

| PRODUCTO | Unidad | Pres | Valor (\$) | C/U | Costo (\$) |
|---------------------------------------|--------|------|------------|---------|------------|
| Vegetales | Cant | Kg | \$ | \$ | |
| Desechos de lechuga | 8,10 | | | | |
| Desechos de repollo | 2,70 | | | | |
| Desechos de zanahoria | 0,90 | | | | |
| Desechos de tomate | 1,35 | | | | |
| Desechos de cebolla | 2,70 | | | | |
| Frutas | | Kg | | | |
| Desechos de banano | 3,15 | | | | |
| Desechos de naranja | 2,25 | | | | |
| Desechos de mandarina | 2,25 | | | | |
| Desechos de piña | 2,25 | | | | |
| Carbohidratos | | Kg | | | |
| Desechos de papa criolla | 3,60 | | | | |
| Desechos de papa | 3,60 | | | | |
| Desechos de yuca | 3,15 | | | | |
| Proteínas | | Kg | | | |
| Desechos de carne | 2,25 | | | | |
| Desechos de arveja | 3,60 | | | | |
| Desechos de frijol | 3,15 | | | | |
| INÓCULO | | Kg | | | |
| Inóculo líquido anaerobio | 16,00 | | | | |
| MATERIALES DE PRUEBA | | Kg | | | |
| Celulosa | 0,15 | | | | |
| Muestra de ensayo | 0,16 | | 0 | | 0 |
| REACTIVOS | | ml | | | |
| NaOH | 1,00 | g | 1000g | 54,288 | 54,3 |
| Agua destilada | 100 | | | | |
| Agua desionizada | 600 | | | | |
| Na ₂ CO ₃ | 1,5 | g | 50g | 482.560 | 9.651,2 |
| H ₂ SO ₄ al 98% | 2,8 | | | | 14.477 |
| TOTAL | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 43. Costo insumos pruebas: Humedad, Sólidos totales, Sólidos volátiles

| ELEMENTO | Unidad | Pres | Valor (\$) | C/U | Costo (\$) |
|----------------|--------|------|------------|-----|------------|
| Reactivos | Cant | | | \$ | |
| Agua destilada | 100 ml | | | | |
| Total | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 44. Costos insumos prueba de Alcalinidad

| ELEMENTO | | Unidad | Pres | Valor (\$) | C/U | Costo (\$) |
|---------------------------------------|------|--------|------|------------|---------|------------|
| Reactivos | Cant | | | \$ | \$ | |
| Agua destilada | 500 | ml | | | | |
| Agua desionizada | 600 | ml | | | | |
| Na ₂ CO ₃ | 1,5 | g | 50g | 482.560 | 9.651,2 | 14.477 |
| H ₂ SO ₄ al 98% | | ml | | | | |
| Total | | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

7.3 COSTO DE SERVICIOS DE PRUEBAS EXTERNAS

A falta de información, se propone registrar los costos de las pruebas externas de caracterización que se requieran en el ensayo BATACS, ver cuadro 45.

Cuadro 45. Costo servicio de pruebas externas de caracterización para el ensayo BATACS

| PRUEBA | CANTIDAD | VALOR UNITARIO (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------------------|----------|---------------------|------------------|
| Carbono orgánico total | | | |
| Carbono orgánico disuelto | | | |
| AGV | | | |
| Nitrógeno total | | | |
| Nitrógeno amoniacal | | | |
| TOTAL | | | |

Fuente: propia, enero 2015

7.4 COSTOS MANO DE OBRA DIRECTA

Se hace una estimación del tiempo promedio requerido por laboratorista e inspector para el ensayo BATACS y pruebas de caracterización, ver cuadros 46-50

Cuadro 46. Costos de mano de obra directa Ensayo BATACS sin pruebas de caracterización

| CARGO | UNIDAD | CANTIDAD | DÍAS | VALOR UNITARIO (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------|--------|----------|------|---------------------|------------------|
| Laboratorista | hora | 0,5 | 60 | | |
| Inspector | hora | 0,08 | 8 | | |
| TOTAL | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 47. Costos mano de obra directa prueba densidad

| CARGO | UNIDAD | CANTIDAD | DÍAS | VALOR UNITARIO (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------|--------|----------|------|---------------------|------------------|
| Laboratorista | hora | 0,17 | 1 | | |
| Inspector | hora | 0,00 | 0 | | |
| TOTAL | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 48. Costos de mano de obra directa pruebas: humedad, Sólidos totales, Sólidos volátiles

| CARGO | UNIDAD | CANTIDAD | DÍAS | VALOR UNITARIO (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------|--------|----------|------|---------------------|------------------|
| Laboratorista | hora | 4 | 1 | | |
| Inspector | hora | 0,25 | 1 | | |
| TOTAL | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 49. Costos de mano de obra directa prueba alcalinidad

| CARGO | UNIDAD | CANTIDAD | DÍAS | VALOR UNITARIO (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------|--------|----------|------|---------------------|------------------|
| Laboratorista | hora | 8 | 1 | | |
| Inspector | hora | 0,25 | 1 | | |
| TOTAL | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 50. Costos mano de obra directa prueba pH

| CARGO | UNIDAD | CANTIDAD | DÍAS | VALOR UNITARIO (\$) | VALOR TOTAL (\$) |
|---------------|--------|----------|------|---------------------|------------------|
| Laboratorista | hora | 0,25 | 1 | | |
| Inspector | hora | 0,00 | 0 | | |
| TOTAL | | | | | |

Fuente: propia, enero 2015

7.5 COSTOS CONSUMO ENERGÍA ELÉCTRICA

Se presenta una estimación del costo del consumo de energía eléctrica del ensayo BATACS y las seis pruebas de caracterización, ver cuadros 51-56.

Cuadro 51. Costo consumo energía eléctrica ensayo BATACS sin pruebas de caracterización

| Item | Potencia consumida (kW) | Tiempo (h) | Consumo energético (kW*h) | Valor kWh Industrial ² (\$) | Valor consumo (\$) |
|---------------|-------------------------|------------|---------------------------|--|--------------------|
| Ensayo BATACS | 1,26 | 1440 | 1.817 | 373,836 | 679.438,84 |

Fuente: propia, enero 2015

² El valor kWh a de enero de 2015 está en 373,836 suministrado por la Compañía Energética del Occidente.

Cuadro 52. Costo consumo energía eléctrica prueba densidad

| Item | Potencia consumida (kW) | Tiempo (h) | Consumo energético (kW*h) | Valor kWh Industrial (\$) | Valor consumo (\$) |
|-----------------|-------------------------|------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|
| Prueba densidad | 0,3150 | 0,63 | 0,077 | 373,836 | 28,74 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 53. Costo consumo energía eléctrica pruebas: Humedad, Sólidos totales, Sólidos volátiles

| Item | Potencia consumida (kW) | Tiempo (h) | Consumo energético (kW*h) | Valor kWh Industrial (\$) | Valor consumo (\$) |
|-------------------------|-------------------------|------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|
| Pruebas humedad, ST, SV | 0,63 | 12,244 | 373,836 | 28,74 | 4577,3 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 54. Costo consumo energía eléctrica prueba alcalinidad

| Item | Potencia consumida (kW) | Tiempo (h) | Consumo energético (kW*h) | Valor kWh Industrial (\$) | Valor consumo (\$) |
|--------------------|-------------------------|------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|
| Prueba alcalinidad | 0,8450 | 1,96 | 0,458 | 373,836 | 171,35 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 55. Costo consumo energía eléctrica prueba pH

| Item | Potencia consumida (kW) | Tiempo (h) | Consumo energético (kW*h) | Valor kWh Industrial (\$) | Valor consumo (\$) |
|-----------|-------------------------|------------|---------------------------|---------------------------|--------------------|
| Prueba pH | 0,4250 | 0,46 | 0,088 | 373,836 | 33,04 |

Fuente: propia, enero 2015

Cuadro 56. Costo consumo energía eléctrica ensayo BATACS con pruebas de caracterización

| Consumo | Valor consumo (\$) |
|--|--------------------|
| Ensayo BATACS | 679.438,84 |
| Prueba densidad | 28,74 |
| Pruebas humedad, sólidos totales y volátiles | 4577,3 |
| Prueba alcalinidad | 171,35 |
| Prueba pH | 33,04 |
| TOTAL | 684.249,27 |

Fuente: propia, enero 2015

8 BIBLIOGRAFÍA

- ASTM. (2003). ASTM D2540. Standard Test Method for Drop-Weight Sensitivity of Liquid Monopropellants. (p. 7).
- ASTM International. (2002). ASTM D5511-02 Standard Test Method for Determining Anaerobic Biodegradation of Plastic Materials Under High-Solids Anaerobic-Digestion Conditions. West Conshohocken, PA: www.astm.org. Retrieved from <http://www.astm.org/DATABASE.CART/HISTORICAL/D5511-02.htm>
- BENAVIDES, A., VIVAS, B., & SARRIA, M. (2007). Alternativa para la segregación de residuos químicos generados en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental y Sanitaria de la Universidad del Cauca. *Producción Limpia*, Vol 2(1), 54–65. Retrieved from http://www.lasallista.edu.co/fxcul/media/pdf/RevistaLimpia/vol2n1/PL_V2_N1_p054-65_unicauca.pdf
- BIOPROCESSCONTROL. (2011). AMPTS II. An evolution in methanepotential analysis. Retrieved August 03, 2014, from <http://www.bioprocesscontrol.com/en/products/ampts/>
- CAMACHO, R. (2014). Protocolos para la realización de pruebas de Biodegradación Anaerobia del Laboratorio de Biotecnología de la Universidad del Cauca. Popayán, Cauca, Colombia.
- CAMACHO, R., & ALEY, J. A. (2012). Biodegradación anaerobia de empaques biodegradables bajo digestión termófila en altas concentraciones de sólidos. Popayán, Cauca, Colombia., Cauca.: Universidad del Cauca.
- ISO. (2012). ISO 10210: 2012(E) Plastics — Methods for the preparation of samples for biodegradation testing of plastic materials. ISO, International Organization for Standardization.
- MICROBIOLOG, M. D. E. L. O. S. S., & Grupo, A. (n.d.). RESÚMENES DE LOS SEMINARIOS Microbiología Ambiental GRUPO 27 27-1, 1–28.
- PORTILLA, O. (2014). Guía para la gestión integral de residuos químicos en el Comité de Gestión Integral de Sustancias y Residuos Químicos (CGISRQ) (Vol. 2, p. 3). Popayán, Cauca, Colombia.
- PRECISA INSTRUMENTS AG. (2014). Medidor de humedad PRECISA 300XM. Manual de instrucciones. (pp. 10–12). Switzerland.
- RITTER. (2014). Biogas Batch Fermentation System. Retrieved December 12, 2014, from <http://www.ritter.de/>

SAIDA GROUP. (2014). SAIDA MODA-6. Retrieved January 02, 2015, from http://saidagroup.jp/fds_en/products/moda-6#pagetop

UMIC-SCIENCE.COM. (2011). Umic LAB3 UMIC on-line. Retrieved August 01, 2014, from <http://www.umic-science.com/sp/productos/testar-y-analizar/biomethan/umic-lab3.php>

ZARAMA, C. (2014). Entrevista personal. Popayán, Cauca, Colombia.