



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE FÍSICA Y MATEMÁTICA

PRODUCCIÓN DE BIOHIDRÓGENO A PARTIR DE RESIDUOS
DE LODO ACTIVADO DESINTEGRADO POR RADIACIÓN

GAMMA

Trabajo de titulación presentado para optar al grado académico de:

BIOFÍSICA

AUTORA: AGUAY SAQUICARAY DIANA CAROLINA

TUTOR: DR. CELSO RECALDE

Riobamba-Ecuador

2017

© 2017, **Diana Carolina Aguay Saquicaray**

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE FÍSICA Y MATEMÁTICA

El tribunal de trabajo de titulación certifica que: El trabajo experimental: “**PRODUCCIÓN DE BIOHIDRÓGENO A PARTIR DE LODO ACTIVADO DESINTEGRADO POR RADIACIÓN GAMMA**”, de responsabilidad de la señorita Diana Carolina Aguay Saquicaray, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal, quedando autorizada su presentación.

NOMBRE	FIRMA	FECHA
Dr. Celso Recalde DIRECTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN	_____	_____
Biof. Teresa Altamirano MIEMBRO DEL TRIBUNAL	_____	_____

Yo, Diana Carolina Aguay Saquicaray, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos y originales. Los textos constantes en el documento que provienen de otra fuente están debidamente citados y referenciados.

Como autora, asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de titulación.

DIANA CAROLINA AGUAY SAQUICARAY
060376900-1

DEDICATORIA

A Dios, por brindarme sus bendiciones y haber guiado cada paso de mi vida estudiantil dándome fuerzas para triunfar profesionalmente.

A mi familia: mamá, papá, hermanos, tíos, por su esfuerzo diario, perseverancia, paciencia, y por su amor. A mis chiquitos primos Mateo, Belén e Ethan quienes con sus ocurrencias y su ternura han llenado mi vida de alegría.

A una persona muy importante en mi vida, ya que ha sido mi ejemplo a seguir, me ha incentivado a superar todos los obstáculos que se encontraban a lo largo de mi camino. Gracias por todo, siempre vivirás en mi corazón, te quiero mucho Tía Nena.

Diana

AGRADECIMIENTO

A la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Carrera de Biofísica, por haberme formado como profesional. Al personal docente quienes ilustraron con su conocimiento.

De manera especial al Dr. Celso Recalde, Biof. Teresa Altamirano por su valioso apoyo, colaboración y asesoramiento en el desarrollo y culminación del presente trabajo de titulación.

Al Grupo de Energías Alternativas y Ambiente por abrirme las puertas, y brindarme su apoyo por parte de cada uno de las personas que forma parte de este valioso grupo.

Diana

TABLA DE CONTENIDO

	Páginas
RESUMEN.....	xv
ABSTRACT.....	xvi
INTRODUCCIÓN	17
CAPITULO I	
1 MARCO REFERENCIAL	18
1.1 Antecedentes	18
1.1.1 <i>Estudios con biorreactores para la producción de hidrógeno</i>	18
1.2 Planteamiento del problema	19
1.2.1 <i>Situación problemática</i>	19
1.2.2 <i>Formulación del problema</i>	20
1.3 Justificación.....	20
1.4 Objetivos	21
1.4.1 <i>Objetivo general</i>	21
1.4.2 <i>Objetivos específicos</i>	22
CAPITULO II	
2 MARCO TEÓRICO	23
2.1 Hidrógeno.....	23
2.2 Fermentación oscura	25
2.3 Celdas de electrolisis microbiana (CEM).....	26
2.3.1 <i>Estructura básica de una CEM</i>	28
2.4 Factores que afectan la producción de biohidrógeno	29
2.4.1 <i>Inóculo</i>	29
2.4.2 <i>Sustratos</i>	30
2.4.3 <i>Nutrientes</i>	30

2.5	Lodo activado.....	31
2.6	Radiación	32
2.7	Irradiador.....	35

CAPITULO III

3	DISEÑO Y EXPERIMENTACIÓN	38
3.1	Características de los materiales experimentales	38
3.1.1	<i>Lodos</i>	38
3.1.2	<i>Pre-tratamiento</i>	40
3.1.3	<i>Construcción de los reactores</i>	43
3.1.4	<i>Preparación del biofilm para el electrodo ánodo para CEM</i>	45
3.1.5	<i>Configuración de los reactores</i>	50
3.1.6	<i>Producción de biohidrógeno</i>	51
3.2	Variable dependiente e independiente.....	61
3.3	Hipótesis.....	62

CAPITULO IV

4	ANALISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS.....	63
4.1	Producción de biohidrógeno	63
4.2	Desintegración de los lodos	68
4.3	Prueba de hipótesis.....	73
	CONCLUSIONES	76
	RECOMENDACIONES	77

BIBLIOGRAFIA

ANEXOS

INDICE DE TABLAS

Tabla 1-2: Algunas propiedades del hidrógeno.....	23
Tabla 2-2: Ventajas y desventajas de diferentes procesos de producción de biohidrógeno.....	24
Tabla 3-2: Principales ventajas y desventajas de cada sistema de irradiación.....	35
Tabla 1-3: Parámetros físico-químico de la MM	39
Tabla 2-3: Características generales del irradiador de muestras	40
Tabla 3-3: Características del irradiador a la fecha actual	42
Tabla 4-3: Descripción de la distribución de las CEM y reactores de fermentación oscura.....	50
Tabla 5-3: Características y especificaciones de los sensores MQ-8 y MQ-4	53
Tabla 6-3: Relación R_s/R_o vs ppm de metano	57
Tabla 7-3: Relación R_s/R_o vs ppm de hidrógeno	59
Tabla 8-3: Ecuaciones utilizadas para calcular la concentración de los gases.....	60
Tabla 9-3: Descripción de las variables dependientes e independientes.....	61
Tabla 1-4: Prueba de normalidad	74
Tabla 2-4: Resumen de las medianas de los tratamientos	74
Tabla 3-4: Resumen del análisis de varianza de un factor	75
Tabla 4-4: Análisis de varianza.....	75

INDICE DE FIGURAS

Figura 1-2: Esquema de construcción y operación típica de CEM de dos cámaras.....	27
Figura 2-2: Distintos tipos de radiación ionizante interaccionan con la materia	33
Figura 3-2: Efecto fotoeléctrico	34
Figura 4-2: Efecto Compton.....	34
Figura 5-2: Producción de pares	35
Figura 1-3: Ubicación geográfica de la Fábrica y tintorería Jean`s Fashion Color.....	38
Figura 2-3: (a) (b) Irradiador de muestras J.L. SHEPARD MODEL 109 COBALTO-60.	40
Figura 3-3: Esquema de configurar el CEM	51
Figura 4-3: Montaje del circuito electrónico.....	54
Figura 5-3: Configuración de los sensores de serie MQ.	55
Figura 6-3: Circuito de los sensores MQ	56
Figura 7-3: Imagen del datasheet que muestra las características de sensibilidad de MQ-4 para varios gases.	56
Figura 8-3: Imagen del datasheet que muestra las características de sensibilidad de MQ-8 para varios gases.	57

INDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-3: (a) Recolección de los lodos (b) Tamización de los lodos	39
Gráfico 2-3: Cuatro grupos de lodo en un cooler mediano previo a la irradiación programada	42
Gráfico 3-3: (a) Puerto de entrada para el reactor de fermentación oscura (b) Configuración de los reactores de fermentación oscura.	43
Gráfico 4-3: (a) Tres puerto de entrada para CEM (b) Configuración de los reactores de CEM.	43
Gráfico 5-3: (a) Cátodo: malla de acero inoxidable (b) Ánodo: fibra de carbono	44
Gráfico 6-3: (a) Electrodo ánodos sumergidos en acetona (b) Solución de persulfato de amonio y ácido sulfúrico concentrado (c) Horno mufla a 450 °C. (d) Los ánodos se conectan a los alambres de nitinol con la ayuda con resina epoxi.	44
Gráfico 7-3: (a) Diagrama del circuito (b) Circuito armado (c) Prueba de conectividad con un multímetro.	45
Gráfico 8-3: (a) Agua peptonada estéril (b) 1 gramo de lodo activado (c) Solución madre (d) Sembrado de los microorganismos.	46
Gráfico 9-3: Microorganismos aerobios después (a) 24 horas (b) 48 horas.	46
Gráfico 10-3: (a) Estufa bacteriológica a 35°C (b) Microorganismos anaerobios después de 24 horas. (c) Microorganismos anaerobios después de 48 horas.	47
Gráfico 11-3: (a) Siembra en el agar cerebro corazón (b) Tubo vacutainer para los microorganismos anaerobios e aerobios.	48
Gráfico 12-3: Microorganismos aerobios en agar nutritivo después de 24 horas.	49
Gráfico 13-3: Microorganismos anaerobios después de 24 horas.	49
Gráfico 14-3: (a) Manipulación y traslado de los lodos irradiados a la botella (b) Se purgo de N ₂ (c) Configuración final de los reactores.	51
Gráfico 15-3: Curva de sensibilidad del sensor MQ-4.	58
Gráfico 16-3: Curva de sensibilidad del sensor MQ-8.	59
Gráfico 17-3: (a) (b) Funcionamiento de los sensores (c) Datos obtenidos por el sensor MQ-8.	60
Gráfico 1-4: Producción de biogás en CEM1	63
Gráfico 2-4: Producción de biogás acumulado en CEM1	64
Gráfico 3-4: Producción de biogás en CEM2	64
Gráfico 4-4: Producción de biogás acumulado en CEM2	64
Gráfico 5-4: Producción de biogás en FO	65

Gráfico 6-4: Producción de biogás acumulado en FO	65
Gráfico 7-4: Concentración promedio de gas hidrógeno en CEM1	66
Gráfico 8-4: Concentración promedio de gas metano en CEM1	66
Gráfico 9-4: Concentración promedio de gas hidrógeno en CEM2.....	67
Gráfico 10-4: Concentración promedio de gas metano en CEM2	67
Gráfico 11-4: Concentración promedio de gas hidrógeno en FO	68
Gráfico 12-4: Concentración promedio de gas metano en FO.....	68
Gráfico 13-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro DQO	69
Gráfico 14-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro pH	70
Gráfico 15-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro SS.....	71
Gráfico 16-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro PT	72
Gráfico 17-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro AG	73

INDICE DE ANEXOS

Anexo A: Certificación de irradiación de las muestras de los lodos activados

Anexo B: Datasheet del sensor MQ-8

Anexo C: Datasheet del sensor MQ-4

Anexo D: Informe de análisis de la muestra inicial de lodos activados conjuntamente con el agua residual

Anexo E: Informe de análisis de la muestra final de lodos activados conjuntamente con el agua residual

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

FO	Fermentación Oscura
CEM	Celda de Electrolisis Microbiana
DQOS	Demanda química de oxígeno soluble
DBO5	Demanda bioquímica de oxígeno
SCOD	Demanda química de oxígeno soluble
SPE	Sustancias Poliméricas Extracelulares
H ₂	Hidrógeno
CH ₄	Metano
CO ₂	Dióxido de carbono
CO	Monóxido de carbon
N ₂	Nitrógeno
GEI	Gases de Efecto Invernadero
MEER	Ministerio de Electricidad y Energías Renovable
SCAN	Subsecretaria de Control y Aplicaciones Nucleares
LPS	Laboratorio de Patrones Secundario
OIEA	Organismo Internacional de Energía Atómica
CEAA	Centro de Investigación de Energías Alternativas y Ambiente
GEAA	Grupo de Energías Alternativas y Ambiente
ESPOCH	Escuela Superior Politécnica de Chimborazo
UNACH	Universidad Nacional de Chimborazo
Gy	Gray
⁶⁰ Co	Cobalto 60
DQO	Demanda Química de Oxígeno
pH	Potencial de hidrógeno
SS	Sólidos Suspendidos
AG	Aceite y grasas
PT	Fósforo total
MM	Muestra Matriz
UTM	Universal Transversal de Mercator
ppm	Parte por millón

RESUMEN

En esta investigación se estudió la producción de biohidrógeno a partir de residuos de lodo activado desintegrados por radiación gamma; se recolectaron 12 litros de lodo y 16 litros de agua residual de la fábrica y tintórea Jean`s Fashion Color, del cantón Pelileo, Provincia de Tungurahua. Los lodos fueron sometidos a un pre-tratamiento basado en control de peso, tamizaje, refrigeración e irradiación y las muestras de agua residual solamente a refrigeración. Se formaron 12 muestras de lodo de 500g cada una, para ser irradiadas a diferentes dosis: 600 Gy, 350 Gy, 100 Gy y 0 Gy respectivamente, siendo el último grupo el de control, la irradiación se llevó a cabo con el irradiador J.L.SHEPARD modelo 109 que posee una fuente de ^{60}Co . Posteriormente, se construyeron 12 reactores con una mezcla de 500g de lodo irradiado y 450 ml de agua residual; 8 para Celdas de Electrolisis Microbiana (CEM) y 4 reactores para Fermentación Oscura (FO), como instrumentos claves para la producción de biohidrógeno. La cantidad de gas hidrógeno producido se midió mediante el sensor de hidrógeno MQ-8, los datos recogidos se comunicaron al ordenador portátil a través de un Arduino Uno. Los resultados mostraron que la mayor producción de biohidrógeno fue a una dosis de 350 Gy, con una concentración de 43,922 ppm (CEM) y 56,929 ppm (FO) concluyendo que los residuos de lodo activado a través de irradiación gamma podrían ser utilizados para la producción de biohidrógeno de manera renovable y de bajo costo. Finalmente se recomienda ampliar este estudio en el Ecuador con dosis superiores a las mencionadas.

PALABRAS CLAVE: <CIENCIAS EXACTAS NATURALES>, <BIOFÍSICA>, <PRODUCCIÓN DE BIOHIDRÓGENO>, <RESIDUOS DE LODOS ACTIVADOS>, <RADIACIÓN GAMMA>, <IRRADIACION> <CELDAS DE ELECTROLISIS MICROBIANA>, <FERMENTACIÓN OSCURA>.

ABSTRACT

In this research, the production of biohydrogen from activated sludge residues disintegrated by gamma radiation was studied; 12 liters of sludge and 16 liters of residual water were collected from the Jean`s Fashion Color dye Factory of the canton of Pelileo, province of Tungurahua. The sludge was subjected to a pre-treatment based on weight control, screening, refrigeration and irradiation and the residual water samples only for cooling. Twelve samples of sludge of 500g each were formed, to be irradiated at different doses: 600 Gy, 350 Gy, 100 Gy and 0 Gy respectively, the last group being the control, the irradiation was carried out with the irradiator J.L.SHEPARD model 109 having a source of ^{60}Co . Subsequently, 12 reactors were constructed with a mixture of 500g of irradiated sludge and 450 ml of residual water; 8 for microbial electrolysis cells (MEC) and four reactors for dark fermentation (DF), as key instruments for the biohydrogen production. The amount of hydrogen gas produced was measured by the MQ-8 hydrogen sensor; the data collected were communicated to the laptop through an Arduino Uno. The results showed that the highest biohydrogen production was a dose of 350 Gy, with a concentration of 43,922 ppm (MEC) and 56,929 ppm (DF), concluding that activated sludge residues through gamma irradiation could be used to produce biohydrogen in a renewable and low-cost way. Finally, it is recommended to apply this study in Ecuador with superior doses to the mentioned ones.

KEYWORDS: <NATURAL EXACT SCIENCES>, <BIOPHYSICS>, < PRODUCTION OF BIOHYDROGEN>, <ACTIVATED SLUDGE RESIDUES>, <GAMMA RADIATION>, <IRRADIATION>, <MICROBIAL ELECTROLYSIS CELLS>, <DARK FERMENTATION>

INTRODUCCIÓN

Con la rápida industrialización y urbanización, existe factores principales que limitan el desarrollo de los seres humanos, debido a que depende en gran medida de una fuente de energía no renovable que son los combustibles fósiles, sus necesidades energéticas crecen exponencialmente, sin embargo, las reservas actuales de combustibles fósiles se agotan vertiginosamente, además de ocasionar daños al medio ambiente, debido al consumo de los mismos ha causado serios problemas como el efecto invernadero, lo que ha llevado a explorar nuevas fuentes energéticas alternativas, limpia y renovable que puedan reemplazarlo sin perjudicar aún más el deterioro de nuestro medio ambiente.

Por ello se propone la elaboración de este trabajo de investigación denominado: “Producción de biohidrógeno a partir de residuos de lodo activado desintegrado por radiación gamma”, en el cual aprovecha los residuos proveniente de la fábrica y tintorería Jean’s Fashion Color para la generación de hidrógeno de una manera renovable, los lodos activados poseen un rico contenido de compuestos orgánicos pero se necesita liberarlos para la producción de biohidrógeno a partir de ellos, por lo que se adopta el método de la radiación gama como un proceso de pre-tratamiento. Cabe recalcar que la radiación gamma se ha utilizado para el tratamiento de los lodos para diversos fines, pero existe pocos estudios enfocados en la producción de biohidrógeno utilizando como pre-tratamiento, ni muchos menos orientado a la utilización de nuevas tecnologías para su procesamiento como es el caso de los reactores de FO y CEM.

El trabajo de investigación está organizado en cuatro capítulos, en el Capítulo I establece los antecedentes de la investigación, el planteamiento del problema, la justificación y por último los objetivos que se quieren alcanzar con esta investigación, se describe con mayor énfasis y profundidad los problemas causando por los combustibles fósiles permitiendo conocer la necesidad de buscar nuevas fuentes de energía renovable. En el Capítulo II se describe los principios básicos y fundamentos teóricos acerca del trabajo de investigación. En el Capítulo III se puntualiza el desarrollo del trabajo de investigación, detallando la metodología utilizada que se basó en trabajos realizados en otros países para la producción de biohidrógeno. En el Capítulo IV se presentan los resultados obtenidos de la investigación. Y finalmente se enuncian las conclusiones y recomendaciones de este trabajo.

CAPITULO I

1 MARCO REFERENCIAL

1.1 Antecedentes

Los primeros estudios sobre aplicaciones de radiaciones ionizantes para el tratamiento de lodos residuales se llevaron a cabo en 1970 (Yin y Wang, 2015: pp. 434-439). El propósito principal de estos primeros estudios se centró en la desinfección de los lodos. Con el desarrollo de la tecnología de la radiación, la radiación ionizante se ha adoptado de manera más amplia para mejorar la solubilidad de los lodos residuales, la eliminación de materiales peligrosos, minimizando el exceso de producción de lodos (Yin y Wang, 2015: pp. 434-439), para la recuperación de fuentes de carbono de los lodos residuales mediante la eliminación de biológico de nitrógeno (Lee, Park y Hyun, 2011: pp. 1386-1390), desintegrar flóculos de lodo y liberar proteínas, polisacáridos y enzimas extracelulares en la solución (Chu, Wang y Wang, 2011: pp. 34-39), conversión de sustancias no biodegradables en otras más fácilmente degradables y su capacidad para eliminar microorganismos puede ayudar al tratamiento de aguas residuales y lodos en un futuro cercano (Borrely, Cruz, Del Mastro, Sampa y Somessari, 1998: pp. 3-21).

1.1.1 Estudios con biorreactores para la producción de hidrógeno

Yin et al., (2014) utilizó la radiación gamma como un método de pre-tratamiento para enriquecer bacterias productoras de hidrógeno a partir de lodo digerido anaeróbico con una fuente de ^{60}Co . Los resultados experimental demostraron que 5 kGy fue la dosis óptima entre las diferentes dosis (0.5 kGy, 5 kGy y 10 kGy) alcanzando una producción máxima de hidrógeno acumulativo de 529,4 ml y tasa máxima de producción de hidrógeno de 37,25 ml/h, en condiciones de pH inicial de 7, y 10 g/l de glucosa como sustrato, durante 48 horas (Yin, Hu y Wang, 2014: pp. 1-7).

Yin et al., (2015) irradió lodos anaeróbicos con una fuente de ^{60}Co con diferentes dosis (10 kGy, 20 kGy y 30 kGy) a temperatura ambiente. Los resultados experimentales mostraron que la

radiación gamma de 20 kGy combinada con un pre-tratamiento alcalino a pH= 12, consiguió la desintegración y disolución más alta, es decir, podría destruir las paredes celulares y libera materias orgánicas (tales como DQOS, polisacáridos y proteínas) en la solución. Debido a que la concentración de la materia orgánica liberada en la solución era baja (aplicando las dosis), difícilmente podría satisfacer las necesidades de producción, por lo que se añadió glucosa al lodo pre-tratado para investigar el impacto combinado en el proceso de producción de hidrógeno, cuyo máximo potencial de producción de hidrógeno acumulado de 31,97 ml y tasa máxima de producción de hidrógeno de 6,64 ml/h, lo que nos da a entender que la producción de hidrógeno mejora con la adición de residuos de lodos pre-tratados con glucosa, lo que se concluye que el lodo desintegrado podría ser utilizado como un sustrato de bajo costo para la producción de biohidrógeno (Yin y Wang, 2015: pp. 434–439).

No se encontró en la literatura trabajos aplicando radiación gamma en CEM. Sin embargo, Hou et al., (2014) estudió la inhibición de la metanógenos en una sola cámara CEM con 30 ciclos de operación con irradiación ultravioleta (UV) durante 95 días, generada con dos lámparas de 11 W con una longitud de onda de 254 nm y la intensidad de la luz era de aproximadamente 100 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$. Se mantuvieron altas concentraciones de H_2 (> 91%), mientras que sin irradiación UV, la producción de H_2 disminuyó con tiempo y las concentraciones de metano (CH_4) aumentaron significativamente alcanzando hasta 94%. En el CEM fue alimentado con acetato, los rendimientos de H_2 variaron de $2,87 \pm 0,03$ a $3,70 \pm 0,11$ mol H_2 / mol acetato con irradiación UV y de $3,78 \pm 0,12$ a $0,03 \pm 0,004$ mol H_2 mol de acetato sin irradiación UV. Se demostró claramente que los rayos UV podrían inhibir eficazmente la metanógenos, mejorar el rendimiento de la producción de hidrógeno y el rendimiento del CEM (Hou, Luo, Liu, Zhang, Li y Fu, 2014: pp. 10482–10488).

1.2 Planteamiento del problema

1.2.1 Situación problemática

En 2003, el Premio Nobel al Dr. Richard Smalley declaro que “la energía es el desafío más crítico que enfrenta la humanidad”. La mayoría de la energía (>86%) son combustibles fósiles (Kadier, Simayi, Abdesahian, Farhana Azman, Chandrasekhar y Sahaid Kalil, 2015). Estos recursos son limitados, no renovable, y su uso es excesivo, irracional e indiscriminado lo que han provocado impactos perjudiciales en el medio ambiente debido a que generan emisiones de gases tales como CO_2 , CO, y otros gases que han contribuido y aun contribuyen a generar y potencial del efecto invernadero,

y siendo estos responsables del calentamiento global que sufre continuamente nuestro planeta) y afecta notablemente el nivel y calidad de vida de la población ocasionando problemas de salud. Otro problema ambiental que reside es la preocupación de las industrias textiles, en el Ecuador, en el cantón de Pelileo, ocupa un porcentaje alto la producción de Jean`s, pero dichas fábricas consumen gran cantidad de agua y productos químicos. Se habla que para fabricar un pantalón de mezclilla se requieren mil litros de agua y para darle textura de deslavado otros 500 litros más. Es decir, consume el 25 % del total de agua que utiliza la industria (La hora, 2013). En consecuencia de ello generan mayor cantidad de agua residual, residuos sólidos, emisiones atmosféricas y malos olores que resultan muy molestos. Debido a estas preocupaciones ambientales planteadas anteriormente, se busca una fuente alternativa y es probable que el hidrógeno forme parte de este futuro ideal y posiblemente una parte importante, pero el problema radica que el hidrógeno no se puede obtener de la naturaleza por tareas de minería o extracción como es el caso de los recursos fósiles en general, sino que se encuentra normalmente ligado en otras moléculas, siendo el agua (Bennaceur, Clark, Orr, Jr., Ramakrishnan, Roulet y Stout, 2005: pp. 34-47), y aproximadamente el 95% del hidrógeno producido comercialmente proviene de materias primas que contienen carbono, principalmente de origen fósil (Nath y Das, 2004: pp. 520-529). La obtención convencional se caracteriza por los altos costos energéticos del proceso. No son lo suficientemente económicos para suplir las necesidades mundiales de hidrógeno (Bedoya, Castrillón, Ramírez, Vásquez y Arias Zabala, 2008: pp. 137-157). Además, no logran el doble objetivo de reducción de residuos y producción de energía (Han y Shin, 2004: pp. 569 – 577).

1.2.2 Formulación del problema

¿Se produce biohidrógeno a partir de residuos de lodo activado desintegrado por radiación gamma?

1.3 Justificación

El trabajo de investigación busca una alternativa que reemplace a los combustibles fósiles, de manera que se puede generar energía a través de residuos sólidos sin comprometer al medio ambiente, por lo que se propone producir biohidrógeno a partir de residuos de lodo activado desintegrado por radiación gamma. Existe diferentes publicaciones científicas que han dado resultados positivos para la producción de biohidrógeno mediante el uso de la radiación gamma

como una técnica de pre-tratamiento, pero dichos resultados lo obtuvieron con dosis de radiación superiores a kGy, en el Ecuador lastimosamente no se cuenta con esta dosis, ni mucho menos estudios basados en dosis inferiores a los kGy, por lo se sugiere dosis de 600 Gy, 350 Gy y 100 Gy para demostrar la producción de biohidrógeno.

Para lograr el cumplimiento de los objetivos de estudio se cuenta con la ayuda del Ministerio de Electricidad y Energías Renovable (MEER) a la cual pertenece la Subsecretaria de Control y Aplicaciones Nucleares (SCAN) la misma que posee una fuente de Cobalto 60 (^{60}Co), para irradiar los lodos activados a diferentes dosis de radiación. En cuanto a la caracterización de los parámetros físico-químicos de los lodos activados se tiene el apoyo del laboratorio de Servicios Ambientales perteneciente a la Universidad Nacional de Chimborazo (UNACH). Existe aporte del Centro de Investigación de Energías Alternativas y Ambiente (CEAA) de la ESPOCH de parte del Grupo de Energías Alternativas y Ambiente (GEAA) de la Facultad de Ciencias, en cuanto a la logística y en la construcción de los rectores FO y CEM como instrumentos clave para la producción de biohidrógeno.

El desarrollo del trabajo de investigación será beneficioso a las industrias textiles dedicadas a este tipo de actividad de manera de reutilizar los desechos como fuente energética para la producción de biohidrógeno, contribuyendo con menos contaminación ayudando al medio ambiente. Además permite ampliar futuras investigaciones científicas en este campo de la radiación ionizante. Finalmente, este estudio contribuye con el cumplimiento de un objetivo del Plan Nacional del Buen Vivir 2013-2017 al Objetivo 7: “GARANTIZAR LOS DERECHOS DE LA NATURALEZA Y PROMOVER LA SOSTENIBILIDAD AMBIENTAL TERRITORIAL Y GLOBAL” Política 7.7 procura “Promover la eficiencia y una mayor participación de energías renovables sostenibles como medida de prevención de la contaminación ambiental”.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

- Producir biohidrógeno a partir de residuos de lodo activado desintegrado por radiación gamma

1.4.2 Objetivos específicos

- Exponer a diferentes dosis de radiación a los lodos activados.
- Comparar las características físico-químicas de los lodos expuestos a la radiación gamma.
- Determinar los factores que influyen positivamente en la producción de biohidrógeno.

CAPITULO II

2 MARCO TEÓRICO

2.1 Hidrógeno

El hidrógeno (H_2) es el elemento de menor masa atómica y es más liviano que el aire, es un gas incoloro, inodoro, insípido, no presenta toxicidad, es altamente inflamante (Amt Solar, 2016). Es un combustible limpio y respetuoso con el medio ambiente, cuando el hidrógeno se quema en el aire, forma una llama azul pálido casi invisible, produce agua en lugar de gases de efecto invernadero, el agotamiento del ozono y la lluvia ácida (Nath y Das, 2004: pp. 520–529). Es altamente eficiente: tiene el mayor contenido energético por unidad de peso entre los combustibles gaseosos, contenido de energía 120 MJ / kg para H_2 , 44 MJ / kg para gasolina, 50 MJ / kg para CH_4 , 26.8 MJ / kg para etanol (Kadier, Simayi, Abdeslahian, Farhana Azman, Chandrasekhar y Sahaid Kalil, 2015). Algunas propiedades que son importantes se pueden ver en la tabla 1-2.

Tabla 1-2: Algunas propiedades del hidrógeno

Propiedades físicas del hidrógeno	
Incoloro. Gas normalmente	Sólido, cubico
Símbolo químico	H_2
Peso molecular	2,016
Punto de fusion	-259,1 °C
T. ebullición (1 atm)	-252,8 °C
T. critica	-239,9 °C
Presión critica	1 atm
Densidad estado gaseoso (20 °C, 1 atm)	0,08342 kg/m ³
Densidad en estado líquido (p.e. 1 atm)	70,96 kg/m ³
Peso específico (aire=1)	0,0696

Fuente: (Aguinaga, 2009: pp. 10–20) (Gutiérrez Jodra, 2005: pp. 49-67)

En los últimos años se ha planteado una novedosa forma de obtener hidrógeno, la cual es conocida como “tecnología verde” y no es más que su producción biológica (Bedoya, Castrillón, Ramírez, Vásquez y Arias Zabala, 2008: pp. 137-157), cumple de acuerdo con el desarrollo sostenible y la minimización de residuos (Karapinar Kapdan y Kargi, 2006: pp. 569–582). Sus condiciones de reacción son suaves, de bajo costo y poco daño al medio ambiente. (Yin, Hu y Wang, 2014: pp. 1-7). La producción de biohidrógeno se puede clasificar en:

- (i) Biofotólisis: biofotólisis directa del agua por las algas verdes, la biofotólisis indirecta del agua por las cianobacterias
- (ii) Fotofermentación con bacterias fotosintéticas
- (iii) Fermentación oscura por las bacterias anaerobias estrictas o facultativas
- (iv) Bioelectrohidrogenesis: consiste en un proceso electrolítico que transforma sustratos orgánicos biodegradables en biohidrógeno empleado CEM.

Las ventajas y desventajas de los varios procesos de producción de biohidrógeno anterior visto se describen en la tabla 2-2. En este trabajo de investigación se enfocará a la fermentación oscura y la bioelectrohidrogenesis.

Tabla 2-2: Ventajas y desventajas de diferentes procesos de producción de biohidrógeno

Procesos	Tipo de microorganismos	Ventajas	Desventajas
Biofotólisis directa	Alga verde	Puede producir H ₂ directamente del agua y la luz solar. La energía de conversión solar aumentó diez veces más que los árboles, los cultivos.	Requiere alta intensidad de luz. O ₂ puede ser peligroso para el sistema. Baja eficiencia fotoquímica
Biofotólisis indirecta	Cianobacterias	Las cianobacterias pueden producir H ₂ del agua. Tiene la capacidad de fijar N ₂ de la atmósfera.	Las enzimas de absorción de hidrogenasa deben eliminarse para detener la degradación de H ₂ Aproximadamente el 30% de

			O ₂ presente en la mezcla de gases O ₂ tiene un efecto inhibitorio sobre la nitrogenasa
Foto-fermentación	Bacterias fotosintéticas	Una amplia luz espectral de energía puede ser utilizada por estas bacterias. Puede utilizar diferentes materiales de desecho como efluentes de destilería, residuos, etc.	El rendimiento de conversión de la luz es muy bajo, solo el 1-5% O ₂ es un fuerte inhibidor de la hidrogenasa
Fermentación oscura	Bacterias fermentativas	Puede producir H ₂ todo el día sin luz. Se puede utilizar una variedad de fuentes de carbono como sustratos. Produce metabolitos valiosos como los ácidos butírico, láctico y acético como por productos Es un proceso anaeróbico, por lo que no hay ningún problema de limitación de O ₂	Rendimientos relativamente más bajos alcanzables de H ₂ A medida que aumentan los rendimientos la fermentación H ₂ se convierte en termodinámicamente desfavorable La mezcla de gases del producto contiene CO ₂ que debe separarse

Fuente: (Nath y Das, 2004)

2.2 Fermentación oscura

La fermentación de oscura o llamada fermentación anaerobia, es un proceso en el cual los sustratos orgánicos se degradan por oxidación convirtiéndolo en biohidrógeno, ácidos grasos volátiles (VFA) y CO₂ por bacterias fermentativas sin la presencia de luz (Wen Hay, Wu, Joon Ching y Jahim, 2013: pp. 334-352). En la ecuación (1) ampliamente aceptada como referencia para la estimación de la producción teórica del hidrógeno fermentativo (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411).



$$\Delta G^{\circ} = -206 \text{ kJ mol}^{-1} \quad (1)$$

Usualmente, los monosacáridos son la principal fuente de carbono donde se destaca particularmente la glucosa, de acuerdo con esta reacción la producción máxima teórica de biohidrógeno a partir de la fermentación de la glucosa es de 4 moles de H₂ por mol de glucosa consumida cuando el ácido acético es el único AGV producido. En cuanto a la energía libre de Gibbs el valor negativo indica que en la reacción se forman productos espontáneamente sin necesidad de requerimientos energéticos externos (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411).

La fermentación oscura es el más estudiado hasta el momento, aparenta ser el más favorable puesto que se puede generar de forma continua (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411). Sin embargo, una de las principales limitaciones del proceso de biohidrogenación fermentativa es el menor rendimiento de hidrógeno, en comparación con otros procesos (Nath y Das, 2004: pp. 520–529). Como por ejemplo, que únicamente se pueden obtener 4 moles de H₂ por cada mol de glucosa convertida, en lugar de los 12 moles teóricos de H₂ esperados. Además, durante el proceso se generan algunos subproductos conocidos como ácidos grasos volátiles, los cuales disminuyen la eficiencia del tratamiento global (Ruiz López y Buitrón Méndez, 2013, p. 4). Por lo tanto, el objetivo final, y desafío, para la investigación y el desarrollo de hidrógeno fermentativo se centra esencialmente en la obtención de mayores rendimientos de hidrógeno (Nath y Das, 2004: pp. 520–529). Una alternativa para atacar estos dos problemas es acoplar la fermentación anaerobia con algún otro sistema de pos-tratamiento, como la fotofermentación o bioelectrohidrogenación. La integración de la fermentación oscura con la fermentación microbiana asistida electroquímicamente en el reactor CEM es un enfoque para mejorar el rendimiento molar H₂ (Jaseena y Sosamony, 2016: pp. 28-37).

2.3 Celdas de electrolisis microbiana (CEM)

Las ventajas de estos dispositivos tiene mayores rendimientos que la fermentación (Call y Logan, 2008: pp. 3401–3406), ya que pueden potencialmente producir alrededor de 8-9 mol H₂/mol glucosa comparado con el típico 4 mol H₂/mol glucosa alcanzado en fermentaciones convencionales. Las CEM son celdas de combustión microbiana (CCM) modificado tiene diferentes nombres incluyendo: un "reactor microbiana bioelectroquímicamente asistida" o proceso BEAMR; celdas de electrolisis biocatalizada (BEC); y celdas de electrolisis microbiana (MEC por sus siglas en inglés Microbial Electrochemical Cell). Estos nombres se basan en la idea es que las pilas de

combustible producen electricidad, y las células de electrólisis producen hidrógeno (Logan, 2008). Las CEM fueron descubiertos en 2005 por dos grupos de investigación independientes, uno en la Universidad Estatal de Penn y el segundo en la Universidad de Wageningen en los Países Bajos (Kadier, Simayi, Abdeshahian, Farhana Azman, Chandrasekhar y Sahaid Kalil, 2015). El diagrama esquemático del CEM de una cámara se muestra en la Figura 1-2. En la cual está formada por electrodos un ánodo y un cátodo.

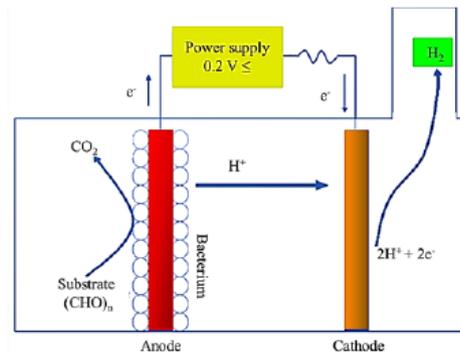


Figura 1-2: Esquema de construcción y operación típica de CEM de dos cámaras
Fuente: (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97)

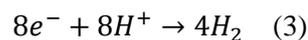
En un CEM, los microorganismos electroquímicamente activos crecen sobre la superficie del ánodo y descomponen la materia orgánica o los desechos en CO₂, electrones (e⁻) y protones (H⁺) como parte de su metabolismo. Las bacterias transfieren los electrones al ánodo, mientras que los protones se liberan directamente en la solución (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97). Una reacción anódica se muestra a continuación usando acetato de sodio en el caso de que se utilice acetato como sustrato en CEM, las reacciones de los electrodos en ambas cámaras son las siguientes: (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97)

Ánodo



$$\Delta G_r^{\circ} = +104.6 \text{ kJ/mol}$$

Cátodo



Los electrones viajan entonces a través de un cable electrónico con la ayuda de una fuente de alimentación a un cátodo y se combinan con el H⁺ libre en la solución para generar H₂. Sin embargo, esta reacción no se produce espontáneamente (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97). Para que cualquier reacción se produzca espontáneamente, la energía libre de Gibbs de la reacción (ΔG_r) debe ser negativa, pero la conversión de la mayoría de compuestos orgánicos en

hidrógeno produce un ΔG_r positivo lo que no se puede fermentar al hidrógeno. Para conducir el proceso de electrolisis microbiana, la tensión aplicada debe ser al menos mayor que $E_{eq} = \frac{\Delta G_r}{nF} = -0.14 V$, donde n es la cantidad de electrones implicados en la reacción (8) y F es la constante de Faraday (96485 C/mol). Este valor se denomina tensión de equilibrio (Logan et al., 2008: pp. 8630-8640). Para producir H_2 en el cátodo de CEM a partir de la combinación de estos H^+ y electrones, se necesitan un potencial de cátodo de al menos tensión suministrada externamente ($\geq 0,2 V$) a través de una fuente de alimentación (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97), debido a que la diferencia de potencial necesaria para producir hidrógeno es mucho menor que en el caso de celdas puramente electroquímicas (1,21 V), debido a la intervención de los microorganismos (Ruiz López y Buitrón Méndez, 2013, p. 4). Debido a la ausencia de oxígeno en la cámara catódica y el hidrógeno producido puede ser acumulado y almacenado para su uso posterior.

2.3.1 Estructura básica de una CEM

Electrodo ánodo: La mayor parte de la investigación en CEM ha utilizado materiales basados en carbono para el ánodo, debido a su buena conductividad, biocompatibilidad y versatilidad en morfologías, sobre potenciales suficientemente bajos y bajos costos. Incluyen tela de carbono, papel carbón, grafito, gránulos de grafito, amoníaco o pinceles de grafito tratados térmicamente (Kadier, Simayi, Kalil, Abdeshahian y Hamid, 2014). Por ejemplo para realizar un cepillo de grafito, los dos alambres retorcidos de un metal conductor y no corrosivo (tal como titanio o acero inoxidable) que sostienen las fibras de carbono cortadas forman el ánodo. Para los otros materiales, el electrodo es prensado (o pegado usando epoxi) a un alambre aislado (Logan et al., 2008: pp. 8630-8640). Para aumentar el rendimiento del ánodo, estos materiales de carbono pueden ser pre-tratados (Kadier, Simayi, Kalil, Abdeshahian y Hamid, 2014: pp. 466-472).

Electrodo cátodo: Es una de las partes más importantes del CEM donde se producen hidrógeno, así como diferentes compuestos químicos. En los últimos tiempos, el número de investigaciones se dirige hacia el desarrollo y la aplicación de un catalizador de cátodo o cátodo de bajo costo para la utilización práctica en los CEM para la generación de hidrógeno (Kundu, Sahu, Redzwan y Hashim, 2013: pp. 1745-1757). La reacción de evolución del hidrógeno en electrodos de carbón simple es muy lenta, requiriendo un sobre potencial alto para impulsar la producción de hidrógeno. Para reducir este potencial, el platino se usa usualmente como el catalizador. Las desventajas del uso del platino incluyen los impactos ambientales negativos incurridos durante la explotación/extracción (Kadier, Simayi, Kalil, Abdeshahian y Hamid, 2014), y el envenenamiento por los

productos químicos tales como sulfuro (un componente común de aguas residuales) (Zhang, Merrill y Logan, 2010: pp. 12020-12028). Se necesitan alternativas para reemplazar el costoso catalizador de platino (Pt), los metales de transición de primera fila son muy útiles debido a su estabilidad, abundancia en la naturaleza, bajo costo y baja toxicidad para los organismos vivos. Los materiales más prometedores identificados hasta ahora son aleaciones de níquel y acero inoxidable por su bajo costo, fácil disponibilidad, bajo potencial y estabilidad en soluciones altamente alcalinas. El SS 304 y SS 316 que contiene 9.25%, 12% de níquel, respectivamente (Kadier, Simayi, Kalil, Abdeshahian y Hamid, 2014). El SS 304 no muestra ninguna evidencia de corrosión a lo largo del tiempo en las pruebas CEM (Zhang, Merrill y Logan, 2010: pp. 12020-12028).

Membrana: Los diseños tradicionales de CEM incorporaron membranas (Kadier, Simayi, Abdeshahian, Farhana Azman, Chandrasekhar y Sahaid Kalil, 2015), recientemente se demostró que los diseños libres de membrana pueden conducir tanto a altas recuperaciones de hidrógeno como a velocidades de producción (Kadier, Simayi, Abdeshahian, Farhana Azman, Chandrasekhar y Sahaid Kalil, 2015). Además, de simplificar considerablemente la estructura del reactor (Yossan, Xiao, Prasertsan y He, 2013: pp. 9619-9624) y reduce los costos de capital (Logan, y otros, 2008: pp. 8630-8640). Desde entonces, múltiples estudios han desarrollado reactores que funcionan sin membranas (Kadier, Simayi, Abdeshahian, Farhana Azman, Chandrasekhar y Sahaid Kalil, 2015).

2.4 Factores que afectan la producción de biohidrógeno

2.4.1 Inóculo

La generación de biohidrógeno a través se logra principalmente por bacterias estrictamente anaerobias o anaerobias facultativas. En general, son especies del género *Clostridium* formadoras de esporas, facultativas de los géneros *Enterobacter* y *Bacillus*, algunas bacterias termofílicas y acidogénicas anaerobias provenientes de lodos (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411). El proceso puede llevarse a cabo en presencia de cultivo puro o mixto (Jaseena y Sosamony, 2016: pp. 28-37). Un cultivo puro se caracteriza por una alta selectividad y produce una mayor eficiencia en la producción de hidrógeno con menos subproductos. Sin embargo, tal cultivo puro es susceptible de impurezas, lo que requiere un entorno aséptico y aumentar el coste global del proceso (Jaseena y Sosamony, 2016: pp. 28-37). Actualmente, los cultivos mixtos de bacterias de lodos anaerobios, lodos de plantas de tratamiento, compost y el suelo se han empleado como inóculo para la

producción de H₂, debido a que existe una amplia fuente de alimentos que los contienen y son potencialmente más resistentes a cambios en las condiciones ambientales en relación con los cultivos puros. Sin embargo, en la producción de H₂ empleando cultivos mixtos, el H₂ producido puede ser consumido (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411). Además, las altas concentraciones de hidrógeno gaseoso favorecen el crecimiento de metanógenos, lo que reducen la producción de gas hidrógeno y contamina el gas con metano. (Logan et al., 2008: pp. 8630-8640). Por esta razón, para proteger las bacterias productoras de H₂, el inóculo es pre-tratado empleando métodos tales como: choque térmico, acidificación, alcalinidad, congelación y descongelación, aireación y adición de cloroformo, los cuales inactivan la actividad bacteriana de las bacterias consumidoras de H₂ para impedir que estas proliferen (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411).

2.4.2 Sustratos

El sustrato más eficaz para la producción de H₂ son carbohidratos tales como glucosa, sacarosa, almidón, etc. Sin embargo, los sustratos puros son muy caros y sigue siendo difícil justificar económicamente la producción biológica de hidrógeno a partir de sustratos puros producidos comercialmente tales como la glucosa y la sacarosa, como típicamente la mayoría de la materia orgánica no puede convertirse en hidrógeno (Jaseena y Sosamony, 2016: pp. 28-37). Así, para que la producción de H₂ a escala industrial sea rentable y barata, deben utilizarse productos residuales tales como lodos residuales, residuos sólidos municipales, melazas y aguas residuales procedentes de producciones de biodiesel, aceite de oliva o productos de aceite de palma (Jaseena y Sosamony, 2016: pp. 28-37), patatas dulces, materiales lignocelulósicos, biomasa de microalgas, aguas residuales industriales, residuos sólidos urbanos, y lodos activados por desechos de varias plantas de tratamiento de aguas residuales (Yin, Hu y Wang, 2014: pp. 1-7).

2.4.3 Nutrientes

En los procesos fermentativos para producción de H₂ el nitrógeno, los fosfatos y algunos iones metálicos son importantes para el crecimiento celular de las bacterias productoras de H₂. El nitrógeno es un componente de las proteínas, ácidos nucleicos y enzimas, por lo tanto una concentración de nitrógeno apropiada favorece el crecimiento de las bacterias productoras de hidrógeno y la producción de H₂ fermentativo. En relación con los fosfatos estos son necesarios para la producción de H₂ debido a su valor nutricional, así como a su capacidad de tamponamiento

y mencionan que en un rango apropiado, aumentar la concentración de fosfatos incrementa la capacidad de las bacterias productoras de H₂ de producir H₂ fermentativo (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411). La adición de nutrientes mejoraría la producción de hidrógeno cuando se usan aguas residuales tiene una alta concentración de bacterias (Logan et al., 2008: pp. 8630-8640), además donde los insumos principales son azúcares (Jaseena y Sosamony, 2016: pp. 28-37). Los iones metálicos más importantes en la producción de H₂ fermentativo son el Mg²⁺, Na⁺, Zn²⁺ y Fe²⁺, dado que estos elementos son necesarios para los cofactores enzimáticos, los procesos de transporte y las deshidrogenasas. De estos iones el Fe²⁺ es el que más se ha investigado al ser un componente clave en la actividad enzimática de la hidrogenasa (Blanco Londoño y Rodríguez Ch, 2012: pp. 398-411).

2.5 Lodo activado

Durante el proceso biológico de tratamiento de aguas residuales se producen grandes cantidades de lodos activados de desecho, su tratamiento y eliminación se han convertido en un importante problema ambiental. Sin embargo, teniendo en cuenta su rico contenido de sustancias orgánicas, su principal componente de lodos activados de la planta de tratamiento de aguas residuales es la biomasa microbiana, y los orgánicos biodegradables están encapsulados dentro de las membranas celulares microbiana, mientras que las SPE fuera de las membranas son no biodegradables (Yin y Wang, 2015: pp. 434-439), los SPE es un componente predominante flóculos de lodos. Son productos metabólicos que se acumulan en las superficies de las células bacterianas como las SPE se compone de varias sustancias orgánicas tales como proteínas, polisacáridos y un poco de sustancia húmica, lípido, ácido nucleico, etc (Xie et al., 2014: pp. 2-7).

Por lo tanto, es necesario para romper las células microbianas para liberar los compuestos orgánicos en solución para mejorar la digestión anaerobia de los lodos de residuos y para desarrollar la producción de hidrógeno a partir de lodos (Xie et al., 2014: pp. 349-353). Varios métodos han sido utilizados para pre-tratar el lodo residual para mejorar su biodegradabilidad, incluyendo métodos mecánicos, térmicos, químicos, biológicos y de irradiación. El tratamiento mecánico puede solubilizar los componentes a través de interrumpir físicamente las células. El tratamiento térmico y microondas se desintegran los enlaces químicos de la pared celular y la membrana para hacer que el contenido de la celda a solubilizar. El tratamiento químico puede hidrolizar la pared celular y la membrana para liberar las materias orgánicas. El método biológico puede desintegrar el lodo activado a través de las reacciones catalizadas por enzimas. El método de radiación

ionizante para destruir la estructura celular por una serie de especies de radicales producidas durante la radiólisis del agua, y estas especies pueden reaccionar con las células microbianas con alta reactividad (Yin y Wang, 2015: pp. 434–439).

La capacidad de radiación ionizante para eliminar o inactivar los microorganismos en los lodos de manera eficaz, ha sido ampliamente reportada, aunque el costo inicial es alto, la ruta de radiación es simple, compacta, eficiente y en los últimos tiempos se ha hecho más factible debido a la fácil disponibilidad de grandes fuentes de radiación. El tratamiento radiológico no tiene efectos adversos sobre los valores nutricionales de los lodos, los lodos se exponen a una intensa fuente de radiación, durante un periodo de tiempo determinado, para acumular una dosis especificada que corresponde a la obtención de un deseado nivel de inactivación microbiana. La dosis de radiación generalmente aplicadas para desinfectar diferentes formas de aguas residuales son: efluentes (hasta 0.5 kGy), aguas residuales crudas (1.5 kGy), lodos crudos (3-4 kGy), lodos digeridos (3-4 kGy), lodos desecados (hasta 10 kGy) (Lavale, Shah, Rawat y George, s.f.).

2.6 Radiación

La radiación es el transporte o la propagación de energía en forma de partículas u ondas. Si esta radiación es debida a fuerzas eléctricas o magnéticas se llama radiación electromagnética. La materia está constituida por átomos y agrupaciones de ellos que son las moléculas. Los átomos a su vez consisten en un pequeño núcleo formado por protones (partículas que poseen carga eléctrica positiva) y neutrones (partículas similares a los protones pero que no poseen carga eléctrica), orbitando en torno al núcleo se encuentran los electrones (que poseen carga eléctrica negativa) (González Sprinberg y Rabin Lema, 2011).

La radiación ionizante se caracteriza porque interaccionar con la materia producen principalmente ionizaciones, es decir, la pérdida de electrones de los átomos neutros, que se convierten en iones. Estas ionizaciones producen cambios fisicoquímicos en la materia en general y en el material biológico en particular (Santamaria, 2005). Estas pueden llegar a ionizar o romper ligaduras en átomos o moléculas millones de veces antes de perder toda su energía (González Sprinberg y Rabin Lema, 2011). Hay dos conceptos fundamentales que caracterizan a las radiaciones ionizantes: su capacidad de ionización es proporcional al nivel de energía, y la capacidad de su penetración es inversamente proporcional al tamaño de las partículas (Pascual Benés y Gadea Carrera, 1999).

La radiación ionizante es capaz de depositar suficiente energía localizada para arrancar electrones de las moléculas que constituyen la membrana, el citoplasma o el núcleo celular. Suelen ser extremadamente inestables e inician una secuencia de eventos, el proceso se llama *ionización*, pues las moléculas que antes eran eléctricamente neutras, se transforman en iones (partículas cargadas) debido a la pérdida de un electrón, moléculas excitadas, además radicales libres que rompen los enlaces químicos y provoca otros cambios moleculares que dañan a las células, puede tener efecto directo, pues sufre modificación o daño, en cambio existen efectos indirectos donde la molécula ionizada puede resultar tóxica y afecta a otras moléculas o células que no fueron ionizadas directamente. Las radiaciones ionizantes se pueden clasificar de la siguiente manera (Figura 2-2): radiación alfa, beta, gamma, neutrónica y rayos X (González Sprinberg y Rabin Lema, 2011).

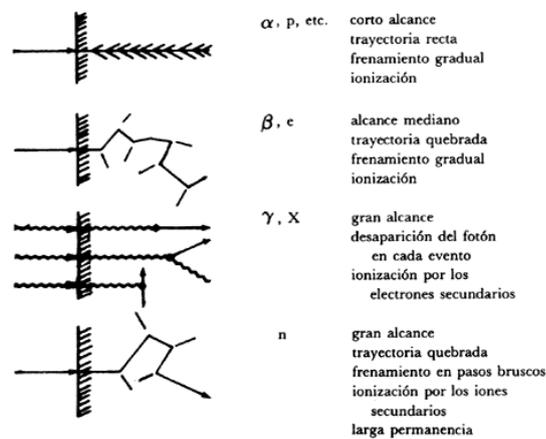


Figura 2-2: Distintos tipos de radiación ionizante interaccionan con la materia

Fuente: (Alons et al., 1995)

En particular, la radiación gamma es de naturaleza similar a la luz visible o a las ondas de radio, la única diferencia es que tiene una longitud de onda muy corta y, por lo tanto, un nivel de energía más alto que la luz (su longitud de onda $< 0,1 \text{ \AA}$ (10^{-10} m) son muy penetrantes y muy energéticas). Estas diferencias facilitan la penetración profunda de la radiación gamma dentro de ciertos materiales. La radiación gamma puede procesar productos de geometría no uniforme y de alta densidad (Rangel Urrea, 2016). La radiación gamma son fotones usualmente de muy alta energía, emitidos por núcleos inestables u otros procesos. El núcleo no cambia su identidad sino que únicamente pierde energía (González Sprinberg y Rabin Lema, 2011). Los rayos X y gamma, al no tener carga, no pueden ser frenados lentamente por ionización al atravesar un material, sufren otros mecanismos que al final los hacen desaparecer, transfiriendo su energía, pueden atravesar varios centímetros de un sólido, o cientos de metros de aire, sin sufrir ningún proceso ni afecta la materia que cruzan. Luego sufren uno de los tres efectos y depositan allí gran parte de su energía, los tres

mecanismos de interacción con la materia son: el efecto fotoeléctrico, el efecto Compton y la producción de pares (Alonso et al., 1995).

Efecto fotoeléctrico: consiste en que el fotón se encuentra con un electrón del material y le transfiere toda su energía, desapareciendo el fotón original (Figura 3-2). El electrón secundario adquiere toda la energía del fotón en forma de energía cinética, y es suficiente para desligarlo de su átomo y convertirlo en proyectil. Se frena éste por ionización y excitación del material (Alonso et al., 1995). El efecto fotoeléctrico ocurre a partir de 1 keV y predomina hasta energías de 30 keV (ININ, 2010).

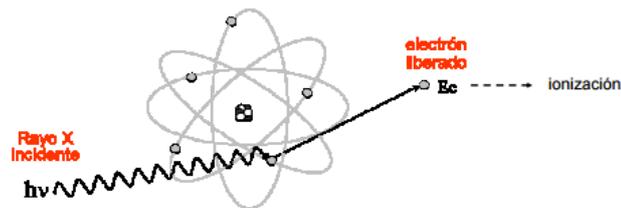


Figura 3-2: Efecto fotoeléctrico

Fuente: (FOUBA, 2013)

Efecto Compton: el fotón choca con un electrón como si fuera un choque entre dos esferas elásticas (Figura 4-2). El electrón secundario adquiere sólo parte de la energía del fotón y será expulsado del átomo y el resto se la lleva otro fotón de menor energía y será desviado a una nueva dirección (Alonso et al., 1995) (FOUBA, 2013). El efecto Compton predomina en el rango de energías de 30 keV a 20 MeV (ININ, 2010).

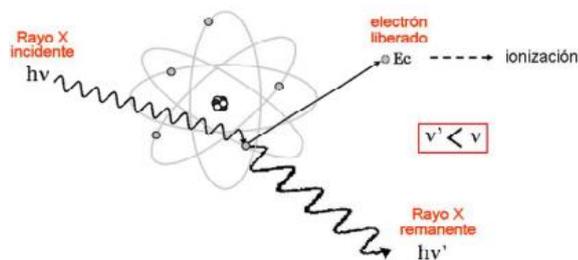


Figura 4-2: Efecto Compton

Fuente: (FOUBA, 2013)

Producción de pares: el fotón energético interactúa con el núcleo de tal manera que su energía se convierte en materia, en este caso el fotón se transforma un par de partículas, un electrón y un positrón positivamente cargado (Figura 5-2). Como la suma de las masas del par es 1.02 MeV, no puede suceder si la energía del fotón es menor que esta cantidad. Si la energía del fotón original es mayor que 1.03 MeV, el excedente se lo reparten el electrón y el positrón como energía cinética, pudiendo ionizar el material. El positrón al final de su trayecto forma un positronio y luego se aniquila produciéndose dos fotones de aniquilación, de 0.51 MeV cada uno (Alonso et al., 1995). La producción de pares no ocurre con energías de fotón menores a 1.02 MeV, por lo que este efecto no puede ocurrir por la radiación gamma del ^{137}Cs , y ya que tiene una energía predominante de 662 keV (ININ, 2010).

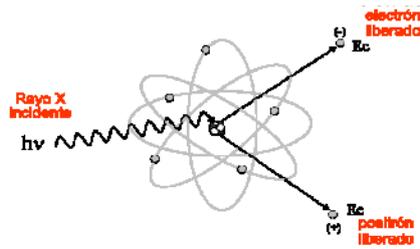


Figura 5-2: Producción de pares

Fuente: (FOUBA, 2013)

2.7 Irradiador

La irradiación es el proceso mediante el cual se expone deliberadamente en forma controlada un material a la acción de una fuente de radiación, como pueden ser los rayos gamma o un haz de electrones. Existen comercialmente diversos irradiadores, desde muy pequeños para aplicaciones de investigación, hasta aquellos capaces de procesar grandes cantidades de productos. Las diferencias radican en el nivel de actividad de la fuente radiactiva y el método que se utiliza para mover el producto. Los principales diseño básicos son: maximizar el aprovechamiento de la energía de radiación, proporcionar al producto una dosis relativamente uniforme y lograr una operación segura y sencilla. Estos irradiadores se dividen en autocontenidos y panorámicos. El Organismo Internacional de Energía Atómica los clasifica en función del almacenamiento de la fuente: los primeros como categoría I (almacenamiento seco) y III (almacenamiento húmedo), y los segundos como Categoría II (almacenamiento seco) y IV (almacenamiento húmedo). Los autocontenidos se destina a aplicaciones que requieren niveles de radiación bajos y una capacidad de procesamiento pequeña: irradiación de sangre y esterilización de insectos. Los panorámicos se destinan a plantan piloto o de escala comercial y pueden procesar mayor cantidad de productos dependiendo de su diseño (Rangel Urrea, 2016). A continuación, se describen las ventajas y desventajas de los tipos de irradiadores:

Tabla 3-2: Principales ventajas y desventajas de cada sistema de irradiación

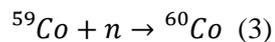
Tipos de fuente	Ventajas	Desventajas
Gamma	<ul style="list-style-type: none"> • Hasta el 95% de su energía está disponible • Buena penetración • Confiable • Capacidad ajustable • Tecnología probada • Buena uniformidad de dosis 	<ul style="list-style-type: none"> • Alta energía e intensidad • Emisión continua • Requiere recarga • Licenciamiento estrictamente regulada • La irradiación de alimentos es relativamente lenta

	<ul style="list-style-type: none"> • Fuente de cobalto-60, cesio 137 	<ul style="list-style-type: none"> • Poco proveedores
Haz de electrones (e- beam o EB)	<ul style="list-style-type: none"> • Alta eficiencia e intensidad • El haz sólo se utiliza cuando se necesita, se interrumpe cuando se desea • No genera desechos radiactivos 	<ul style="list-style-type: none"> • Penetración limitada (0,5 cm por MeV) • Los parámetros de la máquina no son fáciles de supervisar • Mantenimiento caro y complejo • Rango limitado de operación, consume mucha energía eléctrica
Rayos X	<ul style="list-style-type: none"> • Es un híbrido de haz de electrones y gammas • Buena penetración • Dirección de irradiación controlada • Área de irradiación pequeña • Sistema de transportadores sencillo • Tiempos de irradiación menores 	<ul style="list-style-type: none"> • De mayor costo de fabricación que el haz de electrones • baja eficiencia de conversión • temperatura muy elevada en la placa de conversión.

Fuente: (Rangel Urrea, 2016)

Irradiador gamma con cámara de irradiación: La fuente de irradiación está basada en cobalto-60 encapsulado en pequeños cilindros de acero inoxidable, que a su vez se introducen en una vaina o lápiz también de acero inoxidable. En esta forma se asegura una «fuente herméticamente sellada». La radiación (fotones) atraviesa el encapsulado para incidir en el material que se va a irradiar en la cámara, pudiendo penetrar más de 60 cm en productos alimenticios si se irradian por ambos lados. El cobalto- 60 emite radiación sin interrupción «no puede apagarse». Para que una persona pueda ingresar a la cámara cuando no se esté irradiando productos, la fuente de cobalto-60 se tiene que retirar a su blindaje o descender a una piscina con agua para su almacenamiento. Estos irradiadores por lo general utilizan blindajes de concreto o acero. Su operación puede ser por lote o de manera continua. El producto se introduce en contenedores o se deposita alrededor de la fuente (Rangel Urrea, 2016).

En la naturaleza, la gran mayoría de los núcleos atómicos son estables y se mantienen inalterados en el tiempo. Existen, sin embargo, algunos núcleos atómicos que son inestables, en el sentido de que pueden emitir espontáneamente partículas cargadas o radiación electromagnética (fotones), a estos núcleos inestables se los llama *radionucleídos o radioisótopos* y son perfectamente conocidos (González Sprinberg y Rabin Lema, 2011). Como el radionúclido de ^{60}Co es un isótopo radiactivo sintético del cobalto.



La fuente gamma industrial usado más común es ^{60}Co , que se produce mediante la exposición no radiactivo ^{59}Co (metal) al flujo de neutrones en un reactor de energía nuclear (3). En el proceso de desintegración el ^{60}Co emite un electrón con una energía de 315 keV y luego el núcleo activado de ^{60}Ni emite dos rayos gamma con la energía de 1.17 MeV y 1.33 respectivamente (4). Con un periodo de desintegración de 5,27 años, así que después de un uso prolongado de estas fuentes durante 20 años, se deja única actividad el 6% de su estado original (Wang y Wang, 2007: pp. 2-7).

CAPITULO III

3 DISEÑO Y EXPERIMENTACIÓN

3.1 Características de los materiales experimentales

3.1.1 Lodos

Los lodos utilizados en este estudio se obtuvieron de la fábrica y tintorería Jean`s Fashion Color, ubicada en Parroquia Benítez, cantón Pelileo en la provincia de Tungurahua, con coordenadas 17 M 0770246/9852162 (Coordenadas UTM), como se indica en la Figura 1-3.

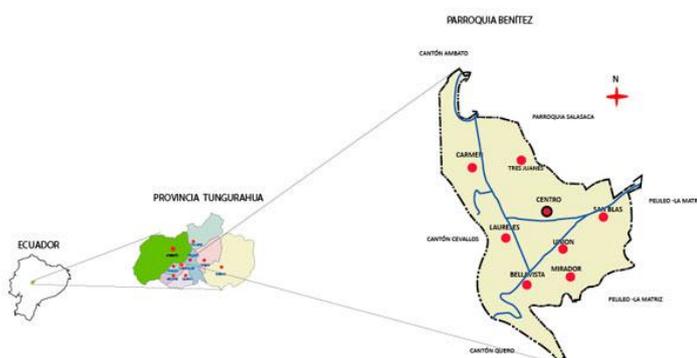


Figura 1-3: Ubicación geográfica de la Fábrica y tintorería Jean`s Fashion Color

Fuente: (Gobierno Autónomo Descentralizado de Benítez, 2011)

El día 19 de julio del 2016, se recogió un volumen de 12 litros de lodos de la laguna de secado y 16 litros de agua residual en el punto de descarga del tanque del almacenamiento previo tratamiento de las aguas residuales de las instalaciones de la fábrica en Pelileo (Gráfico 1-3 a) y se transportó el mismo día a Riobamba en un envase plástico al laboratorio de Microbiología a cargo de Dr. Carlos Espinosa. El agua residual se almacenó a 4°C hasta el día 3 de agosto que se ensambló los reactores, en cambio, los lodos se almacenó hasta el 30 de julio del 2016, donde los lodos fueron tamizados con la ayuda de una malla de acero inoxidable de 0,45 mm de manera de eliminar los residuos indeseables (Gráfico 1-3 b), se pesó en una balanza Camry/ Ek9270 H las 13 muestras de 500 gramos y se almacenó en fundas herméticas con cierre “Reynolds” (14,9 cm x 16,5 cm) Por otro lado, con fines de agrupar las muestras al ser irradiadas se usaron 4 fundas

herméticas “Ziploc” (26,8 cm x 27,3 cm) con un peso de trabajo de 1,5 kg (3 muestras de 500 g), que fueron almacenados en el mismo refrigerador.

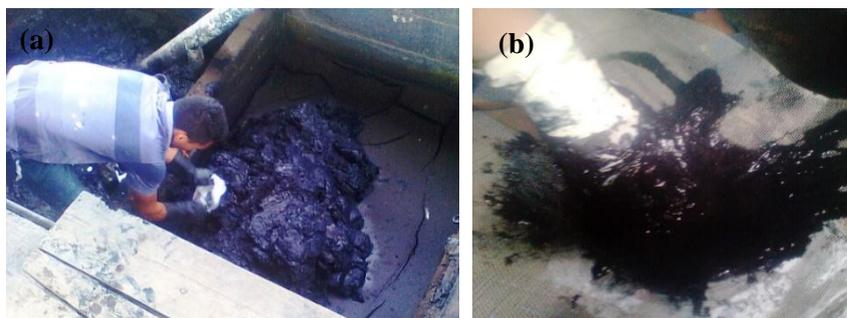


Gráfico 1-3: (a) Recolección de los lodos (b) Tamización de los lodos
Realizado por: Aguay Diana, 2017

La muestra matriz (MM) o muestra inicial de 500 gramos sin irradiación fue tomada directamente de la fábrica y tintorería Jean’s Fashion Color fue trasladada al laboratorio de Servicios ambientales en la UNACH (ver anexo D), en la tabla 1-3 se caracterizó los parámetros físico-químicas por el método estándar: demanda química de oxígeno (DQO), potencial de hidrógeno (pH), sólidos suspendidos (SS), fósforo total (PT), aceites y grasas (AG).

Tabla 1-3: Parámetros físico-químico de la MM

Parámetros	Unidad	Método/ Procedimiento	Equipo	Resultado	U(K=2)
DQO	mg/l	Standard Methods 5220-D mod	Espectrofotometría US- VIS HACH DR 5000	1770	N/A
pH	-	PE-LSA-01	Electrométrico, pHmetro	6,36	+/-0,08
Sólidos Suspendido s	mg/l	Standard Methods 2540-D	Espectrofotometría US- VIS HACH DR 5000	18600	N/A
Fósforo total	mg/l	Standard Methods 4500-P-E mod	Espectrofotometría US- VIS HACH DR 5000	350	N/A
Aceite y grasas	mg/l	EPA 418,1	Método de Soxhlet	382	N/A

Realizado por: Aguay Diana, 2017

3.1.2 Pre-tratamiento

La irradiación fue programada para el día 02 de agosto del 2016, en el Laboratorio de Patrones Secundario (LPS), ubicado en la hacienda Ayhapicho, situada en la parroquia Aloag, cantón Mejía, provincia de Pichincha. Se irradió las muestras bajo las normas y procedimiento establecidos por la SCAN y el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA). La fuente fue un irradiador J. L. SHEPARD modelo 109 de cobalto 60, perteneciente a la SCAN. Cabe mencionar que la SCAN es la dependencia del Ministerio de Electricidad y Energía Renovable (MEER) encargada de regular, controlar y difundir el uso pacífico de las radiaciones ionizantes en el Ecuador. Dicho irradiador es Categoría 1 (Figura 2-3), posee un diámetro de 14 cm y una altura de 20 cm, cuyas características general se muestra en la tabla 2-3.

Tabla 2-3: Características generales del irradiador de muestras

J.L. SHEPARD MODEL 109 COBALTO-60				
Actividad Inicial A_0	11500 Ci	Fecha A_0	1986-06-10	
Tasa de Dosis Inicial D_0 (t)	14,42 Gy/min	Fecha D_0 (t)	2007-10-24	
Periodo de Semidesintegración $t_{1/2}$	5,271 años	Energía gamma	1,17 MeV	1,33 MeV

Fuente: (SCAN, 2013)

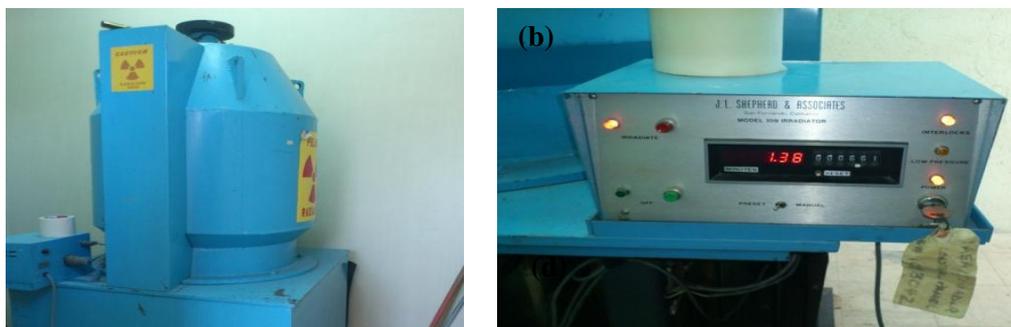


Figura 2-3: (a) (b) Irradiador de muestras J.L. SHEPARD MODEL 109 COBALTO-60.

Fuente: (SCAN, 2013)

Para conocer el tiempo de irradiación que fueron sometidas a las muestras, se realiza los siguientes cálculos:

1. Conocer el tiempo transcurrido desde 2007/10/24 hasta la fecha de la irradiación que fue 2016/08/02.

	Año	Mes	día
		19	
	2015	7	33
Fecha de la tasa de dosis final	2016	8	2
Fecha de la tasa de dosis inicial	2007	10	24
	8	9	9

8 años = 8 años

$$9 \text{ meses} * \frac{1 \text{ año}}{12 \text{ meses}} = 0,750 \text{ años}$$

$$9 \text{ días} * \frac{1 \text{ año}}{365,24 \text{ días}} = 0,025 \text{ años}$$

$$= 8 \text{ años} + 0,750 \text{ años} + 0,025 \text{ años}$$

$$t = 8,775 \text{ años}$$

2. Hallar la tasa de dosis al momento de la irradiación, se basó en la última calibración del equipo que fue de 14,42 Gy/min, se aplica la siguiente ecuación:

$$\dot{D} = \dot{D}_o * e^{-\frac{\ln(2)}{t_{1/2}} * t}$$

$$\dot{D} = 14.42 \frac{\text{Gy}}{\text{min}} * e^{-\frac{\ln 2}{5.271 \text{ años}} * (8,775 \text{ años})}$$

$$\dot{D} = 4,547 \frac{\text{Gy}}{\text{min}}$$

3. Se calcula el tiempo de irradiación para diferentes dosis requeridas aplicando la siguiente ecuación:

$$\dot{D} = \frac{D_{requerida}}{t} ; t_i = \frac{D_{requerida}}{\dot{D}}$$

A continuación, se presenta en la tabla 3-3 los cálculos anteriormente planteados con la ayuda de una hoja electrónica de Excel.

Tabla 3-3: Características del irradiador a la fecha actual

Fecha D_o (t)	24/10/2007 Gy/min	Tasa de D_o (t)	14,42 Gy/min
Fecha D_i (t)	02/08/2016 Gy/min	Tasa de D_i (t)	4,55 Gy/min
Tiempo transcurrido (t)	8,78 años		
Perid. Semidesintegración (t_{1/2})	5,271 años		
Dosis requerida (Gy)	t de irrad. (min)	t de irrad. (h)	
600	131,93	2,20	
350	76,96	1,28	
100	21,99	0,37	

Realizado por: Aguay Diana, 2017

El 01 de agosto de 2016 se transportó los 4 grupos de lodos (Gráfico 2-3) en un cooler mediano a 4°C desde la ciudad de Riobamba hasta las instalaciones del SCAN ubicadas en José Tamayo E-1025 y Lizardo García en la ciudad de Quito donde fueron almacenadas y refrigeradas en el mismo cooler con hielo seco. El día 02 de agosto del 2016 se trasladaron los grupos al LPS Aloag, procediendo a la irradiación con las siguientes dosis: 100 Gy, 350 Gy, 600 Gy y 0 Gy que es considerada como muestra de control. El mismo día, las muestras irradiadas se transportaron de Aloag a la ciudad de Riobamba, además al momento de contratar los servicios de la irradiador multipropósito el SCAN emite un certificado de irradiación (Anexo A).



Gráfico 2-3: Cuatro grupos de lodo en un cooler mediano previo a la irradiación programada

Realizado por: Aguay Diana, 2017

3.1.3 Construcción de los reactores

Para la construcción del reactor de fermentación oscura se empleó botellas de vidrio con un volumen de 950 ml, con un diámetro superior de 6,02 cm, diámetro inferior de 7,5 cm y altura de 18,2 cm. En sus respectivas tapas rosca se instaló 1 puerto de entrada que cumple con dos funciones: para purgar el gas nitrógeno (N_2) y la salida del gas hidrógeno a la probeta de almacenamiento. (Gráfico 3-3)

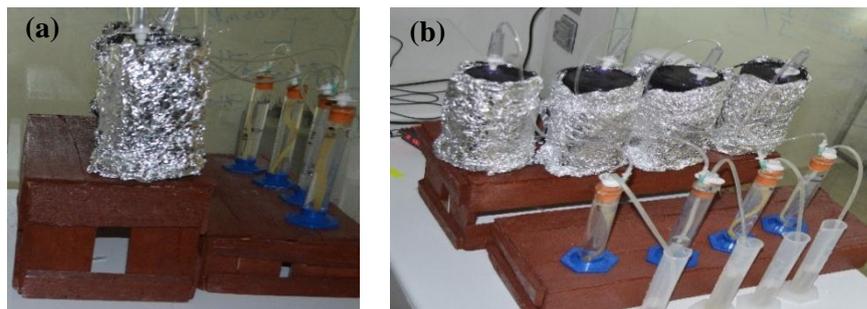


Gráfico 3-3: (a) Puerto de entrada para el reactor de fermentación oscura
(b) Configuración de los reactores de fermentación oscura

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Para el caso del reactor CEM, se utiliza botellas de vidrios similares a los reactores de fermentación oscura. En su respectiva tapa rosca se instaló 3 puertos de entrada: un puerto que cumple con dos funciones para purgar el gas N_2 y la salida del gas hidrógeno; 2 puertos los cuales sirve como salida de los electrodos ánodo y cátodo cuya distancia de separación es de aproximadamente 3 cm (Gráfico 4-3).

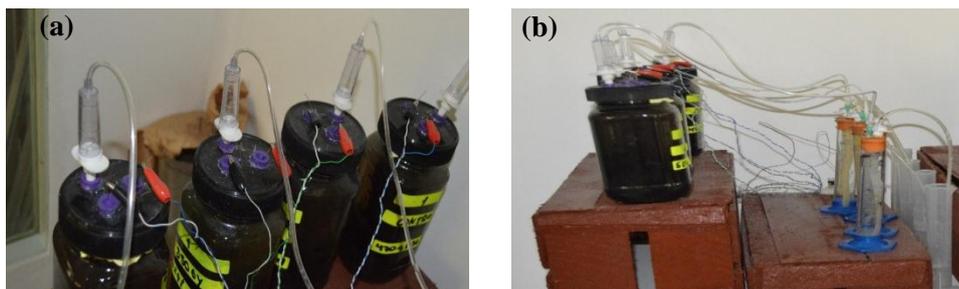


Gráfico 4-3: (a) Tres puertos de entrada para CEM (b) Configuración de los reactores de CEM

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Para el electrodo del cátodo (Gráfico 5-3 a) en este estudio se utilizó una malla de 6,5 cm por 8 cm de acero inoxidable #50 (Acerimallas, Guayaquil- Ecuador) cuya abertura es de 0,30 mm, diámetro de hilo de 0,21 mm (Gráfico 5-3 a). Con el fin de eliminar las impurezas de la superficie del cátodo se sumergió en agua destilada durante 12 horas. Se realizó una unión tipo lazo entre el alambre (0,5 mm- 0.02 pulgadas), y la malla de acero inoxidable, no se utilizó sueldas.

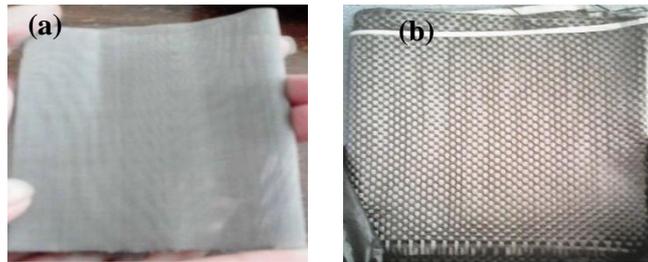


Gráfico 5-3: (a) Cátodo: malla de acero inoxidable (b) Ánodo: fibra de carbono
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Mientras que el electrodo ánodo es de 6,5 cm por 8 cm de fibra de carbono (Gráfico 5-3 b), espesor de 0,01 plg (Compañía Carbon Fiber- Composites Texas-USA). Con el fin de mejorar la formación de biofilm se realizó un pre-tratamiento de la siguiente manera: se remojo durante toda la noche con acetona y se lavó 5 veces en agua destilada o desionizada; se sumergió en una solución de peroxodisulfato de amonio (200 g/l) y ácido sulfúrico concentrado (100 ml/l) durante 15 min; a continuación, los electrodos fueron tratados con calor en un horno mufla a 450°C durante 30 min (Feng, Yang, Wang y Logan, 2010: pp. 1841–1844). Y después se lavó 5 veces antes de usarlos con agua destilada. Una vez realizado el pre-tratamiento, estos se conectó el electrodo ánodo con la fuente de alimentación a través de un alambre de Nitinol (NiTi) de 0,5 mm (0,02 pulgadas) sin soldadura, se entrelazó a través de los agujeros de la fibra de carbono adheridos con resina epoxi.

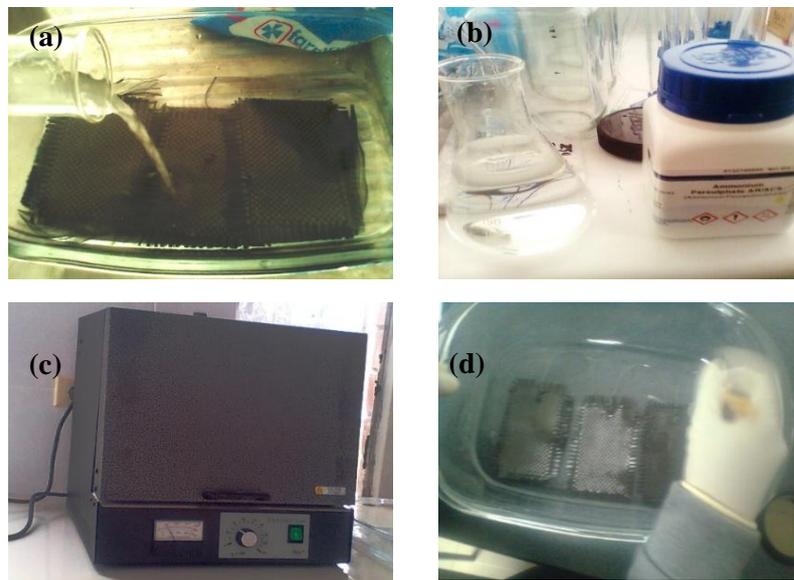


Gráfico 6-1: (a) Electrodo ánodo sumergido en acetona (b) Solución de persulfato de amonio y ácido sulfúrico concentrado (c) Horno mufla a 450 °C. (d) Los ánodos se conectan a los alambres de nitinol con la ayuda con resina epoxi.
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Según Kadier et al., (2015) mostraron que las condiciones experimentales más adecuadas para la producción de hidrógeno en los CEM de una cámara son: voltaje aplicado de 1,1 V (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp85-97). Para la obtención de 1,1 V se utilizó un regulador LM317 el cual

genera un voltaje de salida regulado desde 1,25 V a 20 V. A este circuito se conectó un diodo de silicio 1n4007 a una salida para generar una caída de tensión para poder obtener un voltaje de 1,1 V. Si bien la caída de tensión en un diodo es función de su corriente, el sistema de CEM no presentó cambios significativos de corriente en corto tiempo, sin embargo se realizó una calibración diaria del regulador con carga para la obtención de 1,1 V ya que si existían cambios de corriente a largo plazo. Se realizó una prueba de conectividad con un multímetro para verificar que hubiera flujo de corriente.

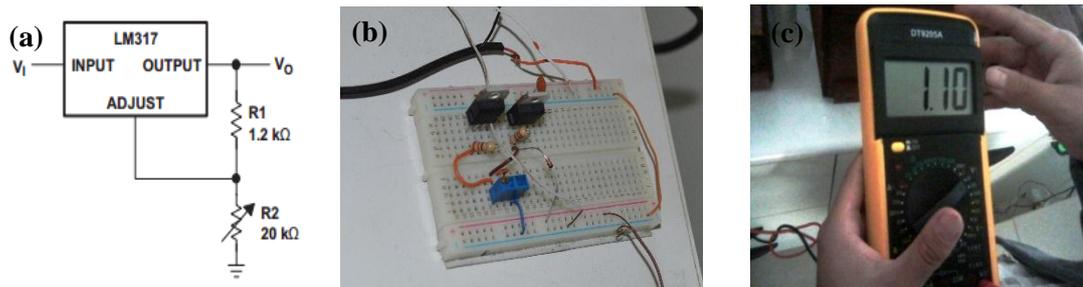


Gráfico 7-3: (a) Diagrama del circuito (b) Circuito armado (c) Prueba de conectividad con un multímetro

Realizado por: Aguay Diana, 2017

3.1.4 Preparación del biofilm para el electrodo ánodo para CEM

Para la formación del biofilm en el electrodo ánodo se procede a realizar un cultivo de los microorganismos presente en los lodos. Esto se llevó a cabo en el Laboratorio de Análisis Bioquímico y bacteriológico con la colaboración técnica de la Dr. Aida Fierro en la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, ubicado en el Km 1 ½ de la Panamericana Sur en la ciudad de Riobamba, provincia de Chimborazo.

Para la preparación de los medios de cultivo: se colocan 100 ml de agua destilada en 2 matraces de Erlenmeyer de 250 ml, en el matraz 1 se coloca la cantidad pesada de 1,5 gramos para el agua peptonada y mientras que el matraz 2 se coloca 2,3 g para el agar nutritivo. Se etiquetan los matraces con el nombre del medio que contienen. Ambos matraces para mezclar de mejor manera se someten a un ligero calentamiento con agitación frecuente hasta la ebullición durante 1 minuto en el reverbero. Se tapan los matraces con un tampón de algodón y se sujeta a la autoclave a 121 °C durante 30 min. Una vez estériles, los medios se dejan enfriar, en el caso del agua peptonada se coloca en la campana de seguridad biológica para que se enfríe en cambio para al agar nutritivo se deja reposar en el autoclave para que no se solidifique.

Para la preparación de la solución madre: se pesan 1 g de la muestra de lodo y se lleva al matraz de Erlenmeyer que contiene el agua peptonada estéril, esto se homogeniza durante 10 minutos aproximadamente eso se realiza dentro de la campana de seguridad biológica para que no se contamine. Por otro lado, dentro de la campana de seguridad biológica se coloca las cajas Petri para preservar la esterilidad, se vierte el agar nutritivo del matraz 2 a medida que cubra el volumen de las cajas se las tapo inmediatamente y se dejó reposar para que el medio se solidifique. Luego, se procede a humedecer un hisopo estéril con la solución madre matraz 1, y realizar el sembrado en las cajas Petri de los microorganismos por el método de estría utilizando el mismo hisopo. Se repitió el mismo proceso hasta que se termine de sembrar todos los medios preparados (Gráfico 8-3)

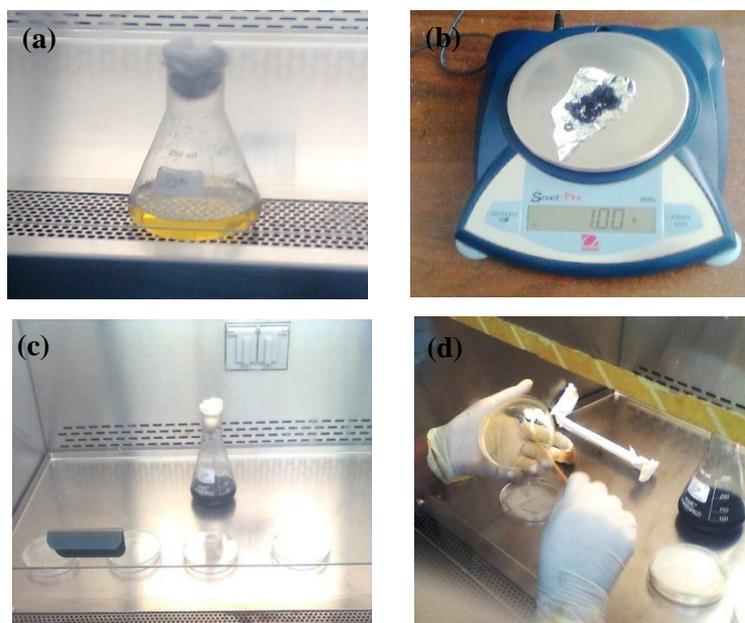


Gráfico 8-3: (a) Agua peptonada estéril (b) 1 gramo de lodo activado (c) Solución madre (d) Sembrado de los microorganismos
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Para los microorganismos aerobios: Se trabajó con 2 cajas Petri se las tapo y colocar en la estufa bacteriológica alrededor de 35 a 37 °C (Gráfico 9-3) se deja por 48 horas. Pero se realizó la lectura de siembra a las 24 horas y 48 horas.

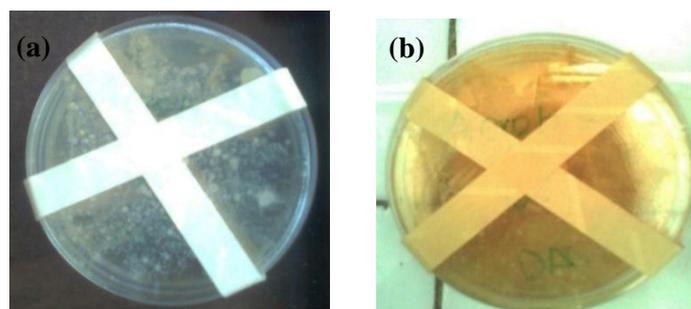


Gráfico 9-3: Microorganismos aerobios después (a) 24 horas (b) 48 horas.
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Para el caso de los microorganismos anaerobios: la variación de la metodología para este caso, posterior a la siembra con los hisopos, se coloca las dos cajas Petri restantes en la jarra Gaspak creando una atmósfera anaeróbica mediante la utilización de una vela encendida en su interior, de manera que la llama consume parte del oxígeno existente y lo sustituye por CO₂. Posteriormente, que la llama se apagó y la jarra se colocó en la estufa bacteriológica a 35 ° C, también para este caso se realiza la lectura a 24- 48 horas de la siembra.

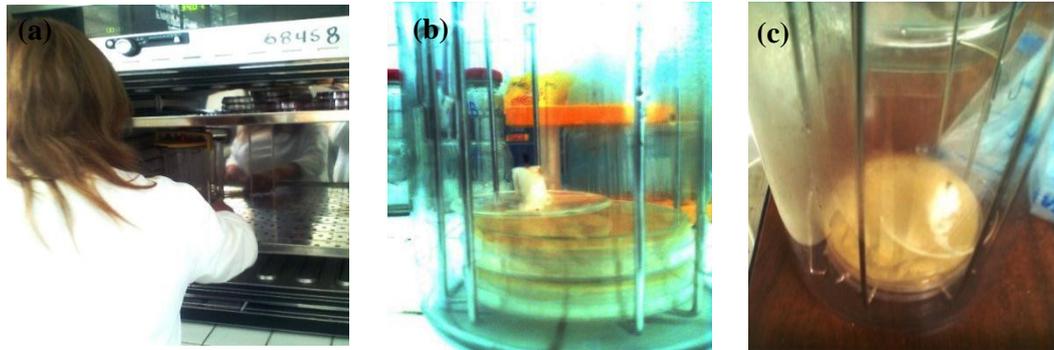


Gráfico 10-3: (a) Estufa bacteriológica a 35°C (b) Microorganismos anaerobios después de 24 horas. (c) Microorganismos anaerobios después de 48 horas.

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Preparación de la solución de cloruro de sodio (NaCl) al 85%: se pesa 4,25 g NaCl y se disuelve por completo en 400 ml de agua destilada agitando hasta que se homogenice. Después se procede a llenar el matraz aforado con el agua destilada hasta la marca de 500 ml. Se vierte los 500 ml de la solución NaCl en una botella de vidrio con una capacidad de 600 ml con su respectiva tapa, adicionalmente papel aluminio y cinta indicadora de esterilización. El envase de vidrio con la solución de NaCl se somete a autoclave a 121 °C durante 30 min. Se deja enfriar la solución NaCl en la campana de seguridad biológica. Una vez obtenido la solución NaCl al 85% con la ayuda de un hisopo estéril se procede a frotar varias veces por la superficie de las cuatro cajas petri con los microorganismos anaerobios e aerobios se deja en reposo el hisopo dentro de la botella por unos minutos de manera que los microorganismos se liberen del algodón al líquido. Se conservó este caldo en refrigeración a 4°C por tres días, hasta que se contó con los lodos irradiados (6 kg repartido para las 12 celdas a ensamblar). Por el tiempo de almacenamiento fue necesario reactivar los microorganismos anaerobios y aerobios procedentes de los lodos contenidos en los 250 ml de la solución de NaCl. Para esto:

Se colocan 100 ml de agua destilada en un matraz de Erlenmeyer de 250 ml y se vierte una cantidad de 2,3 g para el agar nutritivo. Además, en otro matraz de 250 ml se coloca 40 ml de agua destilada con 2,08 g de agar cerebro corazón. Los dos matraces, debidamente etiquetados, se someten a un ligero calentamiento con agitación frecuente hasta la ebullición durante 1 minuto en el reverbero. El matraz con agar nutritivo se tapa con un tapón de algodón mientras que para el caso del matraz que contiene el agar de cerebro corazón se vierte su contenido en 4 tubos de

vacutainer de 10 ml de capacidad hasta aproximadamente a la mitad del volumen manteniendo las tapas entre abiertas y se aplica el autoclave a 121 °C durante 30 min. Posteriormente se procede a tapar los tubos de vacutainer y se transporta a la campana de seguridad biológica donde se enfría por media hora, a continuación se humedece en la botella de caldo con microorganismos anaerobios y aerobios un hisopo estéril que luego se introduce en agar cerebro corazón de los cuatro tubos vacutainer. Para el caso de microorganismos anaerobios dos de tubos vacutainer se tapan herméticamente, en cambio, para los microorganismos aerobios se utilizan los dos tubos vacutainer restantes manteniendo la tapa entre abierta para permitir la entrada de oxígeno.

Se coloca los cuatro tubos de vacutainer con los microorganismos anaerobios como aerobios en la estufa bacteriológica a una temperatura de 35 a 37 °C por 24 horas a partir de lo cual se realiza la lectura de la siembra. Al mismo tiempo en las cuatro cajas Petri se vierte agar nutritivo hasta cubrir su superficie y se tapa rápidamente proceso que se realiza al interior de la campana de seguridad biológica, donde se deja reposar para que el medio se solidifique. Las cuatro cajas Petri se mantienen en refrigeración hasta el día siguiente en que se realizó la siembra.

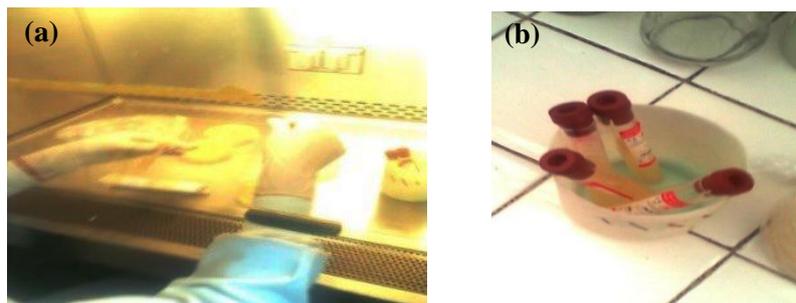


Gráfico 11-3: (a) Siembra en el agar cerebro corazón (b) Tubo vacutainer para los microorganismos anaerobios e aerobios

Realizado por: Aguay Diana, 2017

En la campana de seguridad biológica, por medio de un hisopo estéril previamente humedecido en los tubos vacutainer, se realiza el sembrado por el método de estría en las cajas Petri que contiene el agar nutritivo de los microorganismos se realizó utilizando el hisopo. Este proceso se repite en los cuatro medios preparados en las cajas Petri: dos para los microorganismos anaerobios y dos para los aerobios.

Para el caso de los microorganismos aerobios las cajas Petri se tapan y se colocan en estufa bacteriológica a una temperatura entre 35 a 37 °C por 24 horas a partir de lo cual se realiza la lectura de la siembra. (Gráfico 12-3)

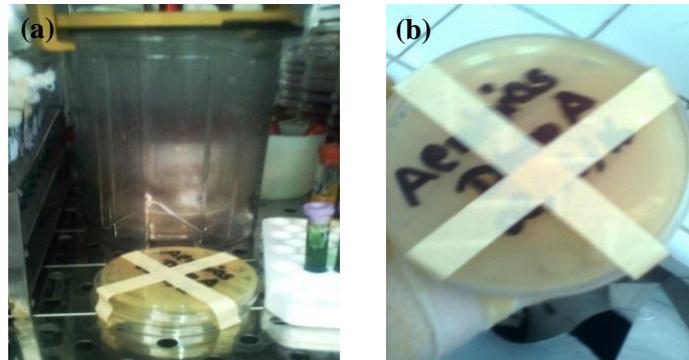


Gráfico 12-3: Microorganismos aerobios en agar nutritivo después de 24 horas
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Para el caso de los microorganismos anaerobios las dos cajas Petri restantes se colocan en la jarra Gaspak creando una atmósfera anaeróbica finalmente se procede a colocar en la estufa bacteriológica a 35 °C, realizándose la lectura de la siembra 24 horas después (Gráfico 13-3).



Gráfico 13-3: Microorganismos anaerobios después de 24 horas
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Posterior a la lectura de siembra, se prepara la solución de NaCl al 85%, con la ayuda de un hisopo estéril se procede a frotar varias veces por la superficie de las 4 cajas Petri correspondiente a los microorganismos anaerobios y aerobios, los hisopos con los microorganismos se introducen en la solución donde se dejan en reposo por unos minutos, a fin de que los microorganismos se difundan del algodón al líquido. Después de unos minutos se vierte el caldo con los microorganismos en un recipiente de vidrio en el que se colocó la fibra de carbono, se esperó unos 30 minutos para instalar la fibra de carbono en cada una de las 8 CEM este proceso se realizó bajo condiciones ambientales.

3.1.5 Configuración de los reactores

Para examinar la posibilidad de producir biohidrógeno a partir de lodo activado irradiado, se diseñó un experimento con 12 muestras, la descripción de la distribución de las CEM y los reactores de fermentación oscura se presenta en la tabla inferior 4-3. Las columnas describen el grupo de CEM (CEM1 y CEM2) y un grupo de comparación que son los reactores FO y las filas corresponde a las dosis de radiación aplicada (600, 350,100 y 0 Gy).

Tabla 4-3: Descripción de la distribución de las CEM y reactores de fermentación oscura

	CEM1	CEM2	FO
600 Gy	CEM1-600 Gy	CEM2-600 Gy	FO-600 Gy
350 Gy	CEM1-350 Gy	CEM2-350 Gy	FO -350 Gy
100 Gy	CEM1-100 Gy	CEM2-100 Gy	FO -100 Gy
0 Gy	CEM1 - 0 Gy	CEM2 - 0 Gy	FO - 0 Gy

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Los reactores construidos corresponden al caso de celdas con una sola cámara sin membrana ver Figura 3-3, donde el ánodo y el cátodo de las ocho CEM (A) se conectaron a una fuente de alimentación externa de 1,1 V; cabe recalcar para el caso de los cuatro reactores de fermentación oscura no se requiere fuente de alimentación externa. En la parte superior de los reactores se instala un puerto purgar con nitrógeno (F). La probeta (B) tapada herméticamente tiene un volumen de trabajo de 65 ml de agua previamente llenada, es donde se recoge el gas H₂ y el CO₂ a través del tubo de silicona (C) que conduce el gas desde los reactores (A) a la cámara hermética (B). Dado biogas es insoluble en el agua empujan a esta desde la cámara hermética a través del otro tubo de silicona (D) hasta la probeta (E) de medición del volumen de agua desplazada que puede medir un volumen máximo de 50 ml. El puerto (G) desde donde se obtiene el biogas generado para el análisis se instaló en la tapa de la cámara hermética (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97).

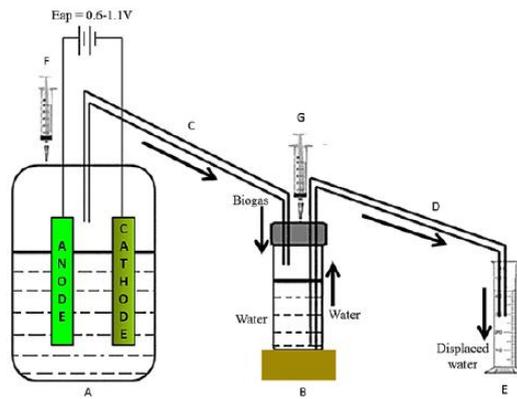


Figura 3-3: Esquema de configurar el CEM

Fuente: (Kadier, Simayi, Logroño, & Kalil, 2015)

3.1.6 Producción de biohidrógeno

Los 12 reactores se diseñaron e instalaron en el GEAA, Facultad de Ciencias, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, en la ciudad de Riobamba. Tanto para los CEM como para los reactores de FO, se utilizó una mezcla de 500 gramos de lodo activado irradiado y 450 ml de aguas residuales. La fecha de inicio fue el 3 de agosto 2016.

Se utilizó teflón para colocar alrededor de la boca de la botella, y silicona en barra alrededor de los tapones con la finalidad de evitar fugas. En el caso de los reactores de fermentación oscura se coloca papel aluminio para evitar algún contacto con la luz. Antes de ponerlo en marcha, se purgó con nitrógeno 99,8% para transportar dicho gas se utilizó un pelota de básquetbol a los reactores con el objetivo de eliminar el oxígeno residual y crear un sistema anaeróbico, se optó por un sistema de generación continua, este tipo de mantenimiento se efectuó en tres ciclos (15 de octubre del 2016, 30 de noviembre del 2016 y el 24 de diciembre del 2016). Con la ayuda de una jeringa de 23 ml, 5 veces para cada reactor Se controló la temperatura a 35°C eso se realizara con la ayuda de un termostato y un calefactor. El volumen del biogás producido se determina por el desplazamiento del agua (Gráfico 14-3).



Gráfico 14-3: (a) Manipulación y traslado de los lodos irradiados a la botella (b) Se purgo de N₂ (c) Configuración final de los reactores

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Una vez transcurrido aproximadamente 8 meses, se procede a realizar los análisis físico-químicos estudiados anteriormente el día 02 de marzo del 2017 en el laboratorio de Servicios Ambientales de la UNACH, tomando en cuenta que los reactores CEM1, CEM2 y FO fueron sometidos a las mismas condiciones.

Para cuantificar el gas hidrógeno, la literatura presenta distintos métodos, entre ellos varios investigadores utilizan cromatografía de gases (GC, modelo SRI 8600 C, SRI Instruments, EE.UU) equipado con un detector de ionización de helio (HID) y un detector de conductividad térmica (TCD) que utiliza gas helio de alta pureza (99,99%) como gas portador (Kadier, Simayi, Logroño y Kalil, 2015: pp. 85-97), donde se cuantifica en porcentajes volumétricos el H₂, CH₄ y CO₂ para el muestreo regularmente se utilizó una jeringa hermética de gases (250 µl, Hamilton Samplelock Syringe, Hamilton Co., Reno,NV, EE.UU), de igual forma Yin y Wang (2015) obtuvieron la fracción de H₂ en el biogás, mediante un cromatógrafo de gases (modelo 112 A, Shanghai, China), equipado con un detector de conductividad térmica (TCD) y una columna de relleno (modelo TDX), se utilizó argón como gas portador. Por otro lado Contreras Pérez, Scott, Mendoza, Espinal y Zapata (2008) hace burbujear el gas proveniente en un tubo de ensayo que contiene una solución de 0,001 M de permanganato de potasio (KMnO₄) acidificada con cloruro de hidrógeno (HCl). El gas H₂, produce la reducción del permanganato a ion Mn⁺² (color rosado pálido) según la siguiente reacción:



En el fondo de los tubos observaron un precipitado de color negro debido a que parte de MnO₄⁻¹ se reduce Mn⁺⁴ el cual prácticamente no forma iones sino que precipita a MnO₂.H₂O. Este método simplemente da a conocer si existe presencia del gas, no se cuantifica la concentración o cantidad de gas presente. Además de los métodos analíticos se encontró en la literatura el uso de sensores de gas MQ: metano con MQ-4, monóxido de carbono con MQ-7, CO₂ con MG-811 y el ácido sulfúrico con MQ-136 en diversas situaciones entre ellas en un prototipo mecatrónico móvil (robot) para realizar la medición de la concentración de gases presentes en el interior de una mina de carbono a diferentes distancias (Gutiérrez, Tocarruncho y Castellanos, 2013: pp. 87-95) tuvieron un desempeño adecuado, pero se requiere realizar previamente pruebas para garantizar el funcionamiento y la calidad del modelo en condiciones reales de operación. Según Palacios et al., (2015) trabajaron con sensores MQ-7 y MQ-4 para medir la concentración del contenido de monóxido de carbono (CO) y CH₄ respectivamente, además de la temperatura y presión ambiental. Llegaron a la conclusión que la aplicación de estos tipos de sensores flexibles y de bajo costo abren una gran potencialidad en el desarrollo para el monitoreo de calidad del aire en áreas urbanas e industriales. Del mismo modo mediante el sensor MQ-4 se reproduce y evalúa la curva características de sensibilidad para la concentración de metano en el aire, utilizando gas

previamente generado en el laboratorio, comparando los resultados obtenidos con la curva presentada por el fabricante, observándose una clara similitud entre ambas, lo cual indica que el sistema propuesto es capaz de producir resultados muy similares a los que se obtendrían con otras opciones profesionales de alto costo (Delgado Castro y Rojas Bolaños, 2015: pp. 299-306). De manera similar Devadoss Ambeth (2016), empleo sensores MQ-7 y MQ-2 mostrando el procedimiento de calibración, este sistema fue capaz de detectar monóxido de carbono y metano al mismo tiempo, aumentado su eficiencia, junto con sus valores de concentración en ppm. Como Moraes Do Nascimento (2016) trabajó con tres sensores: MQ-4 para metano, MQ-8 para hidrógeno y MQ-135 para CO₂, cuyos resultados preliminares verificaron que esta herramienta permite al usuario medir la cantidad en su exhalación lo que ayudaría a los médicos y los pacientes pueden usar esta información para entender la relación entre los gases emitidos por seres humanos con las enfermedades. Por último, Miskon et al., (2016) realizaron una comparación de fotobiorreactores: uno utilizando un agitador magnético para proporcionar una distribución uniforme de la luz solar a las algas e inhibir el crecimiento de las bacterias, mientras que el control se mantiene en estado estático para la producción de hidrógeno. Utilizan sensor MQ-8, es sensible que puede medir de 10 a 1000 ppm. La cantidad producida de gas hidrógeno sólo se tomó una vez hasta que se estabilice el sensor bota un valor 23 ppm alrededor de 3 a 11 minutos y a los 30 minutos se estabiliza para agitación magnética 27 ppm mientras estático 25 ppm. Los resultados mostraron más recuentos celulares de hidrógeno producido bajo la influencia de agitación magnética en comparación con la de estática en un promedio de 8% en 4 días. Es posible utilizar el mismo método en para producir hidrógeno continuamente para encender pilas de combustible para generaciones de electricidad y otros diversas aplicaciones. Al no disponer de cromatógrafo de gases, y dada la necesidad de cuantificar la concentración de gas hidrógeno y metano se empleó en este trabajo de investigación, los sensores semiconductores MQ-4 para metano y MQ-8 para hidrógeno, debido a su simplicidad, bajo costo y además al contar con el soporte de Denys López pasante de la Escuela de Ingeniería en Electrónica en el CEAA. A continuación en la tabla 5-3 se da a conocer las características de dichos sensores.

Tabla 5-3: Características y especificaciones de los sensores MQ-8 y MQ-4

Modelo	MQ-4	MQ-8
Características	Alta sensibilidad a CH ₄ en la amplia gamma Pequeña sensibilidad al alcohol, el humo Respuesta rápida, vida estable y larga	Alta sensibilidad al hidrógeno Pequeña sensibilidad al alcohol, gas licuado de petróleo (GLP), humos de cocción

	Circuito de accionamiento simple	Vida estable y larga, coste bajo Circuito simple de la impulsión
R_s (Resistencia de detección) en aire kohm	10-60 k Ω (1000 ppm CH ₄)	10-60 k Ω (1000 ppm H ₂)
R_L (Resistencia de carga)	Ajustable	
Rangos de detección típicos	500 a 10000 ppm* Desde 100 hasta 10000 ppm	50 a 10000 ppm* Desde 200 hasta 10000 ppm
R_h (resistencia de calentador)	33 ohm \pm 5%	
Condición estándar de trabajo	V_c (Voltaje de circuito) : 5V \pm 0,2 V AC or DC V_H (Voltaje del calentador): 5V \pm 0,2 V AC or DC P_H (Potencia de calentador): menos de 750 mw Temperatura : -10°C- 50°C Concentración de oxígeno: 21% (condición estándar) Temperatura: 20°C	

Fuente: (Hanwei Electronics, s.f.) (Hanwei Electronics, s.f.)*

Las conexiones entre el Arduino y el sensor se muestran en la Figura 4-3, los sensores poseen 4 pines de las cuales se utilizara tres, 2 para alimentación (V_c , GND) y uno de señal (A_o) conectados por medio de tres cables a la placa de Arduino: el primer cable (color rojo) desde el pin V_{cc} del sensor al pin de alimentación positivo de 5V de la placa, el segundo cable (color negro) desde el pin GND del sensor al pin negativo correspondiente a tierra (GND) de Arduino, y el último (color verde) desde el pin A_o del sensor a una entrada analógico del Arduino.

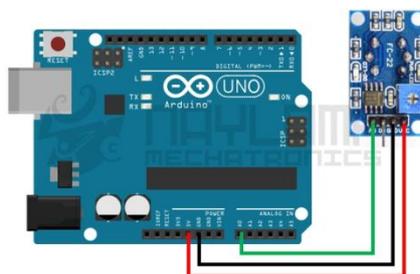


Figura 4-3: Montaje del circuito electrónico

Fuente: (Naylamp Mechatronics, 2015)

Como se dijo anteriormente, los sensores fueron alimentados con un voltaje $V_c = 5\text{ V}$; poseen una salida analógica de voltaje que variara acorde al nivel de metano/hidrógeno presente en el gas, para este caso obtenidos por los reactores, este voltaje de salida ingresa a una entrada del conversor analógico-digital que posee la placa Arduino UNO, obteniéndose así una salida digital con una resolución de 10 bits (con 1024 posibilidades). Por defecto, esto significa que se puede convertir voltaje que varíen entre 0 a 5 voltios en valores enteros entre 0 y 1023, con una resolución igual a $5\text{ V}/1023$, es decir 0,0049 voltios (4,9 mV). Los valores de salida de tensión se relacionan con la siguiente fórmula: (Kalra, Baweja, Simmarprey y Chopra, 2016: pp. 423-429)

$$V_{out} = Value * \frac{V_c}{1023} \quad (6)$$

Dónde: V_{out} = Voltaje de salida en voltios; V_c = Voltaje de referencia 5V; Value=valores de conversión de 0-1023 o valores crudos por el Arduino

Tras conectar el sensor al Arduino y este a su vez conectarlo al ordenador usando un cable USB, se instaló el software de programación de Arduino versión 1.6.12 para crear el programa de adquisición y cargarlo a la placa Arduino, seleccionando el modelo de placa y el puerto serie correspondiente, para obtener los valores se pulsa en el botón Monitor Serial el cual nos devolverá valores cuyos datos serán obtenidos con un tiempo de muestreo de un segundo e impresos en la terminal serial provista por el software de Arduino.

Los sensores de la serie MQ tienen la configuración siguiente: está compuesto por un tubo cerámico micro oxido de aluminio (Al_2O_3), la capa sensible es dióxido de estaño (SnO_2), el electrodo de medición y el calentador se fijan en una corteza hecha por la red de plástico y acero inoxidable. Los sensores tienen 6 pin, 4 de ellos se utilizan para buscar señales, y otros 2 se utilizan para proporcionar corriente de calefacción (Figura 5-3).

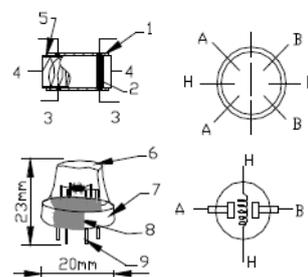


Figura 5-1: Configuración de los sensores de serie MQ

Fuente: (Hanwei Electronics, Technical data MQ-8 gas sensor , s.f.)

En la Figura 6-3 se visualizar dos entradas de alimentación de voltaje: voltaje de calentador (V_H) y tensión de circuito (V_C). V_H se utiliza para suministrar la temperatura de trabajo estándar al sensor y puede adoptar corriente continua (DC) o corriente alterna (AC). V_c se utiliza para

detectar la tensión (V_{RL}) en la resistencia de carga (R_L) que está en serie con el sensor. V_{RL} es igual al voltaje de salida del sensor V_{out} .

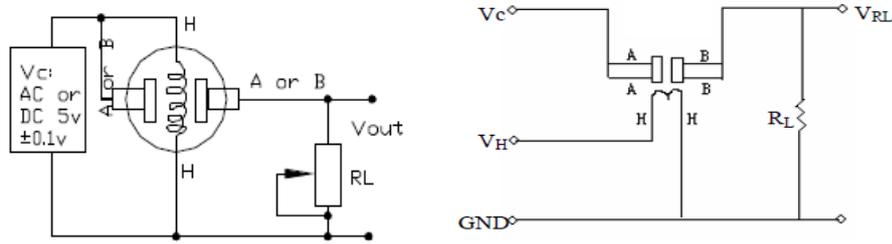


Figura 6-3: (a) (b) Circuito de los sensores MQ

Fuente: (Hanwei Electronics, Technical data MQ-4 gas sensor, s.f.)

Para calcular la resistencia del sensor (R_s) de la serie MQ (Dado por el datasheet)

$$R_s = \frac{V_c - V_{RL}}{V_{RL}} * R_L$$

Donde (Figura 6-3)

$$V_{RL} = V_{out}$$

$$R_s = \frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * R_L \quad (6)$$

Dónde: R_L es la resistencia de carga; R_s es la resistencia del sensor a diferentes concentraciones de gases; V_{out} es el voltaje de salida; V_c es el voltaje de entrada que corresponde a 5V. En los datasheet de los sensores MQ- 4 metano (Anexo C) y MQ-8 hidrógeno (Anexo B) proporcionan Figuras 7-3 (metano) y 8-3 (hidrógeno) donde el eje X representa la concentración en partes por millón (ppm), y el eje Y presenta la relación (R_s/R_o), siendo R_s la resistencia del sensor a diferentes concentraciones de gases y R_o la resistencia del sensor en el aire limpio, en una condición de 20°C y 65% de humedad relativa.

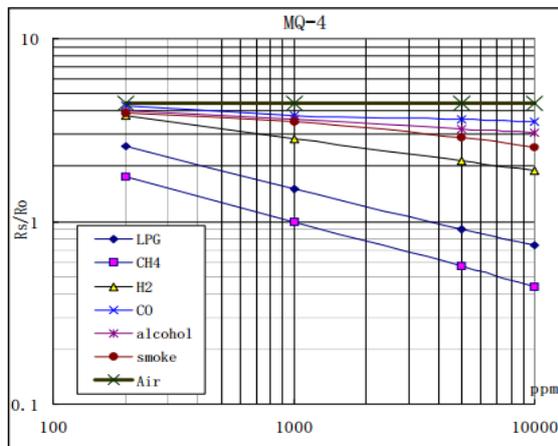


Fig.3 is shows the typical sensitivity characteristics of the MQ-4 for several gases. in their: Temp: 20°C, Humidity: 65%, O₂ concentration 21% R_L=20k Ω
R_o: sensor resistance at 1000ppm of CH₄ in the clean air.
R_s:sensor resistance at various concentrations of gases.

Figura 7-3: Imagen del datasheet que muestra las características de sensibilidad de MQ-4 para varios gases.

Fuente: (Hanwei Electronics, Technical data MQ-4 gas sensor, s.f.)

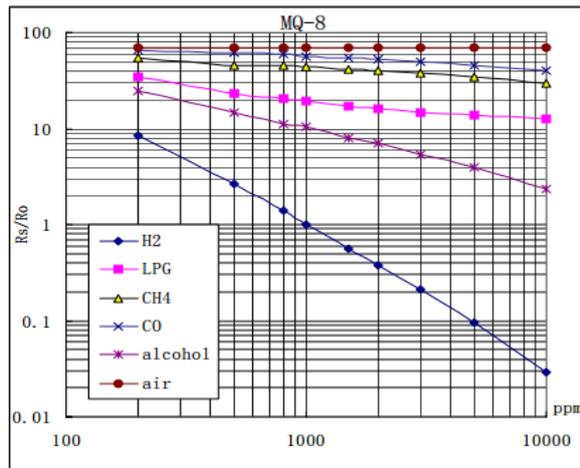


Fig.3 is shows the typical sensitivity characteristics of the MQ-8 for several gases. in their: Temp: 20°C, Humidity: 65%, O₂ concentration 21% RL=10k Ω
 Ro: sensor resistance at 1000ppm H₂ in the clean air.
 Rs: sensor resistance at various concentrations of gases.

Figura 8-3: Imagen del datasheet que muestra las características de sensibilidad de MQ-8 para varios gases

Fuente: (Hanwei Electronics, Technical data MQ-8 gas sensor , s.f.)

La curva de sensibilidad de acuerdo a las especificaciones técnicas del fabricante muestra que las respuestas de los sensores no son lineales y presentando grandes cambios a pequeñas variaciones de concentraciones de gases. Con los datos de concentración en ppm y de la resistencia R_s/R_o tabla 6-3(metano) y 7-3(hidrógeno) se grafican en Microsoft Excel, y se realiza la línea de tendencia de una curva de potencia (Gráfico 15-3 metano, Gráfico 16-3 hidrógeno, obteniéndose la ecuación de sensibilidad de los sensores, además se da a conocer el potencia predictiva relativa está denotada por R^2 , este valor varía entre 0 y 1, mientras más cercano el valor éste de 1, más preciso será el modelo.

Tabla 6-3: Relación R_s/R_o vs ppm de metano

R_s/R_o	Conc ppm	R_s/R_o	Conc ppm
1,8	200	0,79	2000
1,6	300	0,69	3000
1,46	400	0,63	4000
1,33	500	0,58	5000
1,26	600	0,54	6000
1,2	700	0,5	7000
1,13	800	0,48	8000
1,06	900	0,46	9000
1	1000	0,45	10000

Realizado por: Aguay Diana, 2017

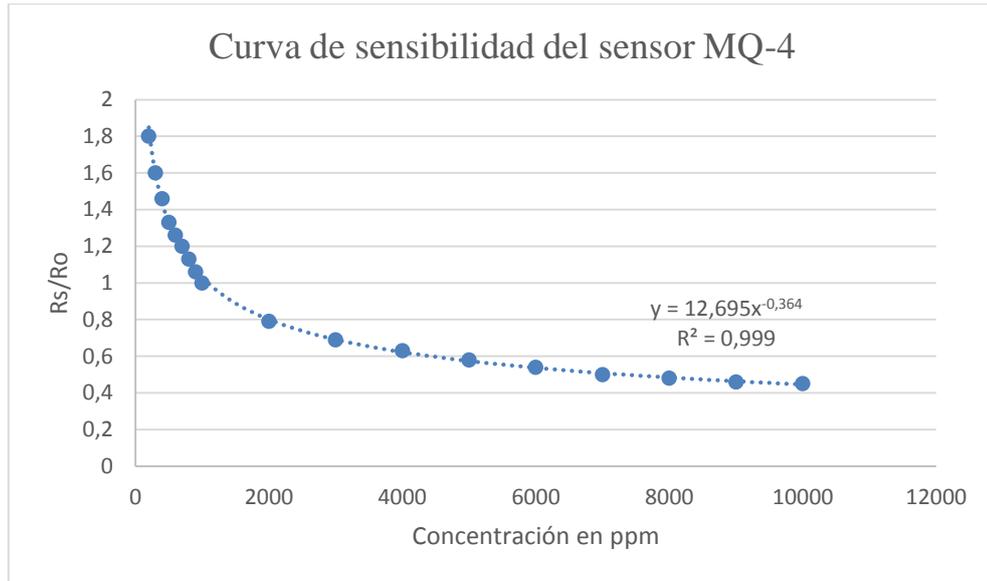


Gráfico 15-3: Curva de sensibilidad del sensor MQ-4.

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se obtuvo la siguiente ecuación (7). Donde el eje vertical representa R_s/R_o y el eje horizontal es la concentración en partes por millón, dichas ecuación se resuelve la concentración.

$$\frac{R_s}{R_o} = 12,695 x^{-0,364} \quad (7)$$

$$\frac{R_s}{R_o * 12,695} = x^{-0,364}$$

$$\left\{ \frac{R_s}{R_o * 12,695} \right\}^{-\frac{1}{0,364}} = \{x^{-0,364}\}^{-\frac{1}{0,364}}$$

$$\left\{ \frac{R_s}{R_o * 12,695} \right\}^{-2,747} = x$$

$$x = 1075,669 * \left(\frac{R_s}{R_o} \right)^{-2,747}$$

Se sabe que $R_s = \frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * R_l$

$$x = 1075,669 * \left(\frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * \frac{R_l}{R_o} \right)^{-2,747} \quad (8)$$

En el caso del sensor MQ-8 para hidrógeno

Tabla 7-3: Relación R_s/R_o vs ppm de hidrógeno

R_s/R_o	Conc ppm	R_s/R_o	Conc ppm
8,5	200	0,37	2000
5	300	0,2	3000
3,5	400	0,15	4000
2,66	500	0,095	5000
2	600	0,07	6000
1,7	700	0,05	7000
1,5	800	0,04	8000
1,3	900	0,025	9000
1	1000	0,03	10000

Realizado por: Aguay Diana, 2017

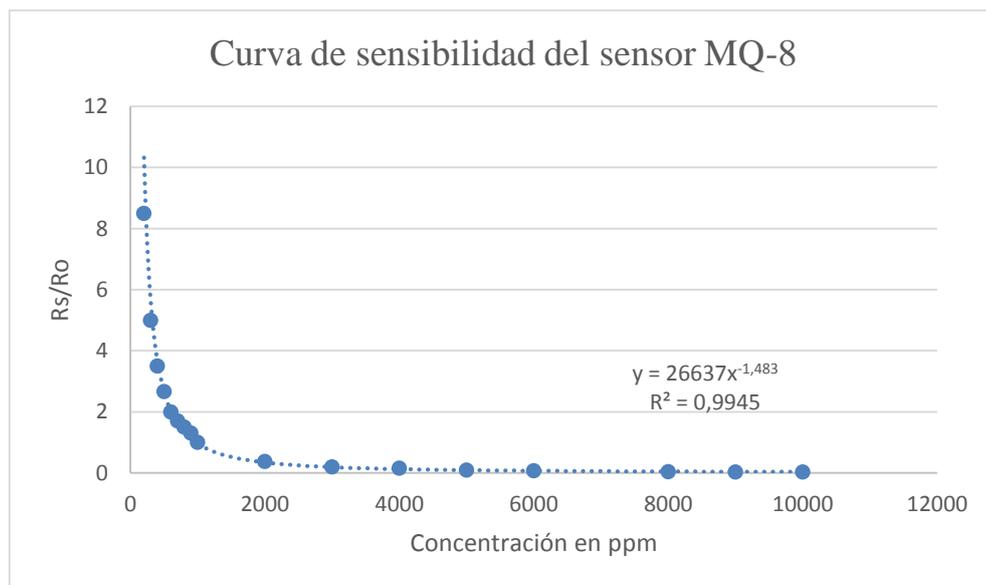


Gráfico 16-2: Curva de sensibilidad del sensor MQ-8.

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se obtuvo la siguiente ecuación (9), donde $y=R_s/R_o$ y x es la concentración en partes por millón, dicha ecuación se resuelve la concentración en ppm.

$$\frac{R_s}{R_o} = 26637 x^{-1,483} \quad (9)$$

$$\frac{R_s}{R_o * 26637} = x^{-1,483}$$

$$\left\{ \frac{R_s}{R_o * 26637} \right\}^{-1,483} = \{x^{-1,483}\}^{-\frac{1}{1,483}}$$

$$\left\{ \frac{R_s}{R_o * 26637} \right\}^{-0,674} = x$$

$$x = 961,118 * \left(\frac{R_s}{R_o} \right)^{-0,674}$$

Se sabe que $R_s = \frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * R_l$

$$x = 961,118 * \left(\frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * \frac{R_l}{R_o} \right)^{-0,674} \quad (10)$$

Una vez que se obtiene la relación entre las señales tomadas desde el sensor y las concentración de los respectivos gases se procede a instalar estos sensores en el interior de una botella de vidrio transparente con un volumen de trabajo de 223 ml (Gráfico 17-3) donde se inyecta inmediatamente el gas desde la probeta con la ayuda de una jeringa de aproximadamente de 23 ml, se espera alrededor de 1 hora, hasta observar que los valores crudos (value) decrecen debido a la presencia de oxígeno del aire del interior de la botella, se selecciona el valor más alto que será reemplazando en las ecuaciones que se resumen en la tabla 8-3 para obtener la concentración de biohidrógeno en ppm.

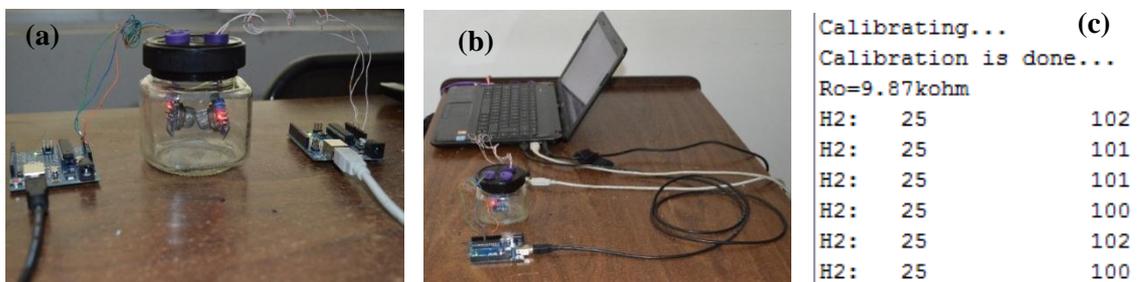


Gráfico 17-3: (a) (b) Funcionamiento de los sensores (c) Datos obtenidos por el sensor MQ-8
Realizado por: Aguay Diana, 2017

Tabla 8-3: Ecuaciones utilizadas para calcular la concentración de los gases.

Voltaje de salida (caso de metano e hidrógeno)	$V_{out} = \frac{value * V_c}{1023}$
Concentración en ppm de metano	$x = 1075,669 * \left(\frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * \frac{R_l}{R_o} \right)^{-2,747}$
Concentración en ppm de hidrógen	$x = 961,118 * \left(\frac{V_c - V_{out}}{V_{out}} * \frac{R_l}{R_o} \right)^{-0,674}$

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se varía la resistencia del sensor (R_o) de tal forma que el sensor oscila entre 23 ppm H_2 (Miskon et al., 2016: pp. 1-8) cuando se encuentra en el ambiente. En cambio para la resistencia de carga (R_L) varios autores consideran a la resistencia de carga (R_L) utilizada en sensores MQ-2 y MQ-7 es de 1 k Ω esto proporciona una buena selectividad, pero el aumento de la resistencia de carga reduce la precisión de la concentración del gas específico presente en el aire a niveles muy elevados. (Devadoss Ambeth, 2016: pp. 107–114). En cambio para la resistencia de carga (R_L), esta serie MQ, MQ-4 metano, MQ-7 monóxido de carbono, MG-811 dióxido de carbono, MQ-136 ácido sulfúrico necesita una resistencia de carga en la salida a tierra, con valores que pueden estar entre 2k Ω y 47k Ω . Cuanto más bajo sea el valor menos sensible y cuanto más alto sea el valor, menor será la precisión para las concentraciones más altas de gas. Según el datashett de la serie de MQ, el valor de la resistencia de MQ-4 el fabricante recomienda calibrar el detector para 5000 ppm de concentración de CH_4 en el aire y usar el valor de resistencia de carga (R_L) de aproximadamente 20 K Ω (10 k Ω a 47 k Ω). En cambio para el valor de resistencia de MQ-8 el fabricante recomienda que calibre el detector para 1000 ppm de concentración de H_2 en el aire y utilice un valor de resistencia de carga (R_L) de aproximadamente 10 K Ω (5 k Ω a 33 k Ω). Por esta razón es importante realizar pruebas y una elección adecuada del valor de esta resistencia. El valor seleccionado es de 10k Ω (Gutiérrez , Tocarruncho y Castellanos , 2013: pp. 87-95).

3.2 Variable dependiente e independiente

Tabla 9-3: Descripción de las variables dependientes e independientes

Variable independiente	Definición conceptual	Dimensión	Indicador	Índice
Dosis absorbida	Cantidad de energía absorbida dividida por la masa de material irradiado.	Radiación gamma Fuente de ^{60}Co	Datos obtenidos	Gy
Variable dependiente	Definición conceptual	Dimensión	Indicador	Índice
Producción de Biohidrógeno	Desde desechos residuales para obtener energía necesaria	Mediante diferentes pruebas de ensayo para determinarlas	Volumen Concentración en partes por millón	ml Ppm

Realizado por: Aguay Diana, 2017

3.3 Hipótesis

La radiación gamma influye en la producción de biohidrógeno en celdas de electrolisis microbiana y fermentación oscura.

H_0 : No existe influencia en la producción de biohidrógeno en las celdas de electrolisis microbiana y de fermentación oscura debido a la radiación gamma.

$$H_0: CEM1 = CEM2 = FO$$

H_1 : Existe influencia en la producción de biohidrógeno en las celdas de electrolisis microbiana y de fermentación oscura debido a la radiación gamma.

$$H_1: CEM1 \neq CEM2 \neq FO$$

Dónde:

$\delta CEM1$ = Celdas de electrolisis microbiana inducidas a 3 dosis de radiación (Número 1)

$\delta CEM2$ = Celdas de electrolisis microbiana inducida a 3 dosis de radiación (Número 2, repetición)

δFO = Reactores de fermentación oscura inducida a 3 dosis de radiación (Número 3)

CAPITULO IV

4 ANALISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS

4.1 Producción de biohidrógeno

Para la determinación de la eficiencia de producción de biohidrógeno a partir de los lodos activados con diferentes dosis de radiación se examinó con la ayuda del método del desplazamiento del volumen de agua y a su vez con sensores MQ para conocer la concentración del biogás.

En el Gráfico 1-4, muestra los datos de volumen de salida de cada ciclo en la CEM1, la dosis de 350 Gy existe presencia del biogás en los tres ciclos experimentales, existe debido a que muestra una mayor pérdida de volumen de agua dentro de la probeta. Cabe recalcar que las demás dosis no produjeron hidrógeno en la cámara en el primer ciclo, lo que da a entender que hubo crecimiento de microorganismos consumidores de hidrógeno. Además, en los otros dos ciclos, existe una cantidad insignificante de producción de biogás. En el Gráfico 2-4, se aprecia la producción acumulada de biohidrógeno con las diferentes dosis de radiación. Se puede ver que el hidrógeno se obtuvo con éxito con la dosis de 350 Gy, la producción máxima de biogás fue de 203 ml.

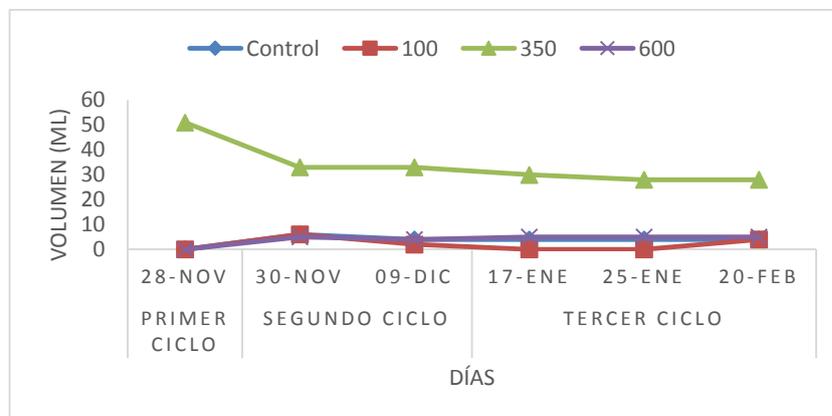


Gráfico 1-4: Producción de biogás en CEM1

Realizado por: Aguay Diana, 2017

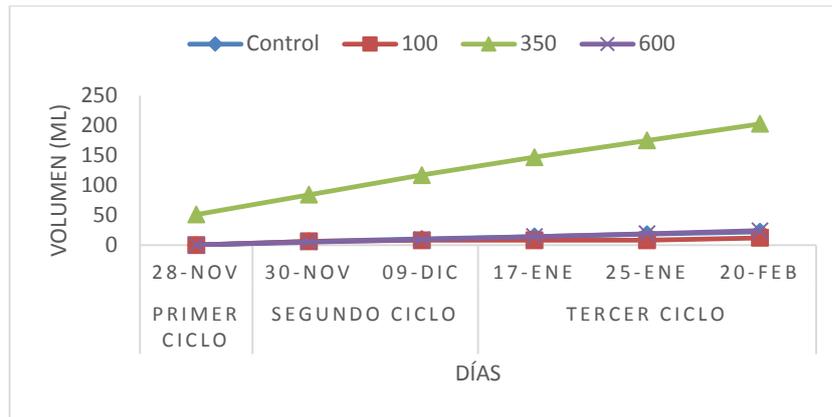


Gráfico 2-4: Producción de biogás acumulado en CEM1

Realizado por: Aguay Diana, 2017

En el Gráfico 3-4, se registraron los datos de volumen de salida de cada ciclo en la CEM2, para cada una de las dosis existe una cantidad insignificante de producción de biogás. En diferentes ciclos, no existe presencia de biogás. En el Gráfico 4-4, se aprecia que hubo una acumulación similar en cada uno de los reactores, pero el mayor volumen se obtuvo con éxito con la dosis de 100 Gy, posteriormente 0 Gy, 350 Gy y 600 Gy, con la producción máxima de biogás fue de 26 ml, 23 ml, 21 ml, 18 ml, respectivamente.

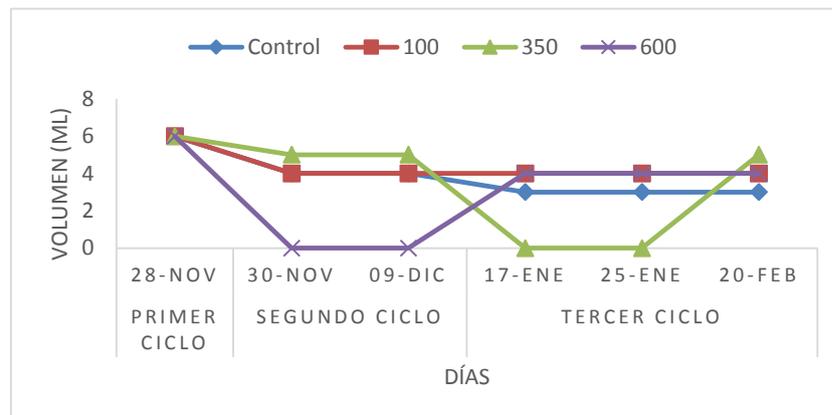


Gráfico 3-4: Producción de biogás en CEM2

Realizado por: Aguay Diana, 2017

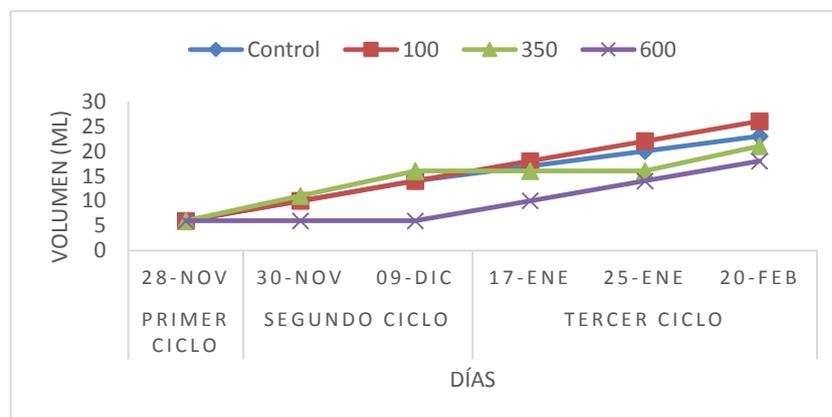


Gráfico 4-4: Producción de biogás acumulado en CEM2

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Como se observa en el Gráfico 5-4 se registraron los datos de volumen de salida de cada ciclo en la FO, la dosis de 350 Gy donde hubo un mayor volumen de biogás producido por el reactor donde es un valor significativo, las dosis restantes existe una cantidad insignificante de producción de biogás, en los tres ciclos. En el Gráfico 6-4 se aprecia la producción acumulada de biogás donde se puede ver que se obtuvo con éxito con la dosis de 350 Gy, la producción máxima de biogás fue de 365 ml.

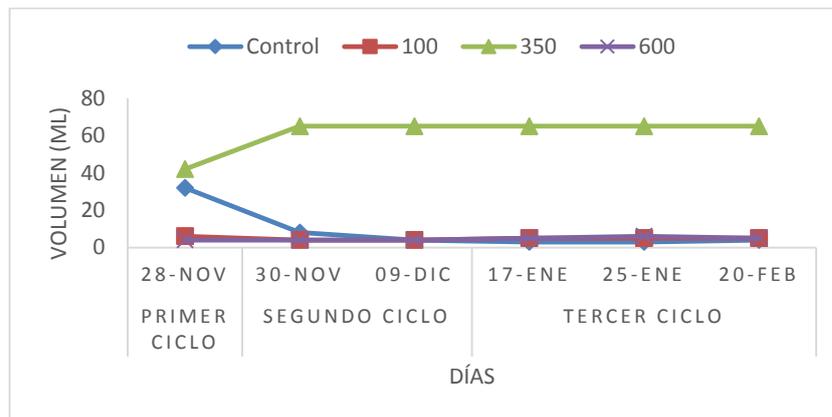


Gráfico 5-4: Producción de biogás en FO

Realizado por: Aguay Diana, 2017

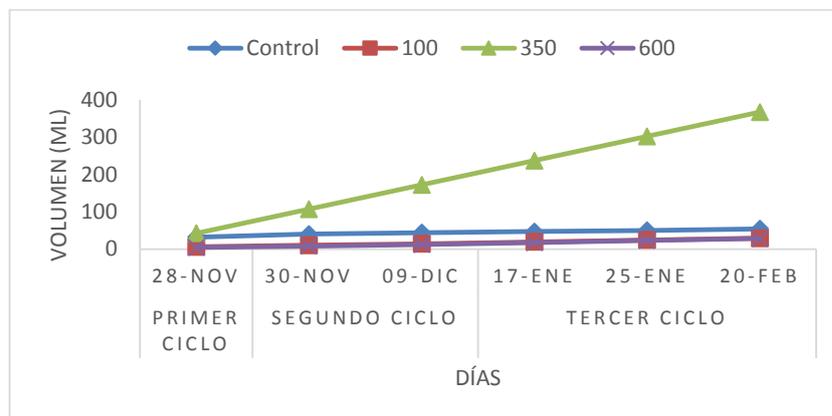


Gráfico 6-4: Producción de biogás acumulado en FO

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se hace referencia a la concentración mediante la utilización del sensor MQ. Se midió la concentración de hidrógeno con respecto a cada ciclo de operación cada uno tiene un comportamiento diferente, el promedio máximo se encontró en la dosis de radiación de 350 Gy con 55.355 ppm (Gráfico 7-4). Las concentraciones más altas obtenida fueron de 100 Gy (141,7960 ppm) > 0 Gy (119,6450 ppm) > 350 Gy (68,4830 ppm) > 600 Gy (36,8570 ppm) durante el intervalo de los diferentes ciclos. En cuanto a la concentración promedio de metano (Gráfico 8-4) existe una mayor concentración de metano en la muestra de control, dando a entender que hubo crecimiento metanogénicas perjudicando la generación de hidrógeno, en cambio las muestras que se sometieron a la radiación gamma la concentración de metano es insignificante.

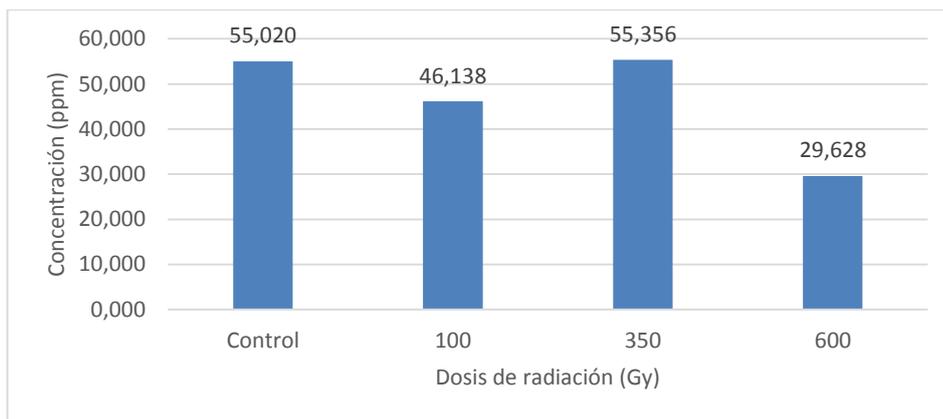


Gráfico 7-4: Concentración promedio de gas hidrógeno en CEM1

Realizado por: Aguay Diana, 2017

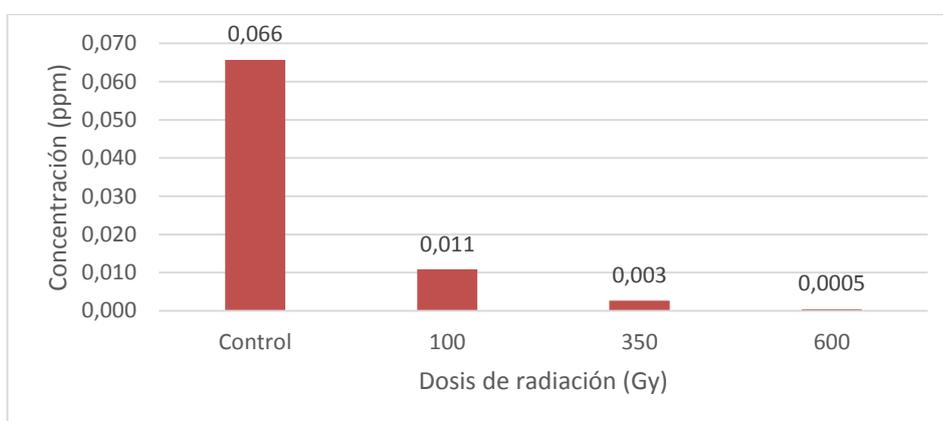


Gráfico 8-4: Concentración promedio de gas metano en CEM1

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se midió la concentración de hidrógeno con respecto a cada ciclo de operación cada uno tiene un comportamiento diferente, el promedio máximo se encontró en la muestra de control con 56,241 ppm (Gráfico 9-4). Las concentraciones más altas obtenida fueron de 600 Gy (71,486 ppm) > 0 Gy (67,654 ppm) > 350 Gy (57,782 ppm) > 100 Gy (46,797 ppm) durante el intervalo de los diferentes ciclos. Existe una mayor concentración promedio de metano (Gráfico 10-4), en la dosis de radiación de 600 Gy, en cambio las muestras restantes la concentración de metano es despreciable en comparación con las de hidrógeno.

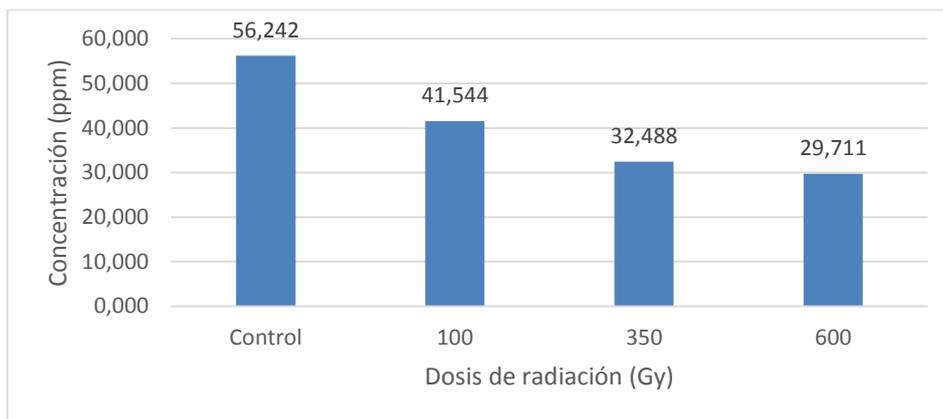


Gráfico 9-4: Concentración promedio de gas hidrógeno en CEM2

Realizado por: Aguay Diana, 2017

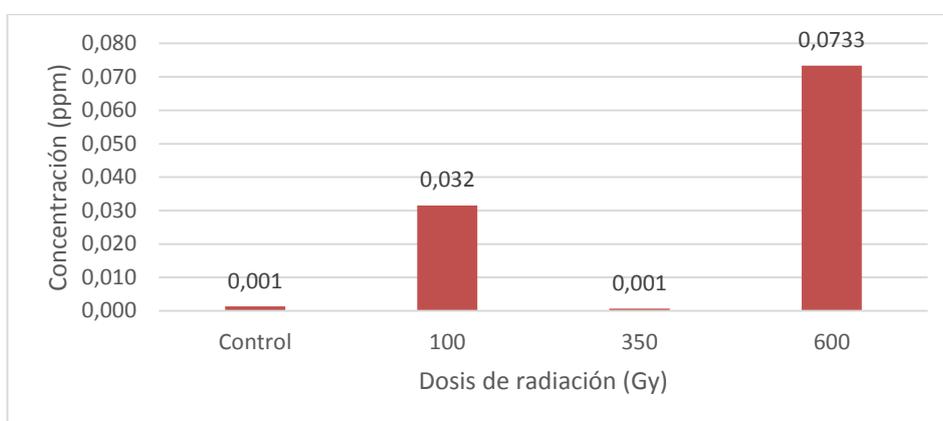


Gráfico 10-4: Concentración promedio de gas metano en CEM2

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se midió la concentración de hidrógeno con respecto a cada ciclo de operación cada uno tiene un comportamiento diferente, el promedio máximo se encontró en la dosis de radiación de 350 Gy con 56,923 ppm (Gráfico 11-4) Las concentraciones más altas obtenida fueron de 350 Gy (80,517 ppm) > 600 Gy (70,645 ppm) > 0 Gy (64,292 ppm) > 100 Gy (62,743 ppm) durante el intervalo de los diferentes ciclos. En referencia a la concentración de metano (Gráfico 12-4) existe una mayor concentración promedio de metano, en la dosis de radiación de 100, en cambio las muestras restantes la concentración de metano es despreciable en comparación con el hidrógeno.

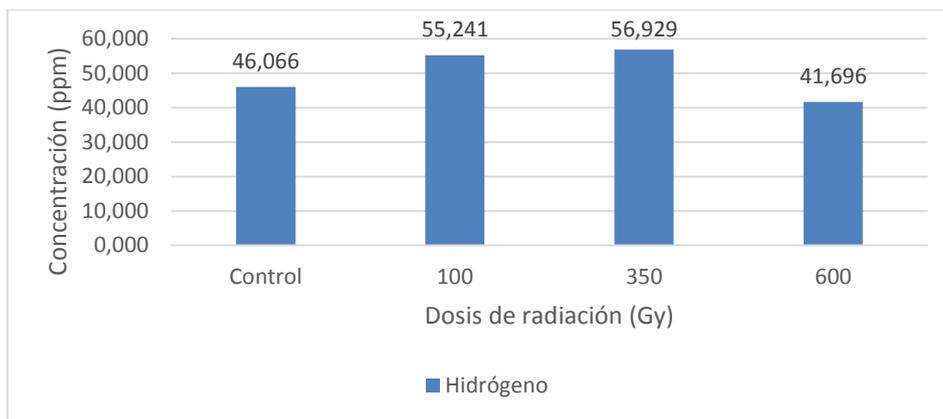


Gráfico 11-4: Concentración promedio de gas hidrógeno en FO

Realizado por: Aguay Diana, 2017

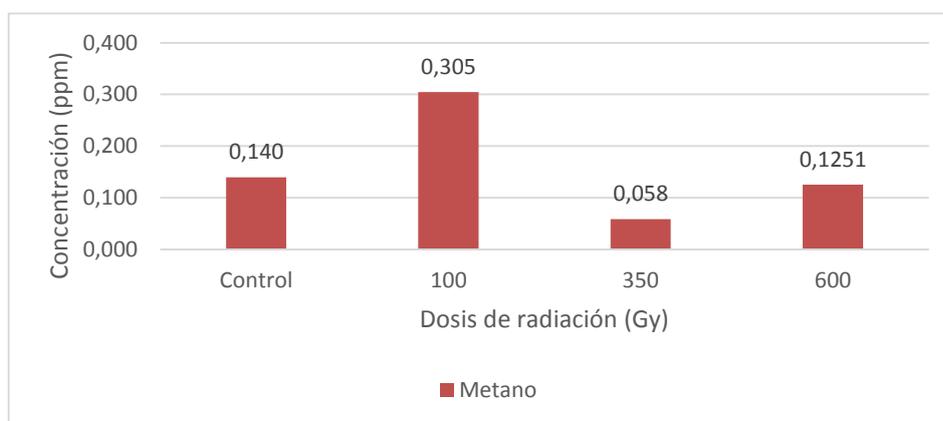


Gráfico 12-4: Concentración promedio de gas metano en FO

Realizado por: Aguay Diana, 2017

4.2 Desintegración de los lodos

La desintegración de los lodos se llevó a cabo mediante un pre-tratamiento de radiación gamma a diferentes dosis de radiación 600 Gy, 350 Gy, 100 Gy y 0 Gy (control). Se presentará a continuación el efecto en la degradación de la materia orgánica, por la dosis absorbida en cada uno de los siguientes 5 parámetros físico-químicos: demanda química de oxígeno (DQO), potencial de hidrógeno (pH), sólidos suspendidos (SS), fósforo total (PT), aceite y grasas (AG).

Las variaciones de la concentración de DQO respecto a la dosis de radiación se muestra en el Gráfico 13-4. Se observa que CEMs tiene una tendencia decreciente en dos de los tres valores, el DQO aumento en CEM1-100 Gy y CEM2-350 Gy, esto podría explicarse por el efecto inducido por la radiación sobre la degradación de moléculas que conducen al aumento del número de sustratos de bajo peso molecular (Guo, 2010b).

En cambio para FO, en los distintos tratamientos a medida que aumenta la dosis de radiación tuvieron una tendencia a disminuir DQO alcanzando el menor valor cuando se aplicó la dosis mayor de radiación de 600 Gy se obtuvo 2530 mg/l. Es decir, presenta una tendencia decreciente con la radiación, lo que indica la oxidación y degradación de algunos contaminantes orgánicos (Wang y Wang , 2007: pp. 2–7).

Estos resultados indican que la dosis de radiación de 600 Gy podría remover los contaminantes presente en los lodos activados en un 57,60% (CEM en promedio) y 71,98% (FO) en comparación con la muestra de control. En comparación de Guo (2010), que encontró que la mayor remoción de DQO en aguas residuales fue de 3 kGy con un 37,87% con respecto a la dosis de control, seguido de la dosis de 5 kGy y 7 kGy con 11,091% y 4,66%, respectivamente.

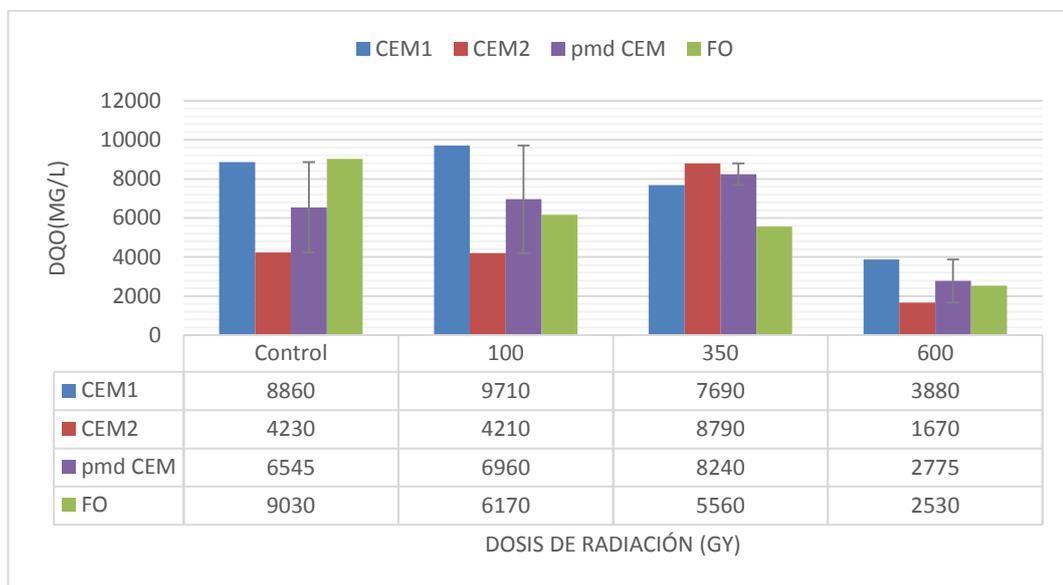


Gráfico 13-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro DQO

Realizado por: Aguay Diana, 2017

El efecto de la dosis utilizada para el pre-tratamiento con la radiación sobre el valor de pH se representa en el Gráfico 14-4. Se puede observar para CEM, el pH de la muestra de control en promedio para CEM fue 7.04, para 100 Gy existe una disminución a 7.02, para 350 Gy y 600 Gy aumenta gradualmente a con tendencia a básico de 7,05, 7,14 para 350 Gy y 600 Gy, respectivamente. En comparación con Yin et al., (2014), el pH tiene diferente tendencia, a 0 kGy fue de 4.5, aumenta la dosis a 0.5 kGy y 5kGy con 4.6 y 5 respectivamente, y disminuye para 10 kGy a 4.9. En cambio para FO, el pH la muestra de control fue de 7.29, a medida que aumenta la dosis de radiación, el pH disminuye gradualmente con tendencia a básico 7.22, 7.15, 7.14 para 100 Gy, 350 Gy, 600 Gy, respectivamente. Según Selambakkannu et al., (2011), el pH fue de 9.6, a medida que aumenta la dosis, el pH de las aguas residuales disminuye gradualmente.

La inducción de radiación aumento el pH existiendo un aumento de concentraciones de iones de hidrógeno H^+ presente en los reactores, al contrario la reducción del pH depende de los cambios en las estructuras de las moléculas de colorantes presente en las aguas residuales. Además, se atribuye a productos oxidantes formados por degradación y esta reacción es inducida por radiación ionizante.

Estos resultados indican que la dosis de radiación de CEM-100 Gy y FO-600 Gy podría disminuir el pH presente en los lodos activados en un 0,354% (CEM en promedio) y 2,05% (FO) en comparación con la muestra de control. En comparación con Selambakkannu et al., (2011), la dosis más alta se registró el pH más bajo en este caso con 100 kGy fue de 7.04 con un 26,66%, con respecto a la dosis de control.

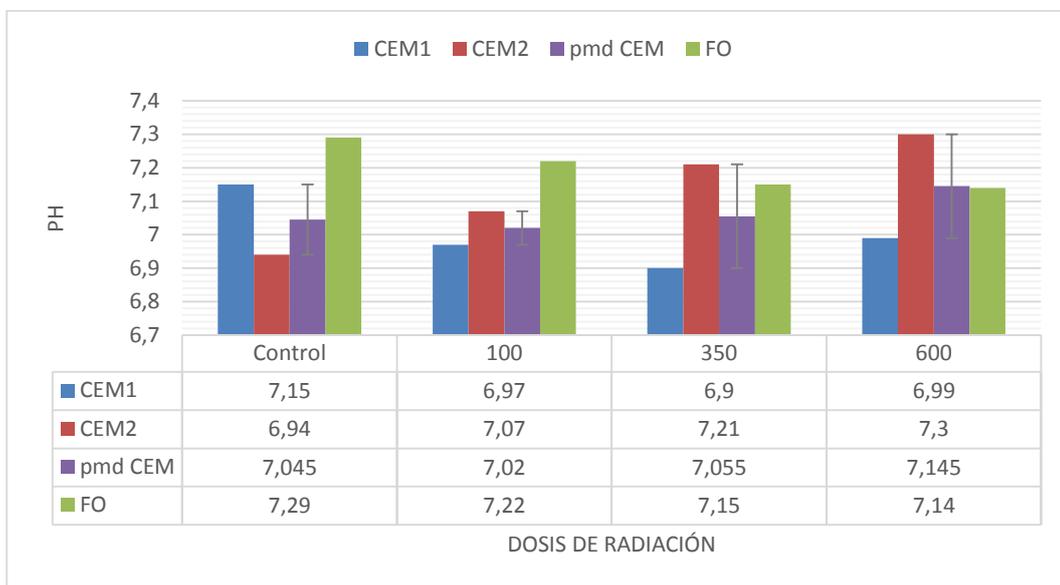


Gráfico 14-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro pH

Realizado por: Aguay Diana, 2017

La variación de cantidad de SS por efecto de la dosis de radiación se muestra en el Gráfico 15-4, para CEM, la muestra control fue de 14700 mg/l en promedio, con irradiación, la máxima remoción se encontró en la dosis de 100 Gy que fue de 3350 mg/l, posteriormente a medida que aumenta la dosis, el SS aumenta gradualmente a 350 Gy y 600 Gy con un valor de 15650 mg/l y 26700 mg/l, respectivamente.

Para FO, para la muestra de control existe una cantidad menor 8000 mg/l en comparación a las demás dosis. A medida que aumenta la dosis de radiación disminuyen SS, a 100 Gy se encontró un aumento considerable de 29800 mg/l. En comparación con Selambakkannu et al., (2011), en la muestra no irradiada de agua textil de la industria fue de 15 mg/l, a medida que aumenta la dosis, los SS disminuye. Los valores de SS en todos los casos son superiores a la muestra sin

irradiar. Los sólidos en suspensión disminuyeron, ya que se convirtieron en precipitados resultantes de la degradación de sustancias orgánicas y materia en suspensión en aguas residuales (Selambakkannu et al., , 2011: pp. 67-73).

Estos resultados indican que la dosis de radiación de CEM-100 Gy podría disminuir el SS presente en los lodos activados en un 77,21% (CEM en promedio) en comparación con la muestra de control. En cambio a la misma dosis de radiación de 100 Gy para fermentación oscura podría aumentar el SS en un 73,154%. En comparación con Selambakkannu et al., (2011), la dosis más alta de 100 kGy se dio los sólidos suspendidos más bajos de 2mg/l.

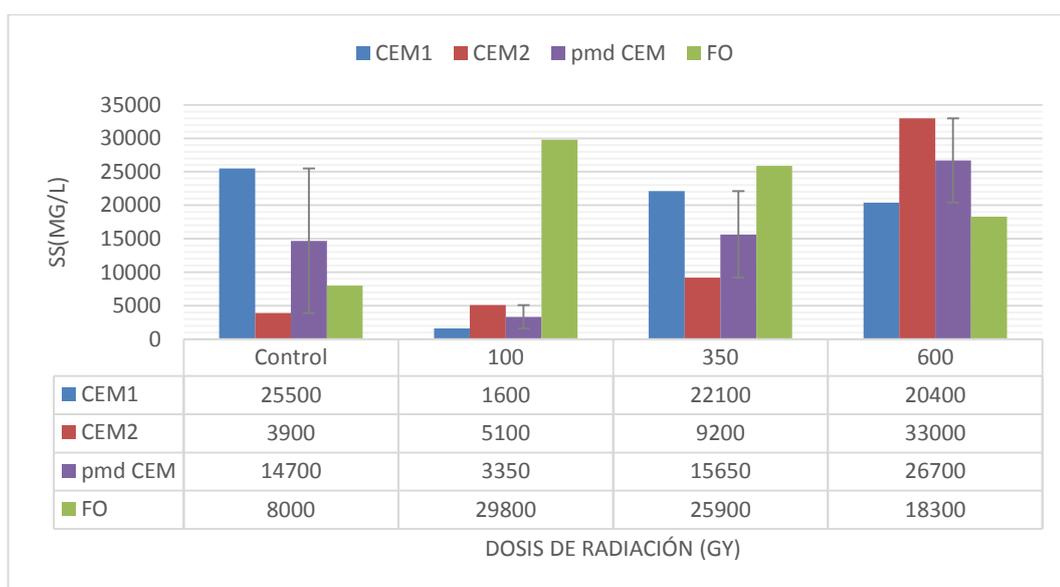


Gráfico 15-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro SS

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Los resultados de PT con el efecto de la dosis de radiación se muestran en el Gráfico 16-4. Para CEM, la muestra control en promedio de las dos CEM fue de 43,5 mg/l, tuvo una disminución en la dosis de 100 Gy (20,5 mg/l), posteriormente aumenta drásticamente a 350 Gy y 600 Gy con un valor de 52,5 mg/l y 77 mg/l, respectivamente. Según Chu, Wang y Wang (2011), constata que la concentración de PT aumentó con el aumento de la dosis de radiación en condiciones neutras. Los valores de PT fueron en todos los casos superiores a la muestra no irradiada. El tratamiento de la irradiación destruyó la estructura de los flóculos promoviendo la liberación de compuestos orgánicos coloidales y solubles en la solución. Para FO, la muestra control fue de 28 mg/l, a 100 Gy hubo un aumento considerable de 105 mg/l, a medida que aumenta la dosis de radiación disminuye progresivamente para las otras dosis de 103 mg/l y 81 mg/ para 350 Gy, y 600 Gy.

Estos resultados indican que la dosis de radiación de CEM-100 Gy podría disminuir el PT presente en los lodos activados en un 52,87% (CEM en promedio) en comparación con la

muestra de control. En cambio a la misma dosis de radiación de 100 Gy para fermentación oscura podría aumentar el PT en un 73,33%.

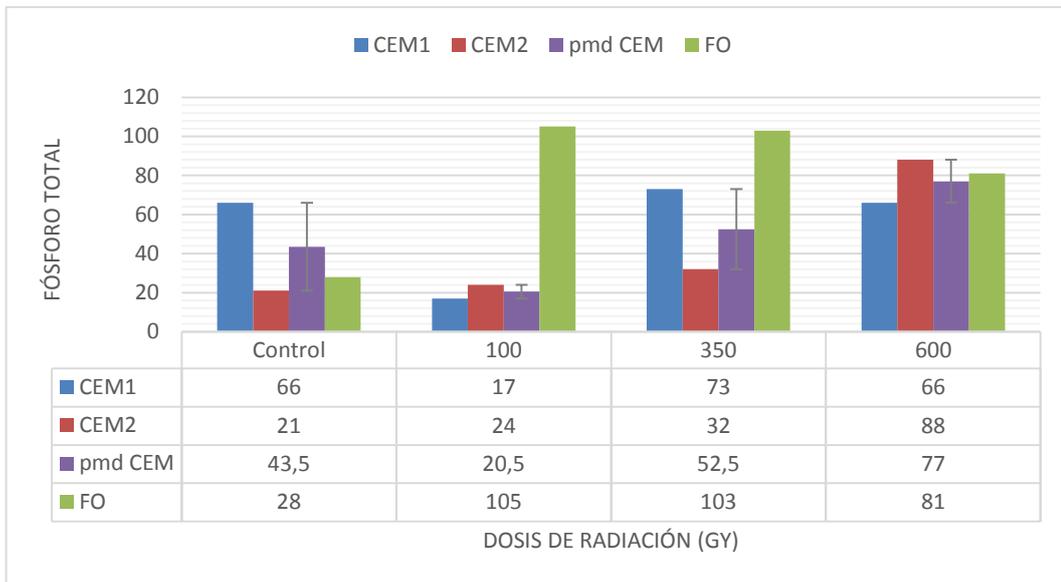


Gráfico 16-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro PT

Realizado por: Aguay Diana, 2017

La variación de AG por efecto de la dosis de radiación se presenta en el Gráfico 17-4, para CEM la muestra control fue de 229mg/l (en promedio de CEM), las muestras sometidas a la irradiación tienen diferentes resultados, tiene una máxima remoción en la dosis de 100 Gy fue del 137 mg/l, posteriormente aumenta lentamente a 350 Gy fue 284 mg/l, y disminuye para 600 Gy a 273 mg/l. En cambio, para FO existe una cantidad menor de la dosis de control en comparación con la dosis de 100 Gy que aumenta de 216 mg/l a 364 mg/l, y disminuyen los AG a medida que aumenta la dosis de radiación a 282 mg/l, 192 mg/l para 350 Gy y 600 Gy, respectivamente.

Los valores de aceite y grasas se componen de largas cadenas de hidrocarburos. La energía de radiación lisó los enlaces de estas cadenas de hidrocarburos convirtiendo estos valores en fragmentos de hidrocarburos más cortos (Mohammed y Firas , 2006: pp. 360-368). Estos resultados indican que la dosis de radiación de CEM-100 Gy podría disminuir el AG presente en los lodos activados en un 40,174% (CEM en promedio) en comparación con la muestra de control. En cambio a la misma dosis de radiación de 100 Gy para fermentación oscura podría aumentar el AG en un 40,659%.

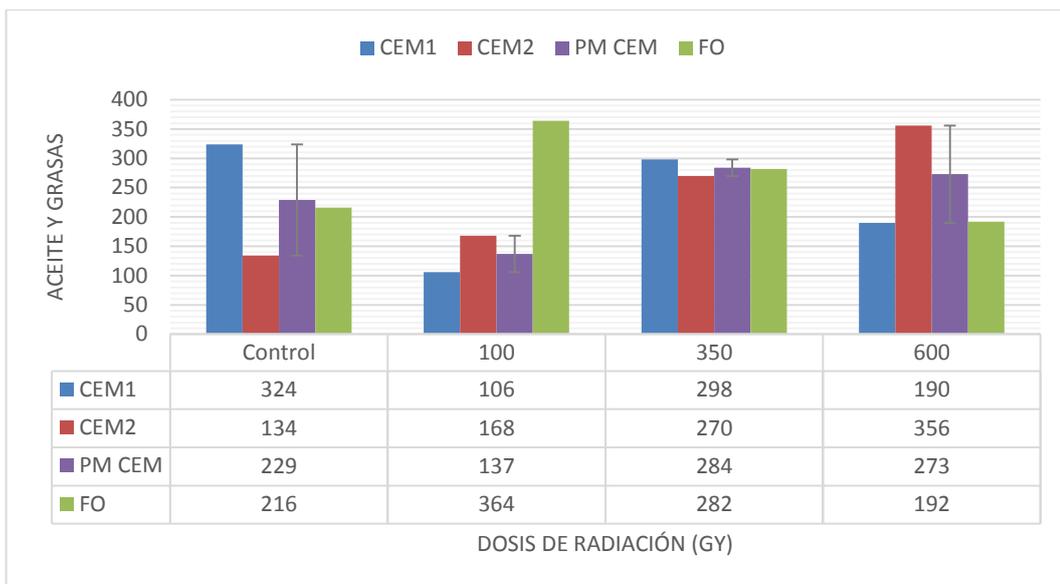


Gráfico 17-4: Efecto de la dosis sobre el parámetro AG

Realizado por: Aguay Diana, 2017

4.3 Prueba de hipótesis

Se tiene las siguientes hipótesis:

H_0 : No existe influencia en la producción de biohidrógeno en las celdas de electrolisis microbiana y de fermentación oscura debido a la radiación gamma.

$$H_0: CEM1 = CEM2 = FO$$

H_1 : Existe influencia en la producción de biohidrógeno en las celdas de electrolisis microbiana y de fermentación oscura debido a la radiación gamma.

$$H_1: CEM1 \neq CEM2 \neq FO$$

Habitualmente, se realiza un *test de normalidad*, para comprobar si los valores de una variable siguen o no la distribución normal. La test de normalidad más utilizados son el test de *Anderson-Darling*, *kolmogorov-Smirnov*, *test de Shapiro- Wilks* (utilizado si $n \leq 50$), *Ryan -Joiner*. (Ver tabla 1-4). Esta prueba evalúa la normalidad calculando la correlación entre los datos y las puntuaciones normales de los datos, si el coeficiente de correlación se encuentra cerca de 1, es probable que la población sea normal. El estadístico de Ryan-Joiner evalúa la fuerza de esta correlación; si se encuentre por debajo del valor crítico apropiado, se rechaza la hipótesis nula de normalidad de la población. Esta prueba es similar a la prueba de normalidad de Shapiro-Wilk. Para la prueba de

normalidad el valor es mayor al nivel de significancia se acepta que los datos siguen una distribución normal ($p > 0,05$ por ejemplo para un nivel de confianza del 95%). Cuando resultan significativos ($p < 0,05$) se rechaza la hipótesis de normalidad, tendremos evidencia de que los datos no siguen una distribución normal.

Tabla 1-4: Prueba de normalidad

	R-J	P-v
CEM1-0 Gy	0,948	>0,100
CEM1-100 Gy	0,981	>0,100
CEM1-350 Gy	0,951	>0,100
CEM1-600 Gy	0,759	<0,010
CEM2-0 Gy	0,856	0,022
CEM2-100 Gy	0,902	0,078
CEM2-350 Gy	0,912	>0,100
CEM2-600 Gy	0,982	>0,100
FO-0 Gy	0,865	0,03
FO-100 Gy	0,923	>0,100
FO-350 Gy	0,88	0,043
FO-600 Gy	0,802	<0,010

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Se realiza la prueba de ANOVA para determinar si al menos un reactor es diferentes a los demás reactores, el nivel de significancia fue de 0,05 teniendo. En la tabla 3-4 se muestra los factores necesarios para realizar la prueba ANOVA, y en la tabla 4-4 nos indica mediante el análisis de varianza la prueba ANOVA. Se concluyó que teniendo que el valor de probabilidad es mayor al nivel de significancia, se acepta H_0 , que nos indica que no hay diferencia significativa entre las muestras de la población.

Tabla 2-4: Resumen de las medianas de los tratamientos

Tratamientos	CEM1	CEM2	FO
0 Gy (1)	55,353	56,242	46,066
100 Gy (2)	46,138	41,544	55,166
350 Gy (3)	55,356	32,488	56,929
600 Gy (4)	29,628	29,711	45,030

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Tabla 3-4: Resumen del análisis de varianza de un factor

<i>Grupos</i>	<i>Cuenta</i>	<i>Suma</i>	<i>Promedio</i>	<i>Varianza</i>
1	3	163,3195	54,4398333	206,306745
2	3	135,729	45,243	140,917147
3	3	154,104	51,368	35,356003
4	3	108,4025	36,1341667	18,9244573

Realizado por: Aguay Diana, 2017

Tabla4-4: Análisis de varianza

<i>Origen de las variaciones</i>	<i>Suma de cuadrados</i>	<i>Grados de libertad</i>	<i>Promedio de los cuadrados</i>	<i>F</i>	<i>Probabilidad</i>	<i>Valor crítico para F</i>
Entre grupos	586,253612	3	195,417871	1,94685681	0,20067877	4,066180551
Dentro de los grupos	803,008705	8	100,376088			
Total	1389,26232	11				

Realizado por: Aguay Diana, 2017

CONCLUSIONES

- Se obtuvo diversas concentraciones de biohidrógeno en función de la dosis de radiación a partir de lodo activado desintegrado con radiación gamma, empleado los reactores de FO y CEM.
- El volumen generado de biogás y la irradiación no fue lineal, de acuerdo a las diferentes dosis de exposición de radiación a los lodos activados, se observó que la dosis con mejor rendimiento para la producción de biohidrógeno fue la de 350 Gy.
- Al comparar las características físico-químicas luego del tratamiento de las muestras expuesta a diferentes dosis de radiación, se observó que aplicando dosis 600 Gy en tratamiento con FO disminuyó casi un 72% de DQO. Por otro lado, para SS, PT, AG la dosis 100 Gy aplicadas en las CEM redujo aproximadamente 77%, 53%, 40%, respectivamente.
- Para la producción de biohidrógeno existieron muchos factores, pero los más relevantes fueron la correcta selección de los electrodos empleados en la CEM, además que fueron sometidas a una temperatura constante, los cuales ayudaron a cumplir el objetivo principal de este trabajo de investigación.
- La radiación gamma puede ser considerado como un método de pre-tratamiento de lodos, por su alta energía y muy alta penetración, al exponer a diferentes dosis de radiación, modificó su estructura molecular, degradó, transformó y destruyó las sustancias orgánicas para la generación de biohidrógeno.

RECOMENDACIONES

- Someter a dosis superiores a las planteadas en este trabajo de investigación a los residuos de lodo activado para investigar el efecto sobre las características físico-químicas, además obtener resultado que aportan a la producción de las mismas.
- Obtener más datos, realizando mediciones continuas de las características físico-químicas con el objetivo de aportar a la calidad y cantidad de la producción de biohidrógeno mediante la utilización de los lodos activados.
- Los sensores MQ fueron eficientes, pero es necesaria la utilización del cromatógrafo de gases para tener una cantidad de biohidrógeno.
- En cuanto a la construcción de las CEM, seleccionar adecuadamente el material de los electrodos, tomando en cuenta su resistencia que eviten la oxidación en contacto con el agua, además de puede ser afectada por el contacto con los gases generados en los reactores. Asegurarse que no haya fugas en todo el sistema de la producción de hidrógeno para no tener pérdidas de gas hidrógeno.
- Utilizar estos resultados de este trabajo de investigación como un trabajo preliminar para futuras investigaciones, cabe recalcar que la inversión es bastante alta, ya que los equipos que emiten este tipo de radiación son costosos, pero los resultados son prometedores

BIBLIOGRAFIA

AGUINAGA, A. "Diseño y construcción de un prototipo de planta dispensadora de hidrógeno doméstica, con electrolizador híbrido, solar y eléctrico". *Revista Politécnica* [en línea], 2009, (Ecuador) 30(1), pp. 10–20. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 1390-0129. Disponible en: <http://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/5533/1/%C3%81lvaro-Aguinaga.pdf>

ALONSO, A; et al. *Interacción de la radiación con la materia* [en línea]. México, 1995. [Consulta: 21 marzo 2017]. Disponible en: http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen2/ciencia3/094/htm/sec_6.htm

AMT SOLAR. *Que es el hidrógeno* [en línea], 2016. [Consulta: 31 enero 2017]. Disponible en: <http://www.amt-solar.com/index.php/es/hidrogeno/que-es-el-hidrogeno>

BEDOYA, A; et al. "Producción biológica de hidrógeno: una aproximación al estado del arte". *Dyna* [en línea], 2008, (Colombia) 75(154), pp.137-157. [Consulta: 15 junio 2016]. ISSN 2346-2183. Disponible en: <http://revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/article/view/1723/11614>

BENNACEUR, K; et al. "El hidrógeno: ¿Un futuro portador energético?". *Oilfield Review* [en línea], 2005, (Estados Unidos), pp. 34-47. [Consulta: 15 diciembre 2016]. Disponible en: https://www.slb.com/~media/Files/resources/oilfield_review/spanish05/sum05/p34_47.pdf

BLANCO LONDOÑO, S. A. y RODRÍGUEZ CH, T. " Producción de biohidrógeno a partir de residuos mediante fermentación oscura: una revisión crítica (1993-2011)". *Ingeniare. Revista chilena de ingeniería* [en línea], 2012, (Chile) 20(3), pp. 398-411. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 0718-3305. Disponible en: <http://www.scielo.cl/pdf/ingeniare/v20n3/art14.pdf>

BORRELY, S; et al. "Radiation processing of sewage and sludge. A review". *Progress in Nuclear Energy* [en línea], 1998, 30(1-2), pp. 3–21. [Consulta: 2 marzo 2016]. ISSN 0149-1970. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0149197097872873>

CALL, D. y LOGAN, B. E. "Hydrogen Production in a Single Chamber Microbial Electrolysis Cell Lacking a Membrane". *Environmental Science & Technology* [en línea], 2008, 42(9), pp. 3401–3406. [Consulta: 21 julio 2016]. ISSN 1520-5851. Disponible en: <http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/es8001822>

CHU, L., WANG, J. y WANG, B. "Effect of gamma irradiation on activities and physicochemical characteristics of sewage sludge". *Biochemical Engineering Journal* [en línea], 2011, 54(1), pp. 34-39. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 1369-703X. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369703X11000180>

CONTRERAS PÉREZ, J. B; et al. "Potencial de algas verdes para la producción fotobiológica de hidrógeno". *Ciencia y Sociedad* [en línea], 2008 (República Dominicana), 33(3), pp. 307-326. [Consulta: 09 julio 2016]. ISSN 0378-7680. Disponible en: <http://www.redalyc.org/pdf/870/87011545001.pdf>

DELGADO CASTRO, A. y ROJAS BOLAÑOS, O. "Construcción de un sistema de bajo costo para el uso y evaluación de sensores semiconductores para gases". *Educación Química* [en línea], 2015, 26(4), pp. 299-306. [Consulta: 25 noviembre 2016]. ISSN 0187-893X. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0187893X15000518>

DEVADOSS AMBETH, K. V. "Human security from death defying gases using an intelligent sensor system". *Sensing and Bio-Sensing Research* [en línea], 2016, 7 , pp. 107–114. [Consulta: 25 noviembre 2016]. ISSN 2214-1804. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221418041630006X>

FENG, Y., YANG, Q., WANG, X. y LOGAN, B. E. "Treatment of carbon fiber brush anodes for improving power generation in air–cathode microbial fuel cells". *Journal of Power Source* [en línea], 2010, 195 (7) , pp. 1841–1844. [Consulta: 04 junio 2016]. ISSN 0378-7753. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378775309018321>

FOUBA *Radiaciones ionizantes* [en línea]. Argentina, 2013. [Consulta: 25 enero 2017]. Disponible en: <http://www.odon.uba.ar/uacad/biofisica/rasclases/clase02>

GOBIERNO AUTÓNOMO DESCENTRALIZADO DE BENÍTEZ *Economía y Ubicación* [en línea]. Ecuador, 2011. [Consulta: 09 julio 2016]. Disponible en: http://www.benitez.gob.ec/index.php?option=com_content&view=article&id=4&Itemid=153

GONZÁLEZ SPRINBERG, G. y RABIN LEMA, C. *Para entender las radiaciones* [en línea]. Uruguay: Dirac, 2011. [Consulta: 25 enero 2017]. Disponible en: http://divnuclear.fisica.edu.uy/libro/Para_entender_las_radiaciones.pdf

GUO, F. "Gamma Radiation Induced Effects on Coking Wastewater Treatment". *IEEE* [en línea], 2010, (China). [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN: 2151-7622. ISBN: 978-1-4244-4713-8. Disponible en: <http://ieeexplore.ieee.org/document/5514902/?reload=true>

GUTIÉRREZ , G., TOCARRUNCHO , J. y CASTELLANOS , D. "Robot multidetector de gases para minería". *Ingenio Magno* [en línea], 2013, (Colombia) 4(1), pp. 87-95. [Consulta: 10 noviembre 2016]. ISSN 2145-9268. Disponible en: <http://revistas.ustatunja.edu.co/index.php/ingeniomagno/article/view/756/673>

GUTIÉRREZ JODRA, L. "El hidrógeno, combustible del futuro". *Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales* [en línea], 2005, (Madrid) 99(1), pp. 49-67. [Consulta: 21 febrero 2017]. ISSN1137-2141. Disponible en: <http://www.rac.es/ficheros/doc/00447.pdf>

HAN, S. K. y SHIN, H. S. "Biohydrogen production by anaerobic fermentation of food waste". *International Journal of Hydrogen Energy* [en línea], 2004, (Corea del Sur) 29 (6), pp. 569 – 577. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 0360-3199. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319903002301>

HANWEI ELECTRONICS. *Technical data MQ-4 gas sensor* [en línea]. [Consulta: 09 noviembre 2016]. Disponible en: <https://www.sparkfun.com/datasheets/Sensors/Biometric/MQ-4.pdf>

HANWEI ELECTRONICS. *Technical data MQ-8 gas sensor.* [en línea]. [Consulta: 09 noviembre 2016]. Disponible en: <https://dlmnh9ip6v2uc.cloudfront.net/datasheets/Sensors/Biometric/MQ-8.pdf>

HOU, Y; et al. "Improved Hydrogen Production in the Microbial Electrolysis Cell by Inhibiting Methanogenesis Using Ultraviolet Irradiation". *Environmental Science & Technology* [en línea], 2004, (China) 48(17), pp. 10482–10488. [Consulta: 27 junio 2016]. ISSN 1520-5851. Disponible en: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/es501202e>

ININ *Catálisis inducida por radiaciones* [en línea]. México, 2010. [Consulta: 13 octubre 2016]. Disponible en: <http://www.inin.gob.mx/documentos/publicaciones/contridelinin/Cap%C3%ADtulo%2017.pdf>

JASEENA, K. A. y SOSAMONY, K. J. "Practical Aspects of Hydrogen Production by Dark Fermentation – A Review". *Engineering Science and Technology: An International Journal* [en línea], 2016, (India) 6(3), pp. 28-37. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 2215-0986. Disponible en: <http://www.estij.org/papers/vol6no32016/7vol6no3.pdf>

KADIER, A; et al. "A comprehensive review of microbial electrolysis cells (MEC) reactor designs and configurations for sustainable hydrogen gas production". *Alexandria Engineering Journal* [en línea], 2016, 55(1), pp. 427-443. [Consulta: 10 junio 2016]. ISSN 1110-0168. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1110016815001635>

KADIER, A; et al. "A review of the substrates used in microbial electrolysis cells (MECs for producing sustainable and clean hydrogen gas". *Renewable Energy* [en línea], 2014, 71, pp. 466-472. [Consulta: 10 junio 2016]. ISSN 0960-1481. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960148114003139>

KADIER, A., SIMAYI, Y., LOGROÑO, W. y KALIL, M. S. The significance of key operational variables to the enhancement of hydrogen production in a single-chamber microbial electrolysis cell (MEC). *Iranian Journal of Hydrogen and Fuel Cell* [en línea], 2015, 2, pp. 85-97. [Consulta: 10 junio 2016]. ISSN 2383-1618. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/287829187_The_significance_of_key_operational_variables_to_the_enhancement_of_hydrogen_production_in_a_single-chamber_microbial_electrolysis_cell_MEC

KALRA, V., BAWEJA, C., SIMMARPREE, D. y CHOPRA, S. "Influence of Temperature and Humidity on the Output Resistance Ratio of the MQ-135 Sensor." *International Journal of Advanced Research in Computer Science and Software Engineering* [en línea], 2016, 6(4), pp. 423-429. [Consulta: 12 noviembre 2016]. ISSN 2277-6451, 2277 128X. Disponible en: https://www.ijarcsse.com/docs/papers/Volume_6/4_April2016/V6I4-0130.pdf

KARAPINAR KAPDAN, I. y KARGI, F. "Bio-hydrogen production from waste materials". *Enzyme and Microbial Technology* [en línea], 2006, 38(5), pp. 569–582. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 0141-0229. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141022905005053>

KUNDU, A., SAHU, J. N., REDZWAN, G. y HASHIM, M. A. "An overview of cathode material and catalysts suitable for generating hydrogen in microbial electrolysis cell". *International journal of hydrogen energy* [en línea], 2013, 38(4), pp. 1745-1757. [Consulta: 21 marzo 2016]. ISSN 0360-3199. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319912024779>

LA HORA. *Producción amigable, reto para texileros* [en línea]. Ecuador, 2013. [Consulta: 07 enero 2017]. Disponible en: <https://lahora.com.ec/noticia/1101490371/produccion3b3n-amigable-reto-para-texileros>

LAVALE, D., SHAH, M., RAWAT, K. y GEORGE, J. *Sewage sludge irradiators* [en línea]. India, pp. 289-301. [Consulta: 22 febrero 2017]. Disponible en: http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/_Public/29/050/29050429.pdf

LEE, M., PARK, C. y HYUN, T. "Gamma ray irradiation for sludge solubilization and biological nitrogen removal". *Radiation Physics and Chemistry* [en línea], 2011, (República de Corea) 80(12), pp. 1386–1390. [Consulta: 26 junio 2016]. ISSN 1879-0895,1879-0895,0969-806X Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0969806X11002313>

LOGAN, B. E. *Check out the MFC-cam, our on-line demonstration of an MFC!* [en línea]. Estados Unidos, 2008. [Consulta: 10 agosto 2016]. Disponible en: https://www.engr.psu.edu/ce/enve/logan/bioenergy/research_mfc.htm

LOGAN, B. E; et al. "Microbial Electrolysis Cells for High Yield Hydrogen Gas Production from Organic Matter". *Environmental Science y Technology* [en línea], 2008, 42(23), pp. 8630-8640. [Consulta: 24 agosto 2016]. ISSN 0013-936X. Disponible en: <http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/es801553z>

MISKON, A; et al. 2016. "Feasibility Studies of Vortex Flow Impact On the Proliferation of Algae in Hydrogen Production". *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [en línea], 2016, (Malasia) 160, pp. 1-8. [Consulta: 14 noviembre 2016]. ISSN 1757-899X. Disponible en: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/160/1/012092>

MOHAMMED , Y. y FIRAS , R., 2006. "Use of Ionizing Radiation Technology for Treating Municipal Wastewater". *International Journal of Environmental Research and Public Health* [en línea], 2006, 3(4), pp. 360-368. [Consulta: 10 febrero 2017]. ISSN 1660-4601. Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/17159279>

NATH, K. y DAS, D. "Improvement of fermentative hydrogen production: various approaches". *Applied Microbiology and Biotechnolog* [en línea], 2004, 65(5), pp. 520–529. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 1432-0614. Disponible en: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15378294>

NAYLAMP MECHATRONICS. *Tutorial sensores de gas MQ2, MQ3, MQ7 y MQ135* [blog], 2015. [Consulta: 01 noviembre 2016]. Disponible en: http://www.naylampmechatronics.com/blog/42_Tutorial-sensores-de-gas-MQ2-MQ3-MQ7-y-MQ13.html

PALACIOS, J., FALCÓN, N. y MUÑOZ, E. "Design, construction and automation of sensors for monitoring greenhouse gases in the lower troposphere". *Ingenius* [en línea], 2015, 14: pp. 21-29. [Consulta: 30 septiembre 2016]. ISSN 1390-650X. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/289281353_Design_construction_and_automation_of_sensors_for_monitoring_greenhouse_gases_in_the_lower_troposphere

PASCUAL BENÉS, A. y GADEA CARRERA, E. *NTP 304: Radiaciones ionizantes: normas de protección* [en línea]. España: 2000. [Consulta: 25 marzo 2017]. Disponible en: http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/NTP/Ficheros/601a700/ntp_614.pdf

RANGEL URREA, W. *Aplicación de la irradiación gamma* [en línea]. México. [Consulta: 02 junio 2016]. Disponible en: <http://inin.gob.mx/publicaciones/documentospdf/Aplicacion%20de%20la%20irradiacion.pdf>

RUIZ LÓPEZ, V. y BUITRÓN MÉNDEZ, G.. "Producción de biohidrógeno por medio de celdas de electrólisis microbiana usando una mezcla de ácidos acético y propiónico". *Gaceta* [en línea], 2013, (México) 91, p. 4. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 0213-9111. Disponible en: <https://studylib.es/doc/8345005/gaceta-junio-julio-2013---instituto-de-ingenier%C3%ADa--unam>

SCAN. *Manual de operación y en Caso de Emergencia del LSCD.* Ecuador, 2013. [Consulta: 10 junio 2016]. Disponible en: <http://www.energia.gob.ec/subsecretaria-de-control-y-aplicaciones-nucleares/>

SELAMBAKKANNU; et al. "Effect of gamma and electron beam irradiation on textile waste water". *Jurnal Sains Nuklear Malaysia* [en línea], 2011, 23(2), pp. 67-73. [Consulta: 31 enero 2017]. ISSN 2232-0946. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/267406754_EFFECT_OF_GAMMA_AND_ELECTRON_BEAM_IRRADIATION_ON_TEXTILE_WASTE_WATER

WANG , J. y WANG , J. "Application of radiation technology to sewage sludge processing: A review". *Journal of Hazardous Materials* [en línea], 2007, (China) 43 (1-2), p. 2-7. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 0304-3894. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0304389407000830>

WEN HAY, J. X., WU, T. Y., JOON CHING, J. y JAHIM, J. M. "Biohydrogen production through photo fermentation or dark fermentation using waste as a substrate: Overview, economics, and substrate: Overview, economics, and future prospects of hydrogen usage". *Biofuels, Bioproducts and Biorefining* [en línea], 2013, 7(3), pp. 334-352. [Consulta: 02 junio 2016]. ISSN 1932-1031. Disponible en: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/bbb.1403/abstract>

XIE, S. et al. "Effects of acid/alkaline pretreatment and gamma-ray irradiation on extracellular polymeric substances from sewage sludge". *Radiation Physics and Chemistry* [en línea], 2014, 97, pp. 349-353. [Consulta: 10 julio 2016]. ISSN 0969-806X. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0969806X13004635>

YIN, Y., HU, J. y WANG, J. "Enriching hydrogen-producing bacteria from digested sludge by different pretreatment methods". *International journal of hydrogen energy* [en línea], 2014, 39(25), pp. 1-7. [Consulta: 05 junio 2016]. ISSN 0360-3199. Disponible en:

YIN, Y., HU, J. y WANG, J. "Gamma irradiation as a pretreatment method for enriching hydrogen-producing bacteria from digested sludge". *International journal of Hydrogen Energy* [en línea] ,2014, 39(25), pp. 1-7. [Consulta: 30 junio 2016]. ISSN 0360-3199. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319914002250>

YIN, Y. y WANG, J. "Biohydrogen production using waste activated sludge disintegrated by gamma irradiation". *Applied Energy* [en línea], 2015, 155, p. 434–439. [Consulta: 25 junio 2016]. ISSN 0306-2619. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0306261915007382>

YOSSAN, S., XIAO, L., PRASERTSAN, P. y HE, Z. "Hydrogen production in microbial electrolysis cells: Choice of catholyte". *International journal of hydrogen energy* [en línea], 2013, 38(23), pp. 9619-9624. [Consulta: 15 junio 2016]. ISSN 0360-3199. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319913012901>

ZHANG, Y., MERRILL, M. D. y LOGAN, B. E., 2010. "The use and optimization of stainless steel mesh cathodes in microbial electrolysis cells". *International journal of hydrogen energ* [en línea], 2010, (Estados Unidos) 35(21), pp. 12020-12028. [Consulta: 02 marzo 2016]. ISSN 0360-3199. Disponible en: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360319910017039>

ANEXOS

Anexo A: Certificación de irradiación de las muestras de los lodos activados



Ministerio
de Electricidad
y Energía Renovable

Oficio Nro. MEER-DANCT-2016-0218-OF

Quito, D.M., 04 de agosto de 2016

Asunto: Irradiación de muestras

Señorita
Diana Carolina Aguay Saquicaray
ESPOCH
En su Despacho

De mi consideración:

En respuesta al documento ingresado a nuestro archivo con número de trámite MEER-UDA-2016-3940-EX, donde solicita se realice la irradiación de 3 muestras de lodo en la dosis que a continuación se detallan:

Material	# Muestras	Dosis (Gy)
Lodo activado	1	600
Lodo activado	1	350
Lodo activado	1	100

Debo indicar que las muestras fueron irradiadas en el Laboratorio de Calibraciones Dosimétricas según lo solicitado. Adjunto al presente, sírvase encontrar el certificado de irradiación.

Finalmente, me permito informar que tenemos mucho interés en evaluar la satisfacción del cliente con el servicio prestado, razón por la cual solicito muy comedidamente se digne disponer llenar la encuesta que se adjunta de manera física en el informe y remitírnosla de acuerdo a lo señalado al final de ese documento.

Con sentimientos de distinguida consideración.

Atentamente,

Documento firmado electrónicamente

Ing. Jorge Hernán Bastidas Pazmiño
DIRECTOR DE APLICACIONES NUCLEARES Y COOPERACIÓN TÉCNICA

Referencias:
- MEER-UDA-2016-3940-EX

Anexos:
- Certificado

Copia:
Señor Ingeniero
Enrique David Arévalo Barragabn
Técnico de Aplicaciones Nucleares y Cooperación Técnica

cmcr



Ministerio de Electricidad
y Energía Renovable

SUBSECRETARÍA DE CONTROL Y APLICACIONES
NUCLEARES



Gobierno Nacional
de la República
del Ecuador

LABORATORIO SECUNDARIO DE CALIBRACIONES DOSIMÉTRICAS

CERTIFICADO DE IRRADIACIÓN DE MUESTRAS

El Laboratorio de Patrones Secundarios certifica que realizó la Irradiación de 3 muestras, pertenecientes a DIANA AGUAY, con la descripción detallada a continuación.

Cliente: DIANA AGUAY
RUC: 1792029368001
Contacto: Diana Aguay
Nº De Servicio 589-2015

La muestras fueron recibidas, irradiadas y entregadas a Diana Aguay

DETALLE DE LA IRRADIACIÓN:

Equipo Irradiador: JLSHEPARD MODEL 109 COBALTO-60

Fecha de Irradiación:		2016-08-02		Tasa de Dosis:		4,55 Gy/min	
Código	Tipo de muestra	Dosis Irradiada [Gy]	Tiempo de irradiación [min dec]	Número de Muestras	Observaciones		
s/n	Lodo activado	600,00	131,93	1,00	Muestras contenida en funda plástica.		
s/n	Lodo activado	350,00	76,96	1,00	Muestras contenida en funda plástica.		
s/n	Lodo activado	100,00	21,99	1,00	Muestras contenida en funda plástica.		
Total de muestras irradiadas:			3				

El Laboratorio de Patrones Secundarios certifica además que las muestras han sido Irradiadas bajo las normas y procedimientos establecidos por el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA).

Irradiado por:



Dr. Carlos Chérrez

Responsable LPS:



Ing. Enrique Arévalo

Fecha emisión:

2016-08-02

TECHNICAL DATA

MQ-8 GAS SENSOR

FEATURES

- * High sensitivity to Hydrogen (H₂)
- * Small sensitivity to alcohol, LPG,cooking fumes
- * Stable and long life

APPLICATION

They are used in gas leakage detecting equipments in family and industry, are suitable for detecting of Hydrogen (H₂), avoid the noise of alcohol and cooking fumes, LPG,CO.

SPECIFICATIONS

A. Standard work condition

Symbol	Parameter name	Technical condition	Remarks
V _C	Circuit voltage	5V±0.1	AC OR DC
V _H	Heating voltage	5V±0.1	ACOR DC
P _L	Load resistance	10K Ω	
R _H	Heater resistance	31 ± 5%	Room Tem
P _H	Heating consumption	less than800mW	

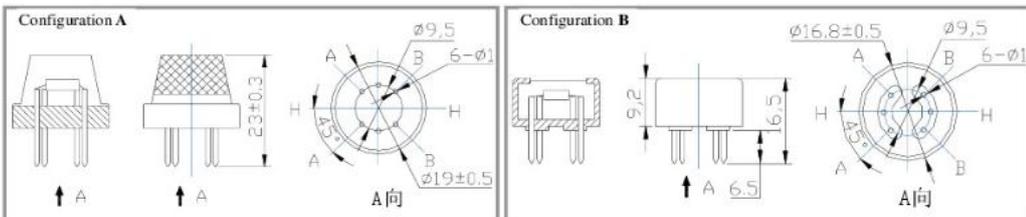
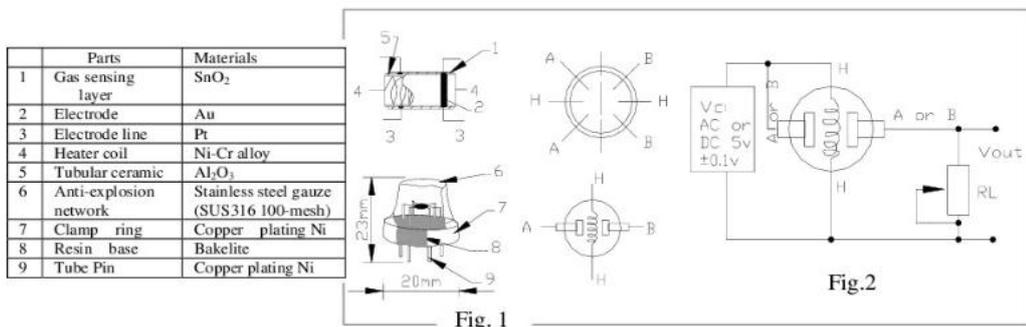
B. Environment condition

Symbol	Parameter name	Technical condition	Remarks
Tao	Using Tem	-10°C-50°C	
Tas	Storage Tem	-20°C-70°C	
R _H	Related humidity	less than 95%Rh	
O ₂	Oxygen concentration	21%(standard condition)Oxygen concentration can affect sensitivity	minimum value is over 2%

C. Sensitivity characteristic

Symbol	Parameter name	Technical parameter	Remark 2
R _s	Sensing Resistance	10K Ω - 60K Ω (1000ppm H ₂)	Detecting concentration scope: 100-10000ppm Hydrogen (H ₂)
α (1000ppm/ 500ppmH ₂)	Concentration slope rate	≤0.6	
Standard detecting condition	Temp: 20°C ± 2°C Humidity: 65%±5%	V _c :5V±0.1 V _h : 5V±0.1	
Preheat time	Over 24 hour		

D. Structure and configuration, basic measuring circuit



Structure and configuration of MQ-8 gas sensor is shown as Fig. 1 (Configuration A or B), sensor composed by micro Al_2O_3 ceramic tube, Tin Dioxide (SnO_2) sensitive layer, measuring electrode and heater are fixed into a crust made by plastic and stainless steel net. The heater provides necessary work conditions for work of sensitive components. The enveloped MQ-8 have 6 pin ,4 of them are used to fetch signals, and other 2 are used for providing heating current.

Electric parameter measurement circuit is shown as Fig.2
 E. Sensitivity characteristic curve

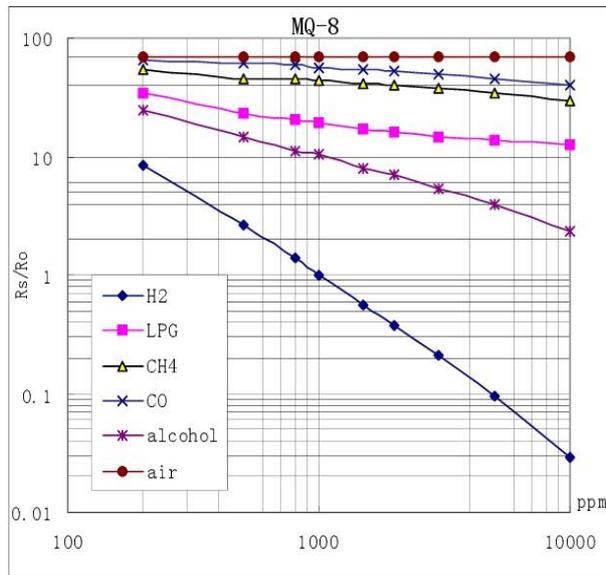


Fig.3 is shows the typical sensitivity characteristics of the MQ-8 for several gases. in their: Temp: 20℃, Humidity: 65%, O_2 concentration 21% $R_L=10k\ \Omega$
 Ro: sensor resistance at 1000ppm H_2 in the clean air.
 Rs:sensor resistance at various concentrations of gases.

Fig.2 sensitivity characteristics of the MQ-8

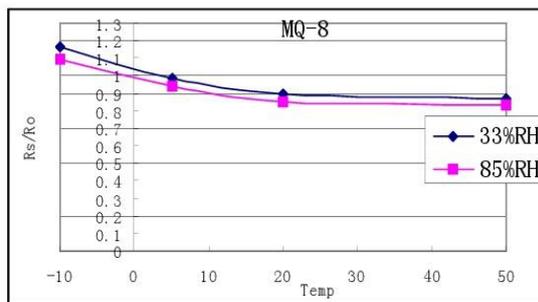


Fig.4 is shows the typical dependence of the MQ-8 on temperature and humidity. Ro: sensor resistance at 1000ppm of H_2 in air at 33%RH and 20 degree.
 Rs: sensor resistance at 1000ppm of H_2 in air at different temperatures and humidities.

SENSITIVITY ADJUSTMENT

Resistance value of MQ-8 is difference to various kinds and various concentration gases. So, When using this components, sensitivity adjustment is very necessary. we recommend that you calibrate the detector for 1000ppm H_2 concentration in air and use value of Load resistance (R_L) about $10\ K\ \Omega$ ($5K\ \Omega$ to $33\ K\ \Omega$).

When accurately measuring, the proper alarm point for the gas detector should be determined after considering the temperature and humidity influence.

TECHNICAL DATA

MQ-4 GAS SENSOR

FEATURES

- * High sensitivity to CH₄, Natural gas.
- * Small sensitivity to alcohol, smoke.
- * Fast response . * Stable and long life * Simple drive circuit

APPLICATION

They are used in gas leakage detecting equipments in family and industry, are suitable for detecting of CH₄, Natural gas, LNG, avoid the noise of alcohol and cooking fumes and cigarette smoke.

SPECIFICATIONS

A. Standard work condition

Symbol	Parameter name	Technical condition	Remarks
V _c	Circuit voltage	5V±0.1	AC OR DC
V _H	Heating voltage	5V±0.1	AC OR DC
P _L	Load resistance	20K Ω	
R _H	Heater resistance	33 Ω ±5%	Room Tem
P _H	Heating consumption	less than 750mw	

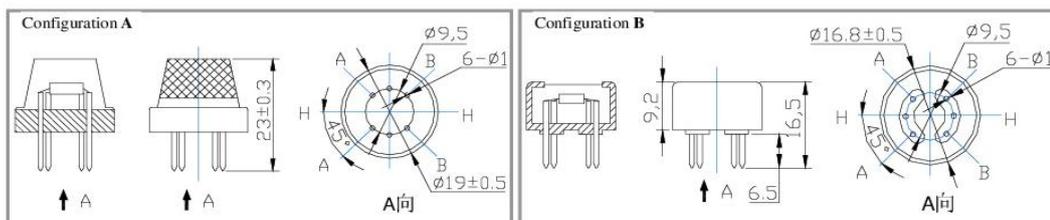
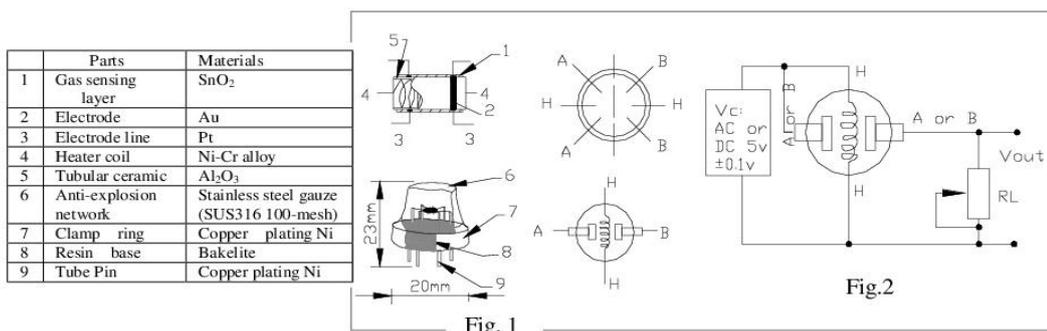
B. Environment condition

Symbol	Parameter name	Technical condition	Remarks
Tao	Using Tem	-10℃-50℃	
Tas	Storage Tem	-20℃-70℃	
R _H	Related humidity	less than 95%Rh	
O ₂	Oxygen concentration	21%(standard condition)Oxygen concentration can affect sensitivity	minimum value is over 2%

C. Sensitivity characteristic

Symbol	Parameter name	Technical parameter	Remark 2
R _s	Sensing Resistance	10K Ω - 60K Ω (1000ppm CH ₄)	Detecting concentration scope: 200-10000ppm CH ₄ , natural gas
α (1000ppm/5000ppm CH ₄)	Concentration slope rate	≤0.6	
Standard detecting condition	Temp: 20℃ ±2℃ Humidity: 65%±5%	V _c :5V±0.1 V _H : 5V±0.1	
Preheat time	Over 24 hour		

D. Structure and configuration, basic measuring circuit



Structure and configuration of MQ-4 gas sensor is shown as Fig. 1 (Configuration A or B), sensor composed by micro Al_2O_3 ceramic tube, Tin Dioxide (SnO_2) sensitive layer, measuring electrode and heater are fixed into a crust made by plastic and stainless steel net. The heater provides necessary work conditions for work of sensitive components. The enveloped MQ-4 have 6 pin ,4 of them are used to fetch signals, and other 2 are used for providing heating current.

Electric parameter measurement circuit is shown as Fig.2
 E. Sensitivity characteristic curve

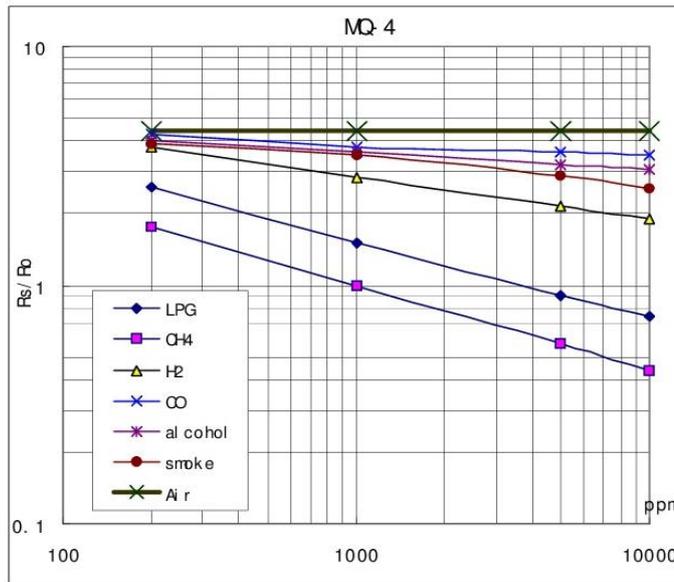


Fig.2 sensitivity characteristics of the MQ-4

Fig.3 is shows the typical sensitivity characteristics of the MQ-4 for several gases.

in their: Temp: 20°C,
 Humidity: 65%,
 O_2 concentration 21%
 $R_L=20k \Omega$

R_0 : sensor resistance at 1000ppm of CH_4 in the clean air.
 R_s :sensor resistance at various concentrations of gases.

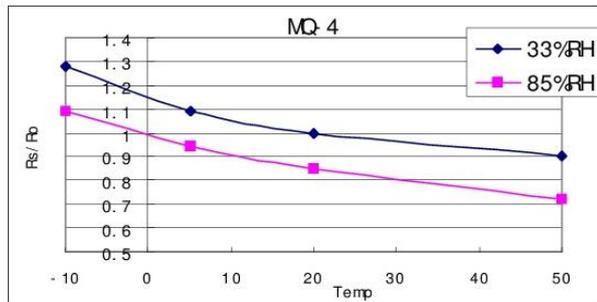


Fig.4 is shows the typical dependence of the MQ-4 on temperature and humidity.

R_0 : sensor resistance at 1000ppm of CH_4 in air at 33%RH and 20 degree.

R_s : sensor resistance at 1000ppm of CH_4 in air at different temperatures and humidities.

SENSITIVITY ADJUSTMENT

Resistance value of MQ-4 is difference to various kinds and various concentration gases. So,When using this components, sensitivity adjustment is very necessary. we recommend that you calibrate the detector for 5000ppm of CH_4 concentration in air and use value of Load resistance (R_L) about $20K \Omega$ ($10K \Omega$ to $47K \Omega$).

When accurately measuring, the proper alarm point for the gas detector should be determined after considering the temperature and humidity influence.

Anexo D: Informe de análisis de la muestra inicial de lodos activados conjuntamente con el agua residual



LABORATORIO DE SERVICIOS AMBIENTALES



Nº SE: 045-17

INFORME DE ANALISIS

NOMBRE: Benito Mendoza T., Ph.D. **INFORME Nº** 045- 17
EMPRESA: Proyecto de Investigación **Nº SE:** 045-17
DIRECCIÓN: Av. Antonio José de Sucre Km 1 ½ vía a Guano **FECHA DE RECEPCIÓN:** 22 - 03 -17
TELÉFONO: **FECHA DE INFORME:** 24 - 03 - 17
NÚMERO DE MUESTRAS: 1, Agua Residual, Industria Textil **TIPO DE MUESTRA:**
IDENTIFICACIÓN: MA - 113-17 Muestra Inicial Agua

El laboratorio se responsabiliza solo del análisis, no de las muestras.

RESULTADO DE ANÁLISIS

MA - 113-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	1770	N/A	22 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	6,36	+/- 0,08	22 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	18600	N/A	22 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	350	N/A	22 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	382	N/A	22 - 03 -17

MÉTODOS UTILIZADOS: Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales APHA, AWWA, WPCF, STANDARD METHODS 21ª EDICIÓN y métodos HACH adaptados del STANDARD METHODS 21ª EDICIÓN.

RESPONSABLES DEL ANÁLISIS:

Dr. Juan Carlos Lara


Dr. Juan Carlos Lara R.
TÉCNICO L.S.A.

- Los resultados de este informe corresponden únicamente a la(s) muestra(s) analizada(s).
- Los ensayos marcados con (*) no se encuentran dentro del alcance de acreditación del SAE.
- Se prohíbe la reproducción parcial de este informe sin la autorización del laboratorio.

FMC2101-01

Anexo E: Informe de análisis de la muestra final de lodos activados conjuntamente con el agua residual



LABORATORIO DE SERVICIOS AMBIENTALES



N° SE: 028-17

INFORME DE ANALISIS

NOMBRE: Benito Mendoza T., Ph.D. **INFORME N°** 028- 17
EMPRESA: Proyecto de Investigación **N° SE:** 028-17
DIRECCIÓN: Av. Antonio José de Sucre Km 1 ½ vía a Guano **FECHA DE RECEPCIÓN:** 02 - 03 -17
TELÉFONO: **FECHA DE INFORME:** 10 - 03- 17
NÚMERO DE MUESTRAS: 12, Agua Residual, Industria Textil **TIPO DE MUESTRA:** Agua
IDENTIFICACIÓN:

MA - 057-17	MEC1	0GY
MA - 058-17	MEC1	100GY
MA - 059-17	MEC1	350GY
MA - 060-17	MEC1	600GY
MA - 061-17	MEC2	0GY
MA - 062-17	MEC2	100GY
MA - 063-17	MEC2	350GY
MA - 064-17	MEC2	600GY
MA - 065-17	F0	0GY
MA - 066-17	F0	100GY
MA - 067-17	F0	350GY
MA - 068-17	F0	600GY

El laboratorio se responsabiliza solo del análisis, no de las muestras.

RESULTADO DE ANÁLISIS

MA - 057-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	8860	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,15	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	25500	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	66	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	324	N/A	02 - 03 -17

MA - 058-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	9710	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	6,97	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	1600	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	17	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	106	N/A	02 - 03 -17

-Los resultados de este informe corresponden únicamente a la(s) muestra(s) analizada(s).
 - Los ensayos marcados con (*) no se encuentran dentro del alcance de acreditación del SAE.
 -Se prohíbe la reproducción parcial de este informe sin la autorización del laboratorio.





LABORATORIO DE SERVICIOS AMBIENTALES



N° SE: 028-17

MA - 059-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	7690	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	6,90	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	22100	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	73	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	298	N/A	02 - 03 -17

MA - 060-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	3880	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	6,99	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	20400	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	66	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	190	N/A	02 - 03 -17

MA - 061-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	4230	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	6,94	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	3900	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	21	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	134	N/A	02 - 03 -17

MA - 062-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	4210	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,07	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	5100	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	24	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	168	N/A	02 - 03 -17

-Los resultados de este informe corresponden únicamente a la(s) muestra(s) analizada(s).
- Los ensayos marcados con (*) no se encuentran dentro del alcance de acreditación del SAE.
-Se prohíbe la reproducción parcial de este informe sin la autorización del laboratorio.





LABORATORIO DE SERVICIOS AMBIENTALES



N° SE: 028-17

MA – 063-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	8790	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,21	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	9200	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	32	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	270	N/A	02 - 03 -17

MA – 064-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	1670	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,30	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	33000	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	88	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	356	N/A	02 - 03 -17

MA – 065-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	9030	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,29	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	8000	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	28	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	216	N/A	02 - 03 -17

MA – 066-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	6170	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,22	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	29800	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	105	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	364	N/A	02 - 03 -17

-Los resultados de este informe corresponden únicamente a la(s) muestra(s) analizada(s).
- Los ensayos marcados con (*) no se encuentran dentro del alcance de acreditación del SAE.
-Se prohíbe la reproducción parcial de este informe sin la autorización del laboratorio.





LABORATORIO DE SERVICIOS AMBIENTALES



N° SE: 028-17

MA – 067-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	5560	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,15	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	25900	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	103	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	282	N/A	02 - 03 -17

MA – 068-17

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO/PROCEDIMIENTO	RESULTADO	U(K=2)	FECHA DE ANÁLISIS
DQO	mg/l	STANDARD METHODS 5220 - D mod	2530	N/A	02 - 03 -17
pH	-	PE-LSA-01	7,14	+/- 0,08	02 - 03 -17
* Sólidos Suspendidos	mg/l	STANDARD METHODS 2540 - D	18300	N/A	02 - 03 -17
* Fósforo Total	mg/l	STANDARD METHODS 4500 - P - E mod	81	N/A	02 - 03 -17
* Aceites y grasas	mg/l	EPA 418,1	192	N/A	02 - 03 -17

MÉTODOS UTILIZADOS: Métodos Normalizados para el Análisis de Aguas Potables y Residuales APHA, AWWA, WPCF, STANDARD METHODS 21ª EDICIÓN y métodos HACH adaptados del STANDARD METHODS 21ª EDICIÓN.

RESPONSABLES DEL ANÁLISIS:

Dr. Juan Carlos Lara


Dr. Juan Carlos Lara R.
TÉCNICO L.S.A.

-Los resultados de este informe corresponden únicamente a la(s) muestra(s) analizada(s).
- Los ensayos marcados con (*) no se encuentran dentro del alcance de acreditación del SAE.
-Se prohíbe la reproducción parcial de este informe sin la autorización del laboratorio.