

**EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE MÉTODOS VOLUMÉTRICOS Y MANOMÉTRICOS SOBRE LA
CUANTIFICACIÓN DE BIOGÁS/METANO EN LA BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA DE LA
CELULOSA**

Presentado por:

ANDRES MAURICIO BOLAÑOS ARCOS - 1426542

LAURA ALEJANDRA SANDOVAL RODRIGUEZ - 1824013



UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA DE INGENIERÍA DE RECURSOS NATURALES Y DEL AMBIENTE - EIDENAR

INGENIERÍA SANITARIA Y AMBIENTAL

SANTIAGO DE CALI

2022

**EVALUACIÓN DE LA INFLUENCIA DE MÉTODOS VOLUMÉTRICOS Y MANOMÉTRICOS SOBRE LA
CUANTIFICACIÓN DE BIOGÁS/METANO EN LA BIODEGRADABILIDAD ANAEROBIA DE LA
CELULOSA**

Presentado por:

ANDRES MAURICIO BOLAÑOS ARCOS
Código 1426542

LAURA ALEJANDRA SANDOVAL RODRIGUEZ
Código 1824013

Trabajo de grado presentado como requisito para optar por el título de
Ingenieros Sanitarios y Ambientales

Directores:

PATRICIA TORRES LOZADA
Ing. Sanitaria, Ph.D., Prof. Titular, Escuela EIDENAR

KEVIN FORONDA ZAPATA
Ing. Sanitario y Ambiental, Est. MSc. en Ingeniería – Ing. Sanitaria y Ambiental



UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA DE INGENIERÍA DE RECURSOS NATURALES Y DEL AMBIENTE - EIDENAR

INGENIERÍA SANITARIA Y AMBIENTAL

SANTIAGO DE CALI

RESUMEN	1
INTRODUCCIÓN	2
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
2. JUSTIFICACIÓN Y ANTECEDENTES	4
3. REVISIÓN DE LITERATURA	8
3.1. Residuos sólidos Municipales (RSM)	8
3.2. Digestión Anaerobia (DA)	8
3.3. Ensayos de Potencial Bioquímico de Metano (PBM)	10
3.3.1. Factores que influyen en el ensayo de PBM	11
3.3.1.3. Relación Sustrato/Inóculo (S/I)	11
3.3.1.4. Condiciones operacionales	11
3.3.3. Métodos para medición de biogás	13
3.4. Modelos cinéticos	14
4. OBJETIVOS	15
4.1. Objetivo general	15
4.2. Objetivos específicos	15
5. METODOLOGÍA	16
5.1. Identificación de las tipologías, características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones de los métodos de cuantificación de biogás/metano empleados en la determinación del PBM	16
5.1.1 Búsqueda de información y conformación de datos	16
5.1.2. Conformación de base de datos y Análisis de información	16
5.2. Evaluación a escala de laboratorio de los métodos volumétrico (desplazamiento ácido y alcalino) y manométrico (con y sin perlas de NaOH) sobre la determinación del PBM de la celulosa	17
5.2.1. Sustrato e Inóculo	17
5.2.2. Montaje experimental	17
5.3. Análisis cinético	21
5.4. Análisis estadístico de los resultados	21
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	22
6.1. Identificación de las tipologías, características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones de los métodos de cuantificación de biogás/metano empleados en la determinación del PBM	22
6.1.1. Descripción de los métodos experimentales de medición del PBM	25
Métodos Volumétricos (VM):	25
6.1.2. Ventajas y Limitaciones de los Métodos Encontrados	31
6.2. Evaluación a escala de laboratorio del método volumétrico (desplazamiento ácido y alcalino) y manométrico (con y sin perlas de NaOH) sobre la determinación del PBM de la celulosa	34
6.2.1. Características fisicoquímicas del sustrato e inóculo	34
6.2.2. Valores de PBM obtenidos para los métodos VM y MN	34
6.2.3. Análisis del comportamiento cinético	37
7. CONCLUSIONES	39
8. RECOMENDACIONES	40
9. REFERENCIAS	40

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Antecedentes de estudios de comparación de métodos de medición de biogás	6
Tabla 2. Porcentaje de celulosa de algunos residuos orgánicos	8
Tabla 3. Potencialidades y limitaciones de la digestión anaerobia	10
Tabla 4. Resumen de los modelos cinéticos	14
Tabla 5. Ecuaciones de búsqueda	16
Tabla 6. Caracterización del sustrato e inóculo	17
Tabla 7. Solución de nutrientes recomendada para ensayos PBM	18
Tabla 8. Ecuaciones para el cálculo del PBM mediante el método volumétrico	20
Tabla 9. Ecuaciones para calcular el PBM mediante el método manométrico	20
Tabla 10. Número de artículos encontrados por ecuación y base de datos	22
Tabla 11. Descripción de la línea de investigación de los grupos de galaxias	23
Tabla 12. Configuraciones del método VM por desplazamiento líquido	27
Tabla 13. Configuraciones del método MN	29
Tabla 14. Pasos para el cálculo del PBM por el MG	31
Tabla 15. Ventajas y limitaciones del método VM	32
Tabla 16. Ventajas y limitaciones del método MN	33
Tabla 17. Ventajas y limitaciones de otros métodos identificados	33
Tabla 18. Características fisicoquímicas del sustrato	34
Tabla 19. Resultados prueba de varianza post-ANOVA	35
Tabla 20. Porcentaje de CH ₄ durante el ensayo en los métodos VA y MN sin perlas	36
Tabla 21. Parámetros finales del sobrenadante para cada método	36
Tabla 22. Resultados de los parámetros cinéticos	38

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Procesos de digestión anaerobia	9
Figura 2. Instrumento usando en el método de cromatografía de gases	14
Figura 3. Esquema de configuración experimental (VB)	18
Figura 4. Esquema del método manométrico.	19
Figura 5. Esquema de medición método volumétrico	20
Figura 6. Esquema del proceso de revisión de artículos	22
Figura 7. Consolidación de galaxias en RefViz	23
Figura 8. Distribución del uso de los métodos por año	24
Figura 9. Producción de artículos por continente entre 2005-2021	24
Figura 10. Distribución del uso de métodos de medición por país.	25
Figura 11. Configuración VM con trampa de NaOH y NaCl con medición de CH ₄ en gasómetro	27
Figura 12. Configuración VM con trampa de NaOH con medición de CH ₄ en probeta	27
Figura 13. Configuración VM con trampa de NaOH con medición de CH ₄ en jeringa	27
Figura 14. Configuración VM con trampa de NaOH y H ₂ O con medición de CH ₄ en botella	27
Figura 15. Configuración VM con trampa de NaOH con efecto sifón, medición de CH ₄ en probeta	28
Figura 16. Configuración VM con trampa de NaOH con medición de CH ₄ en cilindro	28
Figura 17. Configuración VM con trampa de HCl con medición de biogás cilindro	28
Figura 18. Configuración AMPTS II	28
Figura 19. Configuración manual de método MN	29
Figura 20. Configuración automática de método MN	29

Figura 21. Configuración automática OxiTop® con perlas de NaOH método MN	29
Figura 22. Pasos para la determinación del PBM por el método de densidad del biogás	31
Figura 23. Curva de volumen de biogás para el método VM y MN evaluados	35
Figura 24. Modelos cinéticos	39

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

AAE	Actividad acidogénica específica	MN	Manométricos
AB	Alcalinidad bicarbonato	PBM	Potencial Bioquímico de Metano
AHE	Actividad hidrolítica	PeD	Países en desarrollo
AME	Actividad metanogénica específica		
AMPTS	Sistema automatizado de medición de metano	PTAR	Planta de tratamiento de agua residual
AGV	Ácidos grasos volátiles	RA	Residuos de alimentos
AT	Alcalinidad total	RCL	Reemplazo continuo de líquido
BOM	Biorresiduos de Origen Municipal	RIL	Reemplazo intermitente de líquidos
CG	Cromatografía de gases	RSM	Residuos sólidos municipales
DA	Digestión anaerobia	ST	Sólidos totales
ECCA	Estudio y Control de la Contaminación Ambiental	SV	Sólidos volátiles
FORSU	Fracción Orgánica de los Residuos Sólidos	TEPM	Tasa Específica de Producción de Metano
GEI	Gases de efecto invernadero	VA	Volumétrico ácido
MD	Método de densidad de gas	VB	Volumétrico alcalino
MG	Método gravimétrico	VM	Volumétricos

RESUMEN

La Digestión Anaerobia (DA) es considerada una de las alternativas biotecnológicas más viables para el tratamiento y aprovechamiento de sustratos orgánicos, ya que permite recuperar energía en forma de biogás y obtener un subproducto rico en nutrientes conocido como digestato con alto potencial agrícola. En torno a lo anterior, se han desarrollado métodos a nivel de laboratorio que permiten evaluar y determinar el potencial energético de un sustrato, siendo los ensayos de Potencial Bioquímico de Metano (PBM) los más aceptados y utilizados por la comunidad científica, debido a sus bajos requerimientos técnicos y económicos. El método de cuantificación es uno de los aspectos que más varía en los ensayos PBM para la cuantificación de biogás, los cuales presentan variaciones que dificultan la comparación de los resultados de cuantificación del biogás. Por lo anterior, en el presente trabajo se realizó una vigilancia tecnológica sobre los métodos más empleados, así como sus características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones, empleando bases de datos internacionales y nacionales (ventana de observación de 17 años: 2005-2021), con lo cual se logró identificar que los métodos experimentales más usados para cuantificar biogás o CH_4 son los métodos volumétricos (VM) y manométricos (MN), y que las configuraciones VM más usadas son el volumétrico alcalino (VB) con un porcentaje de 26,8%, seguida por el automatizado AMPTS II con un 20,3% y el método volumétrico ácido (VA) con un 8,94%; en cuanto a las configuraciones del método MN, las más empleadas son el MN manual con perlas de NaOH en un 13,7%, seguido por el automatizado Oxitop® con el 11,01%, siendo las configuraciones automatizadas las más empleadas en países con mayor economía y desarrollado, mientras que en los países en desarrollo (PeD) prima el uso de configuraciones manuales que son menos costosas y no requieren de equipos especializados aunque pueden llegar a ser menos precisas. Por otro lado, se realizó un montaje experimental de los métodos VM y MN con lo cual, se logró obtener resultados de PBM para los métodos VM (VB y VA) el PBM de $337,69 \pm 12,46 \text{ CH}_4/\text{g SV}$, acercándose un $81,57 \pm 4,57\%$ al valor teórico de PBM de la celulosa, mientras que con el MN sin perlas y con perlas de NaOH, se obtuvieron valores de PBM menores ($321,51 \pm 17,89$ y $225,24 \pm 14,24 \text{ mL CH}_4/\text{g SV}$, respectivamente), para un $74,8 \pm 7,89\%$ y un $54,4 \pm 3,78\%$ del valor teórico, respectivamente. El bajo valor del MN con perlas se atribuye principalmente a un posible efecto negativo de las perlas sobre el proceso de la DA, que quedó evidenciado en mayores valores de pH y menor relación AB/AT, así como de parámetros cinéticos importantes como la tasa de producción de CH_4 ($R_{\text{máx}}$) y constante de hidrólisis (k) que fueron 1,63 y 2,31 veces menor que en el método VB.

Palabras clave: Celulosa, Digestión anaerobia (DA), método manométrico (MN), método volumétrico (VM), Potencial Bioquímico de Metano (PBM).

INTRODUCCIÓN

En Colombia, entre el 55 - 70% de los Residuos Sólidos Municipales (RSM) corresponden a la fracción orgánica (SSPD, 2020), los cuales son los principales causantes de la producción de gases de efecto invernadero (GEI), lixiviación y malos olores en los rellenos sanitarios (Kougias y Angelidaki, 2018). Por otro lado, el agotamiento de los recursos naturales y la creciente demanda de combustibles, han evidenciado la necesidad de buscar nuevas fuentes de energía renovable (Barrio *et al.*, 2017), lo que ha generado un gran interés en la creación de modelos de economía circular, mediante los cuales se dé valor a un residuo considerado en el sistema tradicional (economía lineal) como un material no aprovechable (Filer *et al.*, 2019; Rodríguez *et al.*, 2019). Un claro ejemplo son los Biorresiduos de Origen Municipal (BOM), también conocidos como la Fracción Orgánica de los Residuos Sólidos (FORSU), cuyo componente principal son los residuos de alimentos (RA) (CONPES, 2016), con aproximadamente el 67 % (Browne y Murphy, 2013).

El enfoque ambiental y de aprovechamiento de la economía circular, ha generado un creciente aumento en el número de estudios de digestión anaerobia (DA), debido a su potencial de recuperación energética a partir de residuos (Kougias y Angelidaki, 2018; Casallas-Ojeda *et al.*, 2020). Debido al creciente interés en el aprovechamiento de residuos biodegradables mediante la DA (Lin *et al.*, 2018), se han desarrollado métodos que evalúen y permitan determinar el potencial energético de un determinado sustrato en forma de biogás, siendo los ensayos de Potencial Bioquímico de Metano (PBM) la herramienta de análisis experimental más utilizada para estudiar a escala de laboratorio la biodegradabilidad anaerobia de un sustrato en condiciones controladas. Sin embargo, este tipo de ensayos han experimentado distintos cambios con el tiempo sin llegar a un protocolo estandarizado (Angelidaki *et al.*, 2009; Lesteur *et al.*, 2010; Labatut *et al.*, 2011).

Entre los aspectos que más variación presentan los ensayos PBM se encuentran los métodos de cuantificación de biogás/metano, siendo los más destacables los volumétricos (VM) y manométricos (MN) por ser más sencillos, de menor costo y de mayor aplicación (Torres y Pérez, 2010; Raposo *et al.*, 2012); condiciones atractivas para laboratorios y plantas de tratamiento principalmente en el contexto de países en desarrollo (PeD). Otros como la cromatografía de gases (CG), espectroscopia de infrarrojo, gravimétrico y de densidad el gas, permiten elegir al investigador entre varias opciones considerando factores como: costos, disponibilidad de equipos e infraestructura, etc. (Raposo *et al.*, 2012). Adicionalmente, las diferentes condiciones experimentales de cada estudio como el tipo de inóculo y sustrato empleados, la duración del ensayo, etc., dificultan la comparación de los resultados y la posible incidencia del método de cuantificación de biogás empleado en los ensayos PBM (Raposo *et al.*, 2011; Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016; Holliger *et al.*, 2016).

De acuerdo con lo anterior, en el presente trabajo de grado se evaluó la influencia del tipo de método experimental: VM (considerando tanto el desplazamiento ácido (VA) como el alcalino (VB)) y MN (considerando el uso o no de perlas de NaOH que son usadas como barrera para la absorción de CO₂) sobre la cuantificación de biogás y CH₄, empleando celulosa como sustrato, componente principal de materiales lignocelulósicos como los RA (Parra-Orobio *et al.*, 2019). El proyecto se desarrolló con el apoyo del grupo de investigación Estudio y Control de la Contaminación Ambiental (ECCA) de la Universidad del Valle.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El creciente aumento demográfico, urbanístico y el acelerado desarrollo industrial con poco enfoque ambiental, así como el incremento en los patrones de consumo relacionados con mejores niveles de calidad de vida, han incrementado significativamente la producción de residuos sólidos (Ojeda *et al.*, 2008; Alberto, 2009). De acuerdo con el Banco Mundial, la producción de RSM en 2016, fue de 2010 millones t/año, cifra que se espera aumente a 3400 millones ton/año para el 2050 si se mantiene la dinámica de consumo actual, lo cual supone retos económicos, sociales y ambientales (Banco Mundial, 2016), principalmente en PeD como Colombia en que la estrategia predominante de manejo de RSM sigue siendo la disposición final en rellenos sanitarios (SSPD, 2016).

Por otro lado, el impacto ambiental debido al uso insostenible de los combustibles fósiles y una mayor demanda energética (Barrio *et al.*, 2017), ha generado un creciente interés en introducir nuevas fuentes energéticas renovables (Raposo *et al.*, 2011; Barrio *et al.*, 2017). Por lo anterior, el número de estudios de DA de residuos sólidos como BOM o FORSU y RA, ha aumentado considerablemente con respecto a otras alternativas biotecnológicas como el compostaje para el aprovechamiento de este tipo de residuos (Lin *et al.*, 2018). En este sentido, Colombia tiene un alto potencial de recuperación energética a partir de la DA de BOM, debido a que éstos representan entre el 50 a 70% del total de los RSM. Sin embargo, aunque la DA puede ser una alternativa tecnológica por su bajo costo de aplicación, tanto para la producción energía en forma de biogás (60 - 70 % de CH₄ y 30 - 40 % de CO₂) (Angelidaki *et al.*, 2009; Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016) y recuperación de nutrientes mediante la generación de un subproducto semisólido rico en nutrientes conocido como digestato (Insam y Wett, 2008), aún presenta limitantes para su aplicación práctica a escala piloto y real, para lo cual se requieren mayores estudios para los diferentes factores y variables que inciden sobre el proceso (Casallas-Ojeda *et al.*, 2020).

Por lo anterior, los ensayos PBM son el método más empleado para el estudio y optimización del proceso de DA a escala de laboratorio y permiten determinar la capacidad de producción de biogás y la biodegradabilidad anaerobia de los sustratos, así como aportar a la definición de parámetros de diseño que mejore el proceso de DA (Batstone *et al.*, 2009; Jingura *et al.*, 2017). Aunque estos ensayos fueron propuestos por primera vez por Owen *et al.* (1979), aún no se cuenta con un protocolo estandarizado y en su lugar, se cuenta con diferentes guías propuestas por diferentes grupos de investigación e investigadores, como la guía VDI 4630, (2006); Angelidaki *et al.* (2009); Holliger *et al.* (2016); Filer *et al.* (2019), las cuales presentan diferencias en la configuración experimental relacionadas con diferentes aspectos como el método de cuantificación de biogás, siendo los métodos VM (VB y VA) y manométrico (MN tanto con como sin perlas de NaOH) los más reportados en la literatura (Torres-Lozada y Pérez, 2010; Jingura y Kamusoco, 2017; Ohemeng y Datta, 2019).

Estas configuraciones se diferencian principalmente en el tipo de gas a medir, dado que con los métodos MN sin perlas de NaOH y VA miden la producción total del biogás (CH₄, CO₂ y otros gases), mientras que los métodos MN con perlas de NaOH y VB, permiten medir directamente el CH₄, ya que capturan el CO₂ al reaccionar con el NaOH y formar carbonato de sodio (Na₂CO₃) (Angelidaki *et al.*, 2009; Esposito *et al.*, 2012). Por tanto, la variación en el método de cuantificación de biogás resalta la importancia de profundizar en el análisis metodológico y operativo de los métodos de medición (Esposito *et al.*, 2012; Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016; Filer *et al.*, 2019). Debido a la importancia de este temática, en este trabajo se identificaron las características metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones, empleando bases de datos internacionales y nacionales (ventana de observación de 17 años: 2005-2021), además, se evaluó la posible incidencia de los métodos experimentales de cuantificación de biogás/metano VA, VB y MN con y sin perlas de NaOH, para lo cual se usó la celulosa como sustrato estándar y manteniendo el resto de condiciones experimentales constantes.

2. JUSTIFICACIÓN Y ANTECEDENTES

Existen diferentes propuestas de guías o protocolos para los ensayos PBM, entre las que se destacan las de autores como Angelidaki *et al.* (2009) y Holliger *et al.* (2016), pertenecientes al grupo de investigación *Grupo de Tareas para la Biodegradabilidad Anaerobia, Actividad y Ensayos de Inhibición de la Digestión Anaerobia ABAI-TG* por sus siglas en inglés, del Grupo de especialistas de la Asociación Internacional de Agua (IWA, por sus siglas en inglés). Otros estudios como los de Raposo *et al.* (2011), Cárdenas-Cleves *et al.* (2016) y Filer *et al.* (2019), evidencian la necesidad de seguir evaluando los factores que influyen en los ensayos de PBM.

Entre los parámetros de control o monitoreo del proceso de DA, la producción de biogás o CH_4 es el principal indicador de calidad y rendimiento del proceso (Strömberg *et al.*, 2014; Kleinheinz y Hernández, 2016), con el que se determina el PBM de determinados sustratos y se evalúa la incidencia de otros parámetros para la optimización del proceso y el diseño de reactores (Raposo *et al.*, 2011; Filer *et al.*, 2019). Con relación al tipo de método para la cuantificación de biogás en los ensayos de PBM no se evidencia un consenso metodológico, lo que puede conducir a errores basados en subestimaciones o sobreestimaciones que podrían extrapolarse en el diseño a escala real (Raposo *et al.*, 2011).

Entre los métodos de cuantificación de biogás más empleados, predominan el MN y el VM sobre la cromatografía gaseosa (CG), que, aunque es más rápida y precisa, es empleada en menor medida debido a los altos costos por adquisición y mantenimiento de equipos, además de una mayor complejidad técnica, que lo convierte en un método poco atractivo en laboratorios, principalmente en PeD como Colombia (Raposo *et al.*, 2012; Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016). El método MN utiliza una gama de equipos con especificaciones técnicas especiales que representan costos menos elevados que los de CG y los métodos VM utilizan montajes aún más sencillos con instrumentos de laboratorio de fácil adquisición (a excepción del método automatizado AMPTS II) que representan menores costos con respecto al MN, pero es más sensible ante factores ambientales como presión y temperatura, lo que puede ocasionar un mayor error entre datos si no se tiene un control o seguimiento de éstos (Aquino *et al.*, 2007; Amaral *et al.*, 2008; Walker *et al.*, 2009; Parajuli, 2011).

En el método MN se pueden encontrar diferentes condiciones como el uso o no de perlas de NaOH (Captura del CO_2) (Pabon *et al.*, 2012), mientras que los métodos volumétricos de acuerdo con la condición del líquido desplazante, por tanto, si el interés es medir la totalidad del biogás, se usa una solución ácida (VA) y si se desea cuantificar solamente CH_4 se debe usar una solución alcalina para la captura del CO_2 (VB) (Pham *et al.*, 2013). Entre las opciones de desplazamiento líquido más comunes se identifican el Reemplazo Intermitente de Líquidos (RIL) y Reemplazo Continuo de Líquido (RCL) y otras alternativas volumétricas como el desplazamiento por jeringa por la acumulación de biogás, entre otros (Valcke *et al.*, 1983; Pham *et al.*, 2013).

Aunque el manométrico con perlas de NaOH ya ha sido evaluado, no hay estudios en los que empleen celulosa como sustrato. Souto *et al.* (2009) emplearon como sustrato acetato de sodio y no encontraron diferencias significativas respecto al método de CG, VB y VA. Por otro lado, Pabón *et al.* (2012) emplearon salsa de mostaza como sustrato homogéneo y residuos de verduras como sustrato heterogéneo y encontraron que la inclusión de perlas de NaOH en el método MN produjo acumulación de ácidos grasos volátiles (AGV) y decaimiento del pH que inhibieron el proceso para los residuos de verduras. Estos resultados sugieren que la configuración experimental del método de cuantificación puede incidir no solo en la precisión de la medición, sino también en el proceso de DA de acuerdo con el sustrato empleado. En la Tabla 1 se muestran algunos estudios de comparación de métodos de medición de biogás.

Considerando que los RA son la fracción predominante de la FORSU o BOM (Oviedo-Ocaña *et al.*, 2017; Parra-Orobio *et al.*, 2018) y que los residuos de frutas y verduras que componen los RA tienen un importante

contenido de compuestos lignocelulósicos, entre los cuales la celulosa es uno de los compuestos más abundantes (González *et al.*, 2016) (Tabla 2), en este estudio se evaluó el efecto del método de cuantificación de biogás/metano (VB y VA y manométrico con y sin perlas de NaOH), usando como sustrato estandarizado la celulosa, bajo condiciones experimentales idénticas y controladas que facilitaron la identificación de las potencialidades y limitaciones de cada método.

Tabla 1. Antecedentes de estudios de comparación de métodos de medición de biogás

SUSTRATO	INÓCULO	TEMPERATURA	DURACIÓN	MÉTODOS DE COMPARACIÓN	CONCLUSIÓN	REFERENCIA
Mezcla de AGV, glucógena y glucosa	Lodo de filtro anaerobio	37°C	No reporta	VB, VM Y CG	El método de CG mostró ser más eficiente al medir el biogás cuando la producción es pequeña a diferencia de los métodos VA y VB.	Soto <i>et al.</i> (1993)
Acetato de sodio	Lodo de agua residuales	35°C	No reporta	VM con CG, MN Oxi-top con perlas de NaOH	Los tres métodos de medición de biogás son similares en los datos obtenidos, ya que se observaron diferencias poco significativas.	Souto et a. (2009)
No reporta	No reporta	Rango de 10 a 35 °C	aproximadamente 18 días	VA y VB	Se obtuvo mejores resultados con el método VA con NaCl. Respecto a los dos métodos VM utilizados se recomienda que la solución barrera tenga un alto carácter iónico.	Walker <i>et al.</i> (2009)
Celulosa, almidón y frijol mungo	Lodos de PTAR municipal, residuos biológicos, fuentes de estiércol y cerveía	Rango de 35 a 52°C	13 a 87 días con un promedio de 32 días	VA, MN, CG	Este estudio realizado en varios laboratorios comprobó la variación de los resultados de valor de PBM, en los cuales se utilizó distintos métodos de cuantificación de biogás y CH ₄ . También se resalta que el método más utilizado es el VA.	Raposo <i>et al.</i> (2011)
Vinaza cruda	No reporta	30°C	40 días	VB y CG	Se evidenció que el volumen obtenido por el método de VB fue mayor que el CG	Sanabria <i>et al.</i> (2012)
Verduras	Lodo primario digerido de una PTAR	35°C	aproximadamente 32 días	MN Oxitop con perlas de NaOH en diferentes concentraciones	El método MN con perlas de NaOH, no resultó ser un método factible para cuantificar el CH ₄ , ya que produjo una acumulación de AGV y decaimiento del pH, que condujo a una menor producción de biogás.	Pabón <i>et al.</i> (2012)
Estiércol animal	Lodo de plantas de biogás	37°C	Aproximadamente 60 días	Medición de biogás: RIL, RCL, VG Medición de CH ₄ : CG y VB	El RIL mostró una variación más alta respecto al VG y RCL. Mientras que en la medición de CH ₄ el VB obtuvo valores muy próximos a la CG.	Pham <i>et al.</i> (2013)
Celulosa, residuos de jardinería, residuo rico en lípidos y lodos de PTAR	Lodo de una PTAR municipal	Rango de 23 a 30°C	Aproximadamente 35 días	VB, CG y AMPTS II	Se evidencia el efecto de las condiciones ambientales como presión, temperatura y vapor de agua al momento de realizar un ensayo de PBM. Además, el método de VB obtuvo una sobreestimación de CH ₄ .	Strömberg <i>et al.</i> (2014)
Celulosa	Lodo de un Digestor anaerobio	No reporta	No reporta	VM por columna de agua, VB, MN y AMPTS II	Los valores del rendimiento de CH ₄ no difieren significativamente, pero en el método AMPTS II muestra una mayor presión analítica, dado que posee la desviación estándar más baja.	Wang <i>et al.</i> (2014)

SUSTRATO	INÓCULO	TEMPERATURA	DURACIÓN	MÉTODOS DE COMPARACIÓN	CONCLUSIÓN	REFERENCIA
10 sustratos, entre estos celulosa, gelatina, estiércol y forraje.	Lodos de un biodigestor anaerobio	38°C	28 días	VA y AMPTS II	Ambos métodos funcionan para realizar una prueba de PBM, sin embargo, se observaron diferencias significativas en la cuantificación de CH ₄ en 8 de los 10 sustratos, dado que con el método de AMPTS se obtuvo un valor mayor de CH ₄ .	Kleinheinz y Hernández. (2016)
Césped (Lolium Perenne L.), Cebada entera	Lodo de granja de un digestor	37°C	35 días	MN y AMPTS II	Se evidencio una diferencia en el valor del PBM utilizando el método manométrico manual y el AMPTS II, donde el valor obtenido por el método VM fue el más aceptado.	Himanshu <i>et al.</i> (2017)
Celulosa	Lodo de PTAR	35°C	26 días	MN, AMPTS II y gravimétrico	Se evidencio diferencias en los valores de PBM obtenidos, pero se concluye que los tres métodos son razonablemente precisos para realizar una medición en las pruebas de PBM.	Amodeo <i>et al.</i> (2020)
Sustrato A: trigo, triticale, cebada, guisantes, grasa y aminoácidos Sustrato B: celulosa, almidón y compuestos nitrogenados Sustrato C: aceite de hígado de bacalao, semillas de girasol, colza, avena y levadura Sustrato D: paja de trigo molida	No reporta	Rango de 35°C a 45 °C	No reporta	AMPTS II, VM, MN, CG y Gravimétrico	Este estudio realizado en varios laboratorios comprobó la variación de los resultados de valor de PBM, en los cuales se utilizó distintos métodos de cuantificación de biogás y CH ₄ .	Hafner <i>et al.</i> (2020)

AMPTS: Sistema automatizado de medición de metano; PTAR: Planta de Tratamiento de Aguas Residuales; AGV: Ácidos grasos volátiles; VA: Volumétrico por desplazamiento ácido; VB: Volumétrico por desplazamiento básico; RIL: Reemplazo Intermitente de Líquidos; VG:Volumétrico por Jeringa; RCL: Reemplazo continuo de líquidos; CG: Cromatografía de gases.

Tabla 2. Porcentaje de celulosa de algunos residuos orgánicos

Residuos	Celulosa (%)	Hemicelulosa (%)	Lignina (%)
Cáscara de maracuyá	40	18	19
Cáscara de piña	47	38	11
Cáscara de plátano	42	29	11
Cáscara de tomate de árbol	35	49	18
Cáscara de mango	48	12	32
Cáscara de lulo	32	27	29
Cáscara de guanabana	44	12	30
Borra de café	31	29	32
Semilla de mandarina	47	19	23
Vástago de tomate de árbol	44	12	19
Semilla de naranja	52	12	19

Fuente: Adaptado de Montes *et al.*, (2018)

% en base libre de extractivos

3. REVISIÓN DE LITERATURA

3.1. Residuos sólidos Municipales (RSM)

En Colombia, la definición de RSM se da mediante el Decreto 2981 de 2013 (SUIN, 2013), el cual, dentro del contexto de la prestación del servicio público de aseo, los define como “cualquier objeto, material, sustancia o elemento principalmente sólido resultante del consumo o uso de un bien en actividades domésticas, industriales, comerciales, institucionales o de servicios, que el generador presenta para su recolección por parte de la persona prestadora del servicio público de aseo”. Igualmente, se considera como residuo sólido, aquel proveniente del barrido, limpieza de áreas y vías públicas, corte de césped y poda de árboles (MVCT, 2013). La mayor proporción de RSM está compuesta por BOM, que a nivel nacional representan un 65% de los RSM y corresponden principalmente a la fracción de residuos alimenticios crudos o previamente cocidos de origen comercial o residencial y a aquellos residuos resultantes de actividades de jardinería (COM, 2008; Oviedo *et al.*, 2012).

3.2. Digestión Anaerobia (DA)

Es un proceso biológico complejo en el que diferentes reacciones bioquímicas se llevan a cabo por varios tipos de microorganismos (Bacterias y *Arqueas*) facultativos o anaerobios estrictos, es decir, que no requieren oxígeno molecular; los cuales descomponen la materia orgánica compleja (carbohidratos, proteínas y grasas) en compuestos más fáciles de degradar, que son de menor peso molecular y solubles en agua (azúcares, aminoácidos y AGV), dando como producto principal biogás, conformado principalmente por dos gases, CH₄ y CO₂ cuyas proporciones dependen del sustrato a tratar, inóculo, configuración del reactor y parámetros operacionales, adicionalmente, se obtiene un subproducto conocido como digestato, usado generalmente como mejorador de suelos gracias a que posee nutrientes esenciales como N, P, K y Mg, que son requeridos por las plantas (Strömberg *et al.*, 2014; Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016).

Según Rozzi y Remigi (2004) y Ortiz (2011), el proceso de DA está compuesto por dos fases, las cuales a su vez están compuestas por las etapas que se describen a continuación (Figura 1).

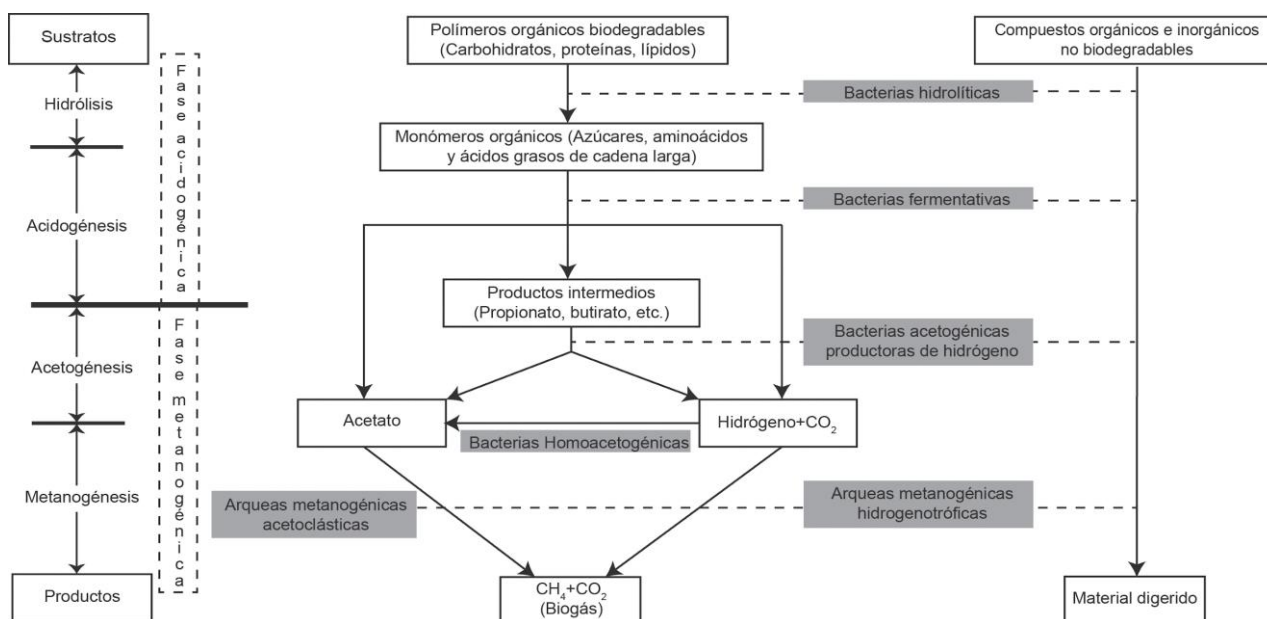


Figura 1. Procesos de digestión anaerobia
Fuente: Cárdenas-Cleves *et al.* (2016)

Fase 1: Hidrolítica/Acidogénica:

- **Etapa 1: Hidrólisis:** Las moléculas grandes como proteínas, grasas y carbohidratos se descomponen a moléculas más pequeñas como aminoácidos, ácidos grasos y azúcares simples, por medio de microorganismos llamados bacterias hidrolíticas. Esta etapa es considerada la limitante del proceso, ya que limita la producción de CH₄ en la DA de residuos sólidos (Ortiz, 2011).
- **Etapa 2: Acidogénesis:** En este punto, los microorganismos conocidos como bacterias fermentativas, se encargan de transformar los monómeros (azúcares, aminoácidos y AGV) de la etapa anterior en productos como propionato, butirato, entre otros.

Fase 2: Acetogénica/Metanogénica:

- **Etapa 3: Acetogénesis:** Los productos intermedios como propionato, butirato y otros, son transformados por las bacterias acetogénicas en CO₂, H₂ y acetatos; a su vez, el CO₂ y H₂ pueden ser transformados a acetatos por medio de las bacterias homoacetogénicas.
- **Etapa 4: Metanogénesis:** En esta última etapa, se produce CH₄ y CO₂ (Biogás) a partir de los productos finales de la acetogénesis, por medio de dos rutas dependiendo del sustrato asimilado y las condiciones operacionales, las cuales son: las *Arqueas* metanogénicas acetanogénicas (emplean acetato) y *Arqueas* metanogénicas hidrogenotróficas (emplean CO₂ y H₂).

En la Tabla 3 se presentan algunas de las potencialidades y limitaciones de la DA, en la cual se evidencia un mayor número de potencialidades, las cuales viabilizan su aplicación como alternativa para el aprovechamiento de sustratos orgánicos.

Tabla 3. Potencialidades y limitaciones de la digestión anaerobia

POTENCIALIDADES	LIMITACIONES
Producción de CH ₄ hasta en un 90%	Requerimiento de alcalinidad bicarbonática de alto a moderado.
Bajos requerimientos de nutrientes: -Biomasa con bajo coeficiente de producción celular ($Y \sim 0,05 \text{gSV/gDQO}_{\text{removida}}$): relación DQO:N:P es 1000:5:1. -Biomasa con alto coeficiente de producción celular ($Y \sim 0,15 \text{gSSV/gDQO}_{\text{removida}}$) la relación es 350:5:1.	
No se requiere energía para la aireación.	Periodo de arranque de medio a alto.
Bajo requerimiento de área en comparación con los sistemas aerobios convencionales.	
Bajos costos de implementación.	
El lodo en exceso generado se encuentra estabilizado.	Impacto ambiental por generación de olores de alto a moderado.
Almacenamiento de lodo activo por periodo de meses.	
Obtención de subproducto gaseoso (biogás) rico en CH ₄ con alto potencial para producción de energía.	
Obtención de un material digerido como alternativa a los fertilizantes inorgánicos.	En el tratamiento de agua residual se requieren procesos complementarios para cumplir con límites de descarga de efluentes.
Potencialidad en la producción de hidrógeno que puede emplearse como combustible o materia prima.	
Reducción de potencias de gases efecto invernadero siempre y cuando el biogás generado sea utilizado o incinerado.	

Fuente: Adaptado de Cárdenas-Cleves *et al.* (2016)

DQO: Demanda química de oxígeno; N: Nitrógeno; P: Fósforo; SV: Sólidos volátiles

3.3. Ensayos de Potencial Bioquímico de Metano (PBM)

Los ensayos PBM son pruebas a nivel de laboratorio utilizadas para estudiar la biodegradabilidad y potencial de producción de CH₄ de un sustrato específico bajo condiciones anaerobias (ausencia de oxígeno molecular) (Labatut *et al.*, 2011) y se representa como el volumen de CH₄ producido por gramo de material orgánico del sustrato, a menudo definida por sólidos volátiles (SV) o demanda química de oxígeno (DQO) (Strömberg *et al.*, 2014).

Los resultados obtenidos a partir de estos ensayos aportan información que puede ser usada en el diseño y operación de plantas de biogás (Moody *et al.*, 2009; Lesteur *et al.*, 2010; Koch y Drewes, 2014). Adicionalmente, permiten analizar el comportamiento de diferentes sustratos en la generación de biogás e identificar cuáles tienen mayor potencial de generación (Buffiere *et al.*, 2006). También permiten determinar la cinética de degradación para la calibración de modelos matemáticos y cinéticos que permiten simular el proceso y predecir su funcionamiento a escala real (Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016). Esta correlación entre los datos de prueba de PBM y la operación a gran escala de digestores anaerobios, se ha investigado y demostrado con éxito con respecto a la capacidad de descomposición de la materia orgánica, por esta razón y su sencillez, estos ensayos son ampliamente empleados en los estudios de DA (Batstone *et al.*, 2009; Jensen *et al.*, 2011; Parra-Orobio *et al.*, 2018).

3.3.1. Factores que influyen en el ensayo de PBM

Entre los factores que afectan el proceso de DA se identifica: el sustrato, inóculo, condiciones experimentales y condiciones operacionales (Angelidaki *et al.*, 2009; Suoto *et al.*, 2009; Raposo *et al.*, 2011; Cardenas-Cleves *et al.*, 2016; Casallas-Ojeda *et al.*, 2020).

3.3.1.1. Sustrato

El sustrato puede variar de acuerdo con su origen como: los BOM, lodos producidos en plantas de tratamiento de agua residuales municipales o industriales, residuos de cultivos, residuos agroindustriales y heces de animales, entre otros; con lo cual se puede presentar en estado líquido o sólido (Raposo *et al.*, 2011, Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016). En el proceso de la DA, el sustrato debe ser caracterizado previamente con parámetros fisicoquímicos, bioquímicos y composición elemental (Raposo *et al.*, 2012), esto con el fin de conocer su composición y concentración de sustancias como lípidos, carbohidratos, proteínas, celulosa, hemicelulosa y lignina, ya que estos proporcionan una perspectiva de la producción de CH₄ y su biodegradabilidad, además de prevenir el fenómeno de inhibición que afecta directamente a los microorganismos (Nayono *et al.*, 2010; Esposito *et al.*, 2012) o de limitación de acceso al sustrato, por tanto, algunos autores recomiendan que el tamaño de la partícula para un residuo orgánico debe ser menor o igual a 1 cm, para que la reacción de hidrólisis se dé mucho más rápido y en mejores condiciones, sin embargo, valores muy bajos pueden generar inhibición por acumulación de AGV (Angelidaki *et al.*, 2009; Raposo *et al.*, 2012).

3.3.1.2. Inóculo

El inóculo afecta la DA y por ende los ensayos de PBM en dos aspectos que son la cantidad de inóculo y su procedencia, siendo uno de los más usados el lodo procedente de la digestión anaerobia o de los digestores anaerobios de lodos de las Plantas de Tratamiento de Agua Residual (PTAR) municipales e industriales, siendo las de origen municipal las más utilizadas debido a sus características microbianas metabólicamente activos y su relativa facilidad de disposición (Raposo *et al.*, 2011; Ohemeng- Ntiamoah *et al.*, 2019). Por otro lado, la degradación del sustrato disponible será más rápida si la relación alimento/ microorganismos o sustrato/inóculo disminuye (Aquino *et al.*, 2007).

3.3.1.3. Relación Sustrato/Inóculo (S/I)

La optimización de la DA está estrechamente relacionada con la relación S/I, donde ésta se determina a su vez por las características del sustrato e inóculo, las unidades más usadas son gSVSustrato* gSVInoculo-1 aunque también se expresan en gDQOSustrato* gSVInoculo-1 (Angelidaki y Sanders, 2004; Parra *et al.*, 2015). Los rangos recomendables son valores entre 0,5 a 1,0 gSVSustrato* gSVInoculo-1 (Raposo *et al.*, 2006; Cárdenas Cleves *et al.*, 2016); valores mayores a 2,0 gSVSustrato* gSVInoculo-1 son poco recomendados ya que pueden estar asociados a problemas de inhibición por concentraciones elevadas de AGV o sólidos totales (ST) (Raposo *et al.*, 2011).

3.3.1.4. Condiciones operacionales

Capacidad del reactor, réplicas y control

Usualmente el volumen de los reactores varía entre 100 a 2000 mL, lo cual depende de la homogeneidad del sustrato, siendo recomendable mayores tamaños en sustratos más heterogéneos (Rozzi y Remigi, 2004, Filer *et al.*, 2019). El volumen útil corresponde solo a la fase sólida-líquida y el resto del recipiente es utilizado para almacenar los gases generados (se ubican en la cabeza del reactor), lo que normalmente se denomina *headspace* (Himanshu *et al.*, 2017);

autores como Montes, (2008) y Casallas-Ojeda *et al.* (2020), recomiendan que éste debe ser entre 20 y 25% del volumen total.

Para las réplicas, se recomienda realizar triplicados con el fin de homogeneizar y reproducir los resultados (Angelidaki *et al.*, 2009); cuando el comportamiento de los reactores es similar en la curva de producción de CH₄, es posible trabajar con duplicados (Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016). El reactor utilizado para el control, conocido también como el “control negativo”, está constituido únicamente por el inóculo y agua destilada, el cual es empleado para conocer la cantidad de CH₄ que producen los microorganismos cuando realizan metabolismo endógeno, además del producido por el sustrato residual presente en el inóculo (De la Rubia *et al.*, 2011).

Duración del ensayo

El tiempo de duración del ensayo se encuentra ligado a la capacidad de biodegradabilidad del sustrato, por lo que no se puede establecer un valor fijo, ya que dependen del tipo de sustrato, inóculo y condiciones operacionales y ambientales, en algunos ensayos se ha observado que aproximadamente el 90% de CH₄ se produce entre 30 y 60 días, logrando establecer un tiempo promedio de 30 días (De la Rubia *et al.*, 2011; Labatut *et al.* 2011; Raposo *et al.*, 2011; Cárdenas Cleves *et al.*, 2016). Por otro lado, Holliger *et al.* (2016), propone que un ensayo de PBM debe terminarse solo cuando la producción de CH₄ durante tres días consecutivos es <1% del volumen acumulado de CH₄.

Temperatura

La temperatura puede variar entre los rangos de temperatura psicrófila ($\leq 20^{\circ}\text{C}$), mesófila (20-45°C) y termófila (45-60°C), siendo el rango mesófilico el usado con mayor frecuencia (Casallas-Ojeda *et al.*, 2020). Aunque se ha identificado que las temperaturas óptimas de ensayos PBM en condiciones mesófilicas y termófilicas son 35°C y 55°C, respectivamente (Angelidaki *et al.*, 2009), este parámetro se encuentra ligado al tipo de sustrato. En varios estudios se ha definido 35°C como el valor de temperatura más recomendado, dado que reduce el requerimiento energético y tienen una mayor resistencia a las sustancias tóxicas como el amonio y AGV de cadena larga (Angelidaki *et al.*, 2009; Cárdenas Cleves *et al.*, 2016).

Agitación

La agitación es otro factor que puede afectar el proceso de DA, debido a que, al mezclar de forma continua, se consigue reducir considerablemente el tiempo de digestión; existen razones para realizar el mezclado como lo es el contacto de los microorganismos activos con el sustrato de forma continua, además de ser distribuido uniformemente por el reactor. También se consigue reducir los productos finales e intermedios hasta niveles mínimos, así como los posibles inhibidores del metabolismo microbiano y permite asegurar una temperatura constante en todo el reactor que impiden estratificaciones térmicas (Rozzi y Remigi, 2004; Ortiz, 2011; Raposo *et al.*, 2012). Otro factor por el cual es necesario el mezclado es para evitar o minimizar la generación de espumas en los digestores; para esto se usan varios sistemas de mezclado como bombeo de lodos, bombeo de gas a través de la mezcla del digestor y agitación mecánica (Montes, 2008).

Ajustes de pH y alcalinidad

El rango de pH óptimo para el ensayo se encuentra alrededor de la neutralidad (7,0 a 7,8 unidades) (Raposo *et al.*, 2006; Esposito *et al.*, 2012; Holliger *et al.*, 2016) con el fin de mantener la actividad metabólica de los microorganismos más sensibles que son las *arqueas* metanogénicas (Ortiz, 2011). Cuando el pH disminuye, se ve favorecido el fenómeno de inhibición de los microorganismos productores de CH₄, siendo recomendable utilizar productos químicos con capacidad buffer como algunos compuestos de sodio como el hidróxido, bicarbonato, carbonato o sulfato (Raposo *et al.*, 2006; Esposito *et al.*, 2012).

Condiciones anaerobias

Con el fin de obtener condiciones anaerobias dentro del reactor al iniciar el ensayo de PBM, algunos autores recomiendan realizar un burbujeo con gases como el Nitrógeno (N_2), Dióxido de Carbono (CO_2), Helio y algunas mezclas de $N_2:CO_2$ con un 70 a 80 % de N_2 y un 30 a 20% de CO_2 (Hansen *et al.*, 2004; Strömberg *et al.*, 2014). Sin embargo, según autores como Koch *et al.* (2015), este paso no es obligatorio ya que en algunos experimentos la concentración de oxígeno es despreciable y no se genera ningún efecto negativo.

Captura de CO_2

Este procedimiento se realiza dependiendo del método de cuantificación de biogás a utilizar. Para el método volumétrico se emplean soluciones básicas (NaOH generalmente 1 N y con un pH superior a 12 unidades). Para el manométrico se utilizan perlas de NaOH antes de tomar la lectura de presión, en las cuales el CO_2 es retenido (Valcke *et al.*, 1983, Souto *et al.*, 2010; Hoyos *et al.*, 2019). Esta captura del CO_2 permite que la medición del biogás corresponda fundamentalmente a CH_4 (Souto *et al.*, 2010).

3.3.3. Métodos para medición de biogás

3.3.3.1. Métodos Experimentales

Entre las condiciones experimentales se distingue la configuración y/o el método empleado para la cuantificación de biogás en los ensayos PBM, siendo los métodos MN, VM y de CG los más comunes (Angelidaki *et al.*, 2009; Esposito *et al.*, 2012). Estos se describen a continuación:

Manométricos (MN)

El método manométrico mide la presión que ejerce el gas sobre un sensor o “membrana del transductor de presión” la cual se acopla al reactor (Hafner *et al.*, 2019). La presión medida es ejercida por el biogás, el cual se constituye en su mayoría por CH_4 y dióxido de carbono o solamente CH_4 , dependiendo de la configuración del sistema (Ortiz, 2011). Para los casos en los que se desee medir solo la producción de CH_4 , se incorporan perlas de NaOH en una “canasta” suspendida en el interior del reactor para la absorción del CO_2 presente en el biogás, por lo que se asume que la presión registrada corresponde principalmente a CH_4 (Aquino *et al.*, 2007).

Volumétricos (VM)

Los métodos volumétricos consisten en la medición del volumen bajo condiciones de presión constante mediante el desplazamiento de jeringas o soluciones básicas y ácidas que funcionan como una solución barrera que permite o limita el paso del CO_2 según el caso (Torres y Pérez 2010; Raposo *et al.*, 2011). Para el caso de las soluciones básicas (captura de CO_2) éstas deben permanecer por encima de 12 unidades y para las ácidas por debajo de 4 unidades; las soluciones más utilizadas son las de alto potencial iónico, como NaOH, HCl, H_2SO_4 (Walker *et al.*, 2009; Torres y Pérez 2010).

Cromatografía de gases (CG)

Proporciona información cualitativa y cuantitativa de la composición de la muestra. Este método permite conocer el porcentaje de CH_4 y dióxido de carbono, identificados como los gases en mayor proporción en el biogás y de otros que

se encuentran en menor proporción (H_2S , NH_3 , etc). Para esto es necesario extraer el gas con una jeringa y posteriormente llevar la muestra al cromatógrafo (Figura 2). A pesar de tener mayor precisión que los métodos VM y MN (Esposito *et al.*, 2012), su uso se puede ver limitado por los altos costos de adquisición del equipo, mantenimiento, operación y mano de obra calificada (Raposo *et al.*, 2012; Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016).

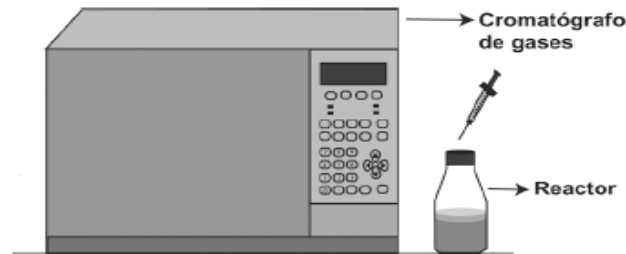


Figura 2. Instrumento usando en el método de cromatografía de gases
Fuente: Cárdenas Cleves *et al.* (2016)

3.4. Modelos cinéticos

Los modelos cinéticos permiten evaluar y optimizar los sistemas de procesos biológicos como la DA, que es un bioproceso complejo y no lineal (Rivera *et al.*, 2009), para el cual se han empleado diferentes modelos con los que se identifican parámetros y se valida la gran variabilidad de los resultados reportados, ya que estos difieren incluso al estar bajo las mismas condiciones operativas y ambientales (Rivera *et al.*, 2009; Parra-Orobio *et al.*, 2017).

El proceso de DA es influenciado por varios factores (sustrato, inóculo, condiciones operacionales y experimentales) (Cardenas-Cleves *et al.*, 2016) por lo que se recomienda estudiar estos procesos experimentales por medio de modelos cinéticos (Aldin *et al.*, 2011; Parra-Orobio *et al.*, 2017) dado que una predicción errada de la producción de CH_4 puede llevar a sobreestimaciones o subestimaciones que reducen la confiabilidad y credibilidad de los datos para la optimización del proceso (Gao *et al.*, 2014; Kafle y Chen, 2014).

Los modelos cinéticos se basan en tres aspectos fundamentales: la velocidad de crecimiento de los microorganismos, la relación entre la tasa de crecimiento de microorganismos y la utilización de sustrato y el comportamiento de los microorganismos con relación al sustrato (Morales, 2018). En la Tabla 4, se presentan algunos de los modelos cinéticos más empleados para analizar el proceso de digestión anaerobia (Kafle y Chen, 2014; Córdoba, 2016).

Tabla 4. Resumen de los modelos cinéticos

Modelo	Ecuación	Número
Primer orden	$PBM = PBM_0(1 - e^{-kt})$	1
Modificado de Gompertz	$PBM = PBM_0 e^{\{-e[\frac{R_{max}e}{PBM_0}(\lambda - t) + 1]\}}$	2
Remodificado de Gompertz	$PBM = P_1 e^{\{-e[\frac{R_1e}{P_1}(\lambda_1 - t) + 1]\}} + P_2 e^{\{-e[\frac{R_2e}{P_2}(\lambda_2 - t) + 1]\}}$	3
Función logística	$PBM = \frac{PBM_0}{1 + e^{\{\frac{4R_{max}}{PBM_0}(\lambda + t) + 2\}}}$	4

Fuente: Jiunn-Jyi *et al.* (1997); Cadavid-Rodríguez *et al.* (2013); Li *et al.* (2015); Niefla *et al.* (2015).

Donde,

PBM = Potencial bioquímico acumulado (mL CH₄/gSV)

PBM₀ = Potencia bioquímico del sustrato teórico (mL CH₄/gSV)

k = Constante de hidrólisis (días⁻¹)

t = Tiempo de ensayo (días)

R_{max} = Tasa de producción de CH₄ (mL CH₄/gSV.d)

= Fase de retraso (días)

e= Valor exponencial (2,718)

El modelo de primer orden asume que la producción de gas sigue una cinética de primer orden (Ecuación 1) y se simula la acumulación de biogás como un aumento exponencial (Niefla *et al.*, 2015). Este modelo es el más utilizado, debido a que permite establecer la velocidad de degradación del sustrato en la DA, específicamente la velocidad de hidrólisis que es una etapa clave en el proceso (etapa limitante) (Parra-Orobio *et al.*, 2017).

El modelo modificado de Gompertz (Ecuación 2), asume que la producción de biogás es proporcional a la actividad microbiana, esta proporcionalidad disminuye con el tiempo de retención de sólidos, lo que puede interpretarse como una pérdida en la eficiencia de la tasa de conversión de los compuestos a lo largo del tiempo (Jiunn-Jyi *et al.*, 1997; Donoso *et al.*, 2010). Aunque este modelo es uno de los modelos cinéticos más aplicados en el estudio de los factores que afectan la DA, presenta varios inconvenientes que afectan la predicción de la producción de CH₄ (Parra-Orobio *et al.*, 2017), ya que se ha encontrado que en este modelo es frecuente encontrar valores ligeramente más altos sin proporcionar una explicación biológica (fase de retraso negativo) y puede alterarse cuando la relación S/I es mayor que 0,7 (Donoso *et al.*, 2010; Li *et al.*, 2012). Además, este método no describe con precisión la producción de CH₄ acumulada entre las distintas fracciones orgánicas que ponen el sustrato. Cadavid-Rodriguez *et al.* (2013) muestran en su trabajo una remodificación al modelo modificado de Gompertz (Ecuación 3) añadiendo un término secundario que permite relacionar los parámetros cinéticos asociados a las fases de degradación de materiales de rápida y lenta transformación.

A partir del modelo de función logística, se puede obtener el rendimiento acumulado de CH₄ en el proceso de la DA (Ecuación 4), asumiendo que la producción de CH₄ es proporcional al tamaño de la población microbiana y al sustrato (Nopharatana *et al.*, 2007; Pommier *et al.*, 2006; Li *et al.*, 2012). Este modelo tiene dos limitaciones respecto a la tasa de producción de CH₄, las cuales son, la población microbiana al inicio del proceso y la disponibilidad del sustrato al final del proceso (Noguera, 2004). Cuando se tiene una temperatura en el rango psicrófilico (menor o igual a 20°C) este modelo es el más adecuado (Arenas *et al.*, 2016).

4. OBJETIVOS

4.1. Objetivo general

Evaluar la influencia del método de cuantificación de biogás/metano mediante métodos volumétricos y manométricos en la determinación del potencial bioquímico de metano (PBM) de la celulosa.

4.2. Objetivos específicos

Identificar las tipologías, características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones de los métodos experimentales de cuantificación de biogás/metano empleados en la determinación del PBM.

Evaluar a escala de laboratorio el efecto del método volumétrico (VB y VA) y el método manométrico (con y sin perlas de NaOH) sobre la determinación del PBM de celulosa.

5. METODOLOGÍA

El proyecto se desarrolló con el apoyo del grupo de investigación Estudio y Control de la Contaminación Ambiental (ECCA) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad del Valle y la convocatoria para el fortalecimiento de vocaciones y formaciones en CTel para la reactivación económica en el marco de la postpandemia 2020 (N° 891-2020). Para el desarrollo del trabajo se siguieron dos fases, cada una correspondiente a los objetivos específicos planteados.

5.1. Identificación de las tipologías, características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones de los métodos de cuantificación de biogás/metano empleados en la determinación del PBM

En esta fase se realizó vigilancia tecnológica siguiendo recomendaciones de autores como Arango *et al.* (2012), Gómez-Luna *et al.* (2014) y Casallas-Ojeda. (2020). A continuación, se describen las etapas metodológicas correspondientes a esta fase:

5.1.1 Búsqueda de información y conformación de datos

Para la búsqueda de información se empleó la base de Datos Scopus, considerada como una de las principales bases de datos sobre conocimiento técnico-científico a nivel internacional (Villamizar y Chaparro., 2016; Parra-Orobio *et al.*, 2019) y la base de datos de SciELO (Casallas *et al.*, 2020), que dispone principalmente de estudios científicos pertenecientes a la región de Latinoamérica y el Caribe, con lo cual se logró obtener un punto de vista internacional y regional (latinoamericano).

La ventana de observación fue de los últimos 17 años (2005 – 2021) (Ohemeng y Datta, 2019). Las ecuaciones de búsqueda se construyeron con base en palabras claves afines al tópico de interés y operadores booleanos (AND, OR, AND NOT); los términos de búsqueda se utilizaron en idioma inglés. En la Tabla 5 se presentan las ecuaciones de búsquedas empleadas para la vigilancia tecnológica.

Tabla 5. Ecuaciones de búsqueda

Ecuación	N°
"Biochemical methane potential" OR "BMP" AND "biogas measurement" OR "biogas production" OR "Biogas methods" OR "methane production" OR "methane measurement"	a
"Biochemical methane potential" OR "BMP" OR "anaerobic digestion" AND "Laboratory methods" OR "Reproducibility" OR "Batch assays"	b
"Anaerobic digestion" OR "biochemical methane potential" OR BMP AND "standardization" OR "Standardized method" OR "Standardized protocol"	c
"biochemical methane potential" OR "anaerobic digestion" AND "liquid displacement" OR "volumetric" OR "manometric" OR "chromatography" OR "Gravimetric"	d

5.1.2. Conformación de base de datos y Análisis de información

Los resultados de las ecuaciones de las respectivas bases de datos, fueron recopilados mediante archivos en formato .ris y .csv, que permitieron agrupar datos como: título del estudio, autores, resumen, palabras claves, país de estudio y año de publicación, los cuales fueron procesados mediante herramientas de vigilancia tecnológica como el software de libre acceso RefViz® 2.0, la cual permite conformar agrupaciones de términos comunes o galaxias mediante una interfaz gráfica que facilitó la interpretación de resultados (Vab Eck y Waltman, 2009; Gaviria-Cuevas *et al.*, 2019).

Los estudios identificados con ayuda de las herramientas de vigilancia tecnológica fueron sometidos a una primera revisión simple que consistió en una lectura del título, palabras clave y resumen, con el fin de descartar documentos que no guardaban relación con la temática de interés de estudio (pruebas de PBM, producción de biogás a escala de laboratorio, ensayos en reactores batch, método de medición, comparaciones entre laboratorios y revisiones de literatura) y artículos duplicados. Posteriormente, se realizó una selección de los artículos más relevantes de acuerdo con el enfoque de investigación. Finalmente, los documentos resultantes fueron revisados de manera más exhaustiva con el fin de identificar las características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones de cada uno de los métodos de cuantificación de biogás/metanos identificados para la determinación del PBM.

5.2. Evaluación a escala de laboratorio de los métodos volumétrico (desplazamiento ácido y alcalino) y manométrico (con y sin perlas de NaOH) sobre la determinación del PBM de la celulosa

El desarrollo de la fase experimental se realizó en los laboratorios de Biotecnología Ambiental y Manejo de Lodos y Compost de la Universidad del Valle del área de Ingeniería Sanitaria y Ambiental, sede Meléndez, ubicados a una altura de 970 m.s.n.m y temperatura promedio de 23,6 °C.

5.2.1. Sustrato e Inóculo

Con el fin de obtener datos comparables y reproducibles se empleó como sustrato la celulosa microcristalina analítica (α Celulosa: $C_6H_{10}O_5$)_n, debido a que es un sustrato homogéneo con composición definida recomendado para este tipo de estudios (Amodeo *et al.*, 2020). Los valores de sólidos totales (ST), sólidos volátiles (SV) se determinaron para conocer la relación SV/ST entre otros parámetros que se muestran en la Tabla 6 (Hansen *et al.*, 2004; Holliger *et al.*, 2016; Koch *et al.*, 2017; Amodeo *et al.*, 2020).

El inóculo empleado provino de un reactor anaerobio de flujo ascendente que trata residuos de una central de sacrificio de ganado vacuno y porcino (lodo granular), el cual ha dado buenos resultados en estudios de sustratos más complejos como residuos de alimentos (Parra-Orobio *et al.*, 2018). En la Tabla 6 se resumen los parámetros recomendados para la caracterización del inóculo (Torres y Pérez, 2010; Holliger *et al.*, 2016).

Tabla 6. Caracterización del sustrato e inóculo

Parámetro	Unidades	Método
Sólidos Totales (ST)	mg/L	2540B-SM
Sólidos Volátiles (SV)	mg/L	2540E-SM
Alcalinidad Total y Bicarbonática	mg CaCO ₃ /L	2320B-SM
pH	Unidades	NTC 5167
Ácidos Grasos Volátiles AGV	mg/L	5560D-SM

Fuente: APHA (2005); Icontec (2004); Torres y Pérez (2010); Parra-Orobio *et al.* (2018)

5.2.2. Montaje experimental

Los reactores empleados para los ensayos PBM fueron botellas de plástico de alta densidad autoclavables con volumen de 1 L, los cuales se alimentaron con una relación sustrato/inóculo (S/I) de 1 gSV_{sustrato}/gSV_{inóculo} (Amodeo *et al.*, 2020); el pH inicial se ajustó a un valor de 7,0 con soluciones de NaHCO₃ al 4% (% m/v) y HCl 0,1N y se adicionó una solución de nutrientes (Tabla 7) con el objetivo de favorecer el arranque y desarrollo del proceso (Torres y Pérez, 2010; Esposito *et*

al., 2012). En cada reactor se dejó un *headspace* del 50 % del volumen total para el almacenamiento del biogás (Casallas-Ojeda *et al.*, 2020).

Cada configuración se realizó por triplicado y adicionalmente se tuvo un control negativo (inóculo, solución de nutrientes y agua destilada) para corregir la producción de biogás/metano por oxidación endógena (Cárdenas-Cleves *et al.*, 2016; Holliger *et al.*, 2016). Las mediciones se realizaron con una frecuencia de seis veces al día durante los días de mayor actividad y posteriormente la frecuencia se redujo a dos veces al día (reducción de actividad) hasta la estabilización de los reactores (producción de biogás o CH₄ inferior al 1 % del volumen de biogás acumulado) (Holliger *et al.*, 2016), que ocurrió a los 32 días.

Método VM

Para el VM por desplazamiento ácido (VA) se utilizó una solución de H₂SO₄ a pH <2 (Pham *et al.*, 2013; Rodrigues *et al.*, 2019) y para el desplazamiento básico (VB) la solución se preparó con NaOH hasta alcanzar una concentración 2 N (Esposito *et al.*, 2012); además, se adicionó fenolftaleína como indicador de control de calidad de la solución por cambios de pH relacionados con la absorción de CO₂ (cambios de la solución). En la Figura 3 se muestra el esquema de la configuración experimental que se empleó para determinar el PBM por el método VM de cuantificación por VB (Rodrigues *et al.*, 2019); para el método por desplazamiento ácido se utilizó una configuración semejante (solución desplazante de H₂SO₄). Los reactores estuvieron sometidos a un baño térmico controlado por una termocupla a una temperatura de 35 ± 0,5 °C. la medición del biogás se realizó mediante la lectura directa del desplazamiento de la probeta graduada y se ajustó a condiciones normales (1 atm, 0°C) de acuerdo con Walker *et al.* (2009).

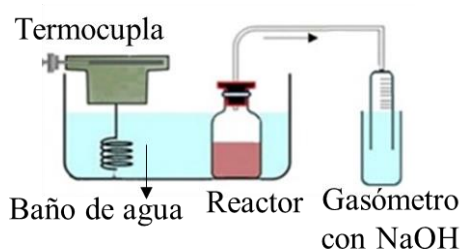


Figura 3. Esquema de configuración experimental (VB)

Fuente: Adaptado de Rodrigues *et al.* (2019)

Tabla 7. Solución de nutrientes recomendada para ensayos PBM

Solución	Compuesto	Unidades	Concentración
Macronutrientes	NH ₄ Cl	gL ⁻¹	170
	KH ₂ PO ₄	gL ⁻¹	37
Micronutrientes	MgSO ₄ ·4H ₂ O	gL ⁻¹	9
	CaCl ₂ ·2H ₂ O	gL ⁻¹	8
	NaHCO ₃	mgL ⁻¹	1000
	FeCl ₃ ·6H ₂ O	mgL ⁻¹	2000
	ZnCl ₂	mgL ⁻¹	50
	CuCl ₂ ·2H ₂ O	mgL ⁻¹	30
	MnCl ₂ ·4H ₂ O	mgL ⁻¹	500
	(NH ₄) ₂ MoO ₇ ·4H ₂ O	mgL ⁻¹	90
	AlCl ₃ ·6H ₂ O	mgL ⁻¹	50

	CoCl ₂ ·6H ₂ O	mgL ⁻¹	2000
	NiCl ₂ ·6H ₂ O	mgL ⁻¹	50
	H ₃ BO ₃	mgL ⁻¹	50
	Na ₂ SeO ₃ ·5H ₂ O	mgL ⁻¹	100
	EDTA	mgL ⁻¹	1000
	HCl 36%	mgL ⁻¹	1
Otros	Agente reductor Na ₂ SO ₃ ·7H ₂ O	gL ⁻¹	100
	Indicador de Potencial Redox (Resazurina)	gL ⁻¹	0.5
	Extracto de levadura (Fuente de vitaminas)	gL ⁻¹	0.2

Fuente: Torres y Pérez, (2010); Cárdenas-Cleves *et al.* (2016)

Método MN

En la Figura 4 se muestra el esquema de la configuración experimental para el método MN (manómetro); el cual consta de un espacio (capuchón) para el almacenamiento de las perlas de NaOH para la captura del CO₂ en el cual se añaden 0,3 g de perlas de NaOH (Pabon *et al.*, 2012), este paso se omite para el caso de la configuración sin perlas. La temperatura de incubación se mantuvo a 35 ± 0,5 °C en una incubadora WTW TS 606-G/2-i (WTW, Giessen, Germany). Las mediciones se realizaron con la inserción de un manómetro de aguja (WIKA CPG500) en el cual se registraba la presión, cuando dicho valor era superior los 210 mmbar se realizaban alivios de presión (Hafner *et al.*, 2019).



Figura 4: Esquema del método manométrico.

Para la determinación del PBM por el método MN, se emplearon las ecuaciones que se presentan en la Tabla 9, las cuales consideran el CH₄ disuelto y se obtiene el PBM bajo condiciones normales (0°C y 1 atm) y para el método VM se emplearon las ecuaciones de la Tabla 8 (0°C y 1 atm). La Figura 5 muestra las variables consideradas para las ecuaciones del método VM.

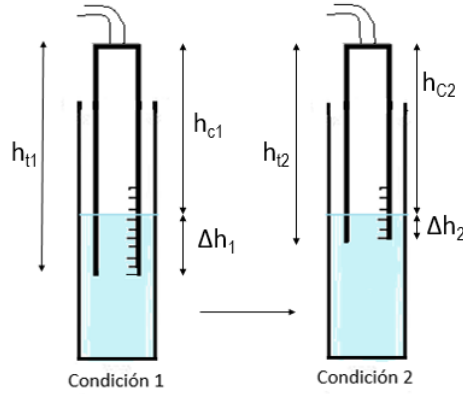


Figura 5. Esquema de medición método volumétrico

Fuente: Adoptado de Walker *et al.* (2009)

Tabla 8. Ecuaciones para el cálculo del PBM mediante el método volumétrico

Ecuación	Parámetros
$P_w = 0,61121 * e^{((18,678 - \frac{T_e}{2344,5}) * (\frac{T_e}{257,14 + T_e}))} \quad (20)$ $V_{biogásCE} = V_o * \frac{P_a}{101,2} * \frac{273,2}{273,2 + T_e} * (1 - \frac{P_w}{P_a}) \quad (21)$ $V_{CH_4CE} = V_{biogásCE} * \%CH_4 \quad (19)$ $PBM = \frac{V_{CH_4CE}}{g\ SV} \quad (17)$	P_w: Presión de vapor de agua (K_{pa}) T_e: Temperatura del experimento (°C) $V_{biogásCE}$: Volumen de biogás en condiciones normales (mL) V_o: Volumen medido (mL) P_a: Presión atmosférica en laboratorio (Kpa) V_{CH_4CE}: Volumen de CH₄ en condiciones normales (mL) $\%CH_4$: Porcentaje de CH₄ en la composición del biogás (%) PBM: Potencial Bioquímico de CH₄ (mL/gSV) $g\ SV$: SV iniciales del sustrato (g SV)

Fuente: Adaptado de Walker *et al.* (2009)

Tabla 9. Ecuaciones para calcular el PBM mediante el método manométrico

Ecuación	Parámetros	Objetivo
Ecuaciones para la configuración MN con perlas		
$n_{CH_4} = \frac{\Delta P * V1}{R * T_e} \quad (9)$	n_{CH_4} : Moles de CH ₄ (mol) ΔP : Incremento de la presión en el reactor (atm) $V1$: Volumen libre (L) R : Constante de los gases ideales (atm*L/K*mol) T_e : Temperatura del experimento (K)	9-11. Cuantificar volumen de CH ₄ a condiciones estándar
$V_{CH_4CE} = \frac{n_{CH_4} * R * T_{CE}}{P_{CE}} \quad (10)$	V_{CH_4CE} : Volumen de CH ₄ condiciones estándar (L) T_{CE} : Temperatura a condiciones estándar (K) P_{CE} : Presión a condiciones estándar (atm)	
$H_{CH_4} = 10^{(\frac{-675,74}{T_e + 273K} + 6,88)} \quad (11)$	H_{CH_4} : Constante de Henry para el CH ₄ (atm) $X_{CH_4disuelto}$: Fracción molar de CH ₄ disuelto	11-15. Cuantificar volumen total de CH ₄ en condiciones estándar
$X_{CH_4disuelto} = \frac{\Delta P}{H_{CH_4}} \quad (12)$	$M_{CH_4disuelto} = \frac{M_{CH_4disuelto} * V_u}{1 - X_{CH_4disuelto}} \quad (13)$	
$n_{CH_4disuelto} = M_{CH_4disuelto} * V_u \quad (14)$	M_{H_2O} : Concentración molar del agua (mol/L) $n_{CH_4disuelto}$: Moles de CH ₄ disuelto (mol) V_u : Volumen útil (L) $V_{CH_4disueltoCE}$: Volumen de CH ₄ disuelto (L)	16. Cuantificar volumen total de CH ₄ en condiciones estándar
		17. Cuantificar el

$V_{CH4disuelto CE} = \frac{n_{CH4DISUELTO} \cdot R \cdot T_E}{\Delta P} (15)$	$V_{CH4 CE}$: Volumen total de CH4 condiciones estándar (L) PBM: Potencial Bioquímico de CH4 (L/gSV) gSV: SV iniciales del sustrato	Potencial Bioquímico de CH4
$V_{CH4 CE} = V_{CH4 CE} + V_{CH4disuelto CE} (16)$		
$PBM = \frac{V_{CH4 CE}}{gSV} (17)$		
Ecuación	Parámetros	Objetivo
Ecuaciones configuración MN sin perlas		
$V_2 = \frac{P_1 \cdot V_1 \cdot T_2}{P_2 \cdot T_1}$	V_2 = Volumen de biogás a condiciones normales (mL) V_1 = Volumen del head space (mL) P_1 = Presión medida experimentalmente (atm) P_2 = Presión a condiciones normales (1 atm) T_1 = Temperatura del experimento (K) T_2 = Temperatura a condiciones normales (237 °K)	18. Cuantificar volumen de biogás a condiciones normales
$V_{CH4 CE} = V_2 \cdot \%CH4$	$V_{CH4 CE}$: Volumen de CH4 en condiciones estándar (mL) $\%CH4$: Porcentaje de CH4 en la composición del biogás (%)	19. Cuantificar fracción de biogás correspondiente a CH4
$PBM = \frac{V_{CH4 CE}}{gSV}$	$V_{CH4 CE}$: Volumen total de CH4 condiciones estándar (L) PBM: Potencial Bioquímico de CH4 (L/gSV) gSV: SV iniciales del sustrato	17. Determinación de PBM

Fuente: Adaptado de Cárdenas-Cleves *et al.* (2016)

5.3. Análisis cinético

Con el objetivo de observar el efecto del método de cuantificación de biogás sobre la cinética del proceso, se utilizaron los resultados experimentales obtenidos de los ensayos PBM para evaluar el proceso a partir de los modelos modificado de Gompertz y de primer orden (Tabla 4).

5.4. Análisis estadístico de los resultados

Para el tratamiento de los datos se utilizaron herramientas de estadística descriptiva como desviación estándar, promedio y coeficiente de variación. Adicionalmente, con el objetivo de identificar el efecto de los métodos de medición de biogás/metanos propuestos sobre el PBM, se aplicó un análisis de varianza (ANOVA) de una sola variable (PBM como variable respuesta) con un nivel de significación $p < 0,05$ (95% de confianza). En el caso de encontrar diferencias significativas entre las diferentes configuraciones, se utiliza una prueba post-ANOVA Tukey HSD (Honestly Significant Difference) (Abdi y Williams, 2010) que permite encontrar entre qué parejas de configuración se presentaron diferencias significativas.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

6.1. Identificación de las tipologías, características, metodologías, ventajas, limitaciones y aplicaciones de los métodos de cuantificación de biogás/metano empleados en la determinación del PBM

La Tabla 10 muestra los resultados encontrados en las bases de datos Scopus y Scielo por cada una de las ecuaciones de búsqueda planteadas, en los que se observa que se obtuvieron un total de 3.885 artículos. La base de datos de Scielo posee un número menor de artículos respecto a Scopus, lo que puede deberse a que esta última tiene una cobertura de aproximadamente 140 países y, Scielo 18, correspondientes a 15 países de Latinoamérica y el Caribe, dos países europeos (España y Portugal) y uno del continente africano (Sudáfrica), sumado a esto, los países con mayor producción optan por revistas que sean más reconocidas y tengan mayor estatus científico.

Tabla 10. Número de artículos encontrados por ecuación y base de datos

Ecuación	Scopus	Scielo
"Biochemical methane potential" OR "BMP" AND "biogas measurement" OR "biogas production" OR "Biogas methods" OR "methane production" OR "methane measurement"	961	51
"Biochemical methane potential" OR "BMP" OR "anaerobic digestion" AND "Laboratory methods" OR "Reproducibility" OR "Batch assays"	540	254
"Anaerobic digestion" OR "biochemical methane potential" OR BMP AND "standardization" OR "Standardized method" OR "Standardized protocol"	59	50
"Biochemical methane potential" OR "anaerobic digestion" AND "liquid displacement" OR "volumetric" OR "manometric" OR "chromatography" OR "Gravimetric"	1.222	248
Subtotal	2.782	603
Total	3.385	

En la Figura 6 se muestra el esquema de los pasos de filtración de documentos mediante los cuales se pasó de 3.385 documentos encontrados a 765 seleccionados para su revisión (Reyes *et al.*, 2018).

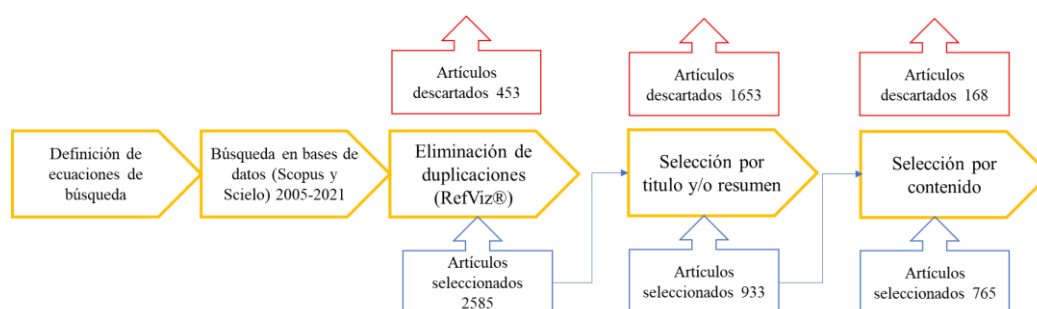


Figura 6. Esquema del proceso de revisión de artículos

Fuente: Adaptado de Reyes *et al.* (2018)

A partir de los 765 artículos seleccionados se conformó el mapa de galaxias (27) generado por el programa RefViz® 2.0 (Figura 7). Éstas se clasificaron en 4 grupos de acuerdo con su semejanza en temáticas de estudio, los cuales se describen en la Tabla 11.

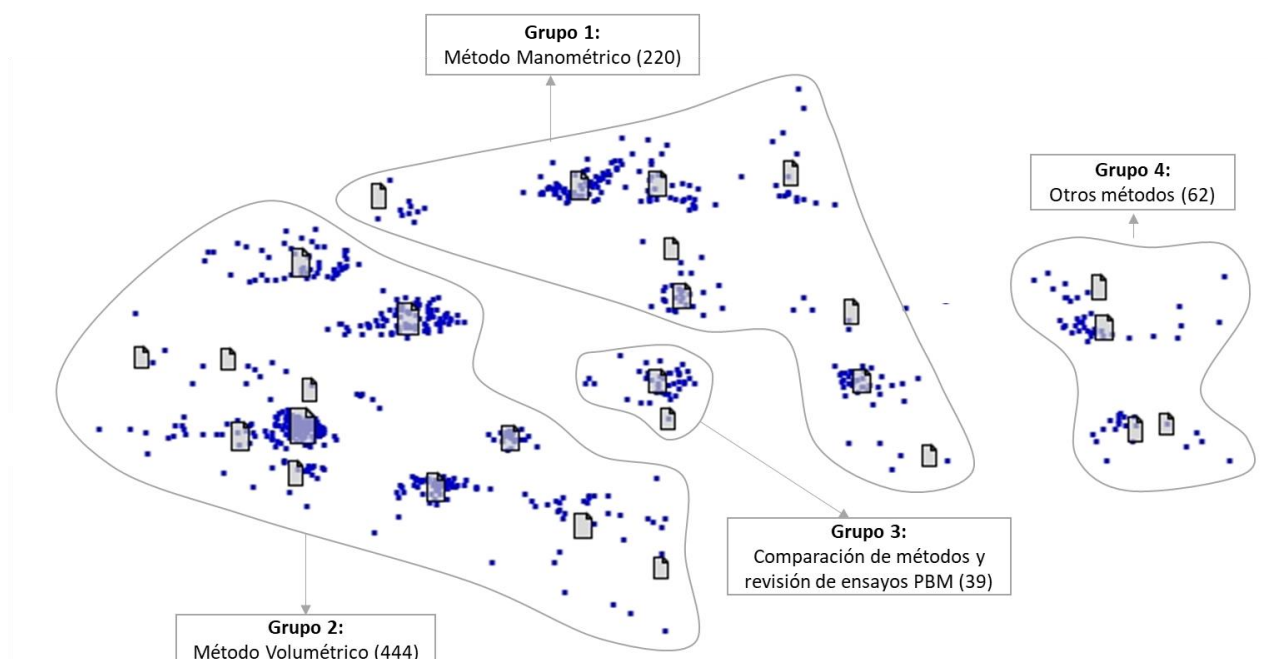


Figura 7. Consolidación de galaxias en RefViz

Tabla 11. Descripción de la línea de investigación de los grupos de galaxias

Grupo	Descripción
G1. Método manométrico (MN)	Se realizan mediciones de biogás y CH ₄ con diferentes configuraciones del método manométrico, generalmente viene acompañado de un análisis de cromatografía de gases, también se describe el uso de perlas de NaOH para la captura de CO ₂ y el sistema automático Oxitop®.
G2. Método volumétrico (VM)	Se realizan mediciones de biogás y CH ₄ con diferentes configuraciones manuales del método volumétrico, sobresaliendo el uso de compuestos básicos líquidos como NaOH y KOH para la captura del CO ₂ , seguido por el método automatizado AMPTS II y la medición por desplazamiento de agua. En menor medida se usan los compuestos ácidos como HCl y NaCl y cilindros o jeringas.
G3. Comparación de métodos y revisión de ensayos PBM	Comparaciones entre los resultados de las mediciones de biogás o CH ₄ utilizando diferentes métodos de cuantificación en una prueba de PBM, siendo los métodos VM (desplazamiento básico manual y automatizado AMPTS II) y MN (Oxitop® y manual) los más comparados.
G4. Otros métodos	Se incluyen métodos como la cromatografía de gases (CG), espectroscopia de infrarrojo, equipos como el kit Envital, gravimétricos (basados en la variación del peso) y métodos de densidad del gas.

La dispersión en los grupos se deba a que el programa RefViz forma galaxias con artículos de poseen características similares, se noto que los artículos se agrupaban en las galaxias según sus palabras clave principalmente, pero también el tipo de sustrato utilizado, en algunas ocasiones el autor también influenciaba el agrupamiento.

Los métodos VM y MN fueron los métodos más citados en los estudios de PBM, con un porcentaje aproximadamente del 58,04% y 28,8% respectivamente, lo cual coincide con lo indicado por autores como Rozzi *et al.* (2004), Raposo *et al.* (2011) y Pereira *et al.* (2012); adicionalmente, esto se ve soportado por diferentes estudios interlaboratorios como los de Raposo *et al.* (2011) y Hafner *et al.* (2020) en los que predominaron los métodos VM.

El rápido incremento del interés de los métodos utilizados para cuantificar biogás o CH₄ y en general de los ensayos PBM está asociado al acelerado crecimiento económico de los últimos años, el agotamiento de los combustibles fósiles convencionales y el aumento en los precios, junto con la crisis ambiental, que ha impulsado el interés por realizar estudios

sobre opciones de producción de energías renovables, sostenibles y respetuosas con el ambiente, como lo es el biogás obtenido a partir de la DA (Raposo *et al.*, 2011; Wang *et al.*, 2013; Barrio *et al.*, 2017). La Figura 8 muestra la evolución del uso de los métodos en el periodo estudiado, la cual ratifica que el método VM ha tenido gran acogida por la comunidad científica, presentando un aumento significativo a través de los años, seguido por los métodos MN.

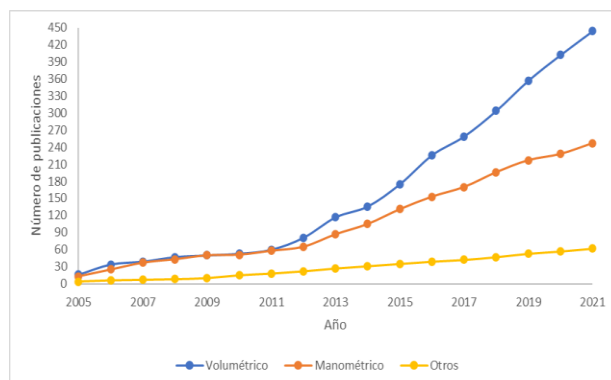


Figura 8. Distribución del uso de los métodos por año

● Producción por continente y país:

Desde el punto de vista de los estudios por continente (Figura 9), se observa que Europa lidera las investigaciones publicadas sobre la temática de estudio, lo que posiblemente está asociado a la existencia de políticas energéticas y climáticas que estimulan la producción de energías limpias y renovables, convirtiéndolo en el principal productor mundial de CH₄ para combustible de vehículos y gas natural, lo que trae consigo beneficios económicos, ambientales y climáticos (Battista *et al.*, 2019; Pablo-Romero *et al.*, 2019). En 2015 la región tuvo una producción de 18.000 millones de m³ CH₄ para generación de electricidad, representando la mitad de la producción mundial de biogás (Scarlat *et al.*, 2018).

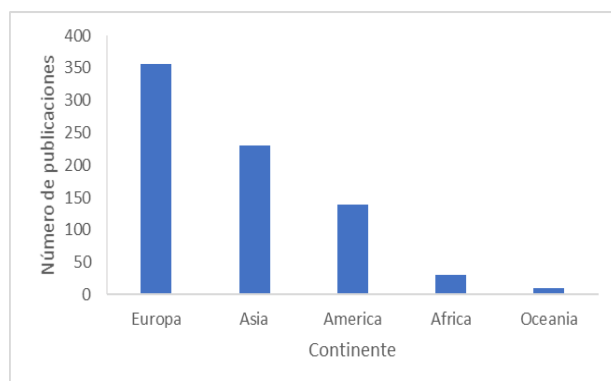


Figura 9. Producción de artículos por continente entre 2005-2021

El segundo continente con mayor producción de investigaciones es Asia, siendo China e India los mayores representantes. La predominancia de estudios en China estaría relacionada con que es el país con el mayor crecimiento económico registrado en los últimos años a nivel mundial y consecuentemente el aumento de desperdicios de material orgánico procedente de residuos agroindustriales y de origen municipal principalmente, que tienen un alto potencial de aprovechamiento mediante digestión anaerobia (Negri *et al.*, 2020). En cuanto al continente americano, los países con mayor producción son Estados Unidos, Brasil y Colombia.

Desde el punto de vista del tipo de método experimental, la Figura 10 muestra que en los países europeos como España, Alemania, Italia y Suecia predomina el uso de métodos VM, siendo más frecuente la configuración por desplazamiento básico con NaOH o KOH como solución barrera para atrapar el CO₂ y reportar la producción de biogás en forma de CH₄; en Francia predomina el uso de métodos como la CG y la espectroscopía de infrarrojo, seguido por el método VM por desplazamiento ácido con HCl.

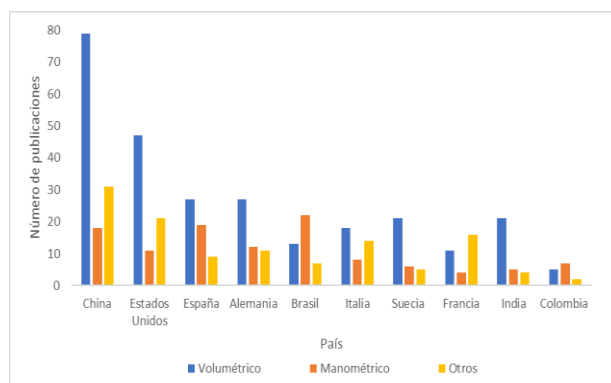


Figura 10. Distribución del uso de métodos de medición por país.

Para el caso del continente asiático, el mayor número de estudios PBM que se reporta procede de China, siendo el método VM automatizado o Sistema Automático de Evaluación del Potencial de Metano (AMPTS II) el más extendido, el cual requiere una menor inversión de tiempo y mano de obra, pero exige una mayor inversión económica a diferencia de los métodos manuales (Browne y Murphy, 2013) como el desplazamiento básico manual que predomina en India. En el caso del continente americano, en Estados Unidos el método de cuantificación más usado es el VM por AMPTS II y la configuración de jeringas; este último es muy usado en conjunto con la CG, la cual requiere equipos especializados de laboratorio de mayor inversión económica y complejidad técnica (Raposo *et al.*, 2012). En el caso de los países latinoamericanos, éstos tienen en común el uso del método MN como principal método de medición, siendo la configuración automatizada Oxitop® la más usada, seguido por el método VM manual por desplazamiento básico con NaOH, en los cuales se reduce el uso de equipos de alto costo como los de CG.

En general se observa un mayor nivel de desarrollo y de estudios en países como China y Estados Unidos, debido a mayores facilidades económicas y políticas de aprovechamiento de residuos sólidos que incentivan estudios de DA de residuos orgánicos, que pueden facilitar el uso de métodos automatizados como el AMPTS II y la CG (Linville *et al.*, 2015; Meegoda *et al.*, 2018); en contraste, en PeD como Brasil y Colombia generalmente hay menor disponibilidad de equipos especializados como cromatógrafos, por lo que es más común el uso de métodos manuales como el VM y MN alcalinos, debido al requerimiento de equipos relativamente simples y de menor costo (Ortiz, 2011).

En síntesis, el método VB manual es el más usado de los métodos experimentales identificados, con un porcentaje de aproximadamente el 26,8% de todos los artículos estudiados, seguido por la configuración AMPTS con un 20,3% y el MN básico manual 13,7% y Oxitop® con el 11,01%, seguido por el método VA con un 8,94%. Estos métodos han sido los más comparados en estudios de laboratorios (Raposo *et al.*, 2011; Amodeo *et al.*, 2020; Hafner *et al.*, 2020); en cuanto a otros métodos experimentales identificados, están la CG con un 5,1%, seguido del método MN acompañado de un análisis de CG con un 4,05%, y finalmente el método de espectroscopia con un 2,5%, métodos VM con jeringas un 2% y en menor proporción los MG y MD.

6.1.1. Descripción de los métodos experimentales de medición del PBM

A continuación, se describen las características, ventajas y limitaciones de los principales métodos experimentales de cuantificación de biogás/metano identificados para el análisis del PBM.

Métodos Volumétricos (VM):

Se basan en la medición variable del volumen de biogás o CH_4 a presión y temperatura constante (Holliger *et al.*, 2016). La primera configuración de este método fue propuesta por Owen *et al.* (1979), la cual consistió en conectar una jeringa de vidrio al reactor para que la sobrepresión generada por el biogás desplazara el pistón de la jeringa hasta alcanzar un equilibrio entre la presión atmosférica y la presión acumulada en el sistema y poder medir el volumen de biogás.

Posteriormente se desarrollaron métodos VM basados en el desplazamiento líquido, del cual se derivan la mayoría de las configuraciones de las mediciones volumétricas (Parajuli, 2011). La Tabla 12 muestra diferentes configuraciones de este método encontradas durante la vigilancia tecnológica.

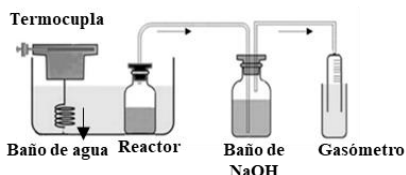
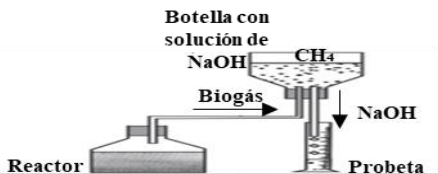
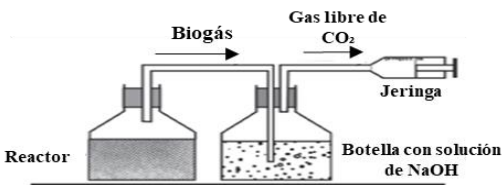
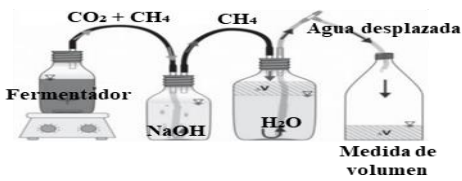
En el método VM por desplazamiento líquido, el funcionamiento de la recolección de biogás se realiza generalmente con una solución que se desplaza a medida que se captura el biogás, la cual puede ser de carácter básico o ácido, o incluso aceite, lo cual varía según los requerimientos de los investigadores. En este caso el volumen del biogás se determinó inicialmente por medio de un cilindro graduado o recipientes que permitían cuantificar el volumen a través de la medición del líquido desplazado por el biogás o CH_4 como se muestra en las Figuras 12 a 15 (Valcke & Verstraete, 1983; Walker *et al.*, 2009); posteriormente, el método evolucionó con la incorporación de instrumentos más sofisticados como el Eudiómetro (Figura 11 y 16), que de acuerdo con BS, (2004) y Raposo *et al.* (2012), permite registrar mediciones más precisas; este último método es recomendado en la Norma VDI 4630 (VDI, 2006).

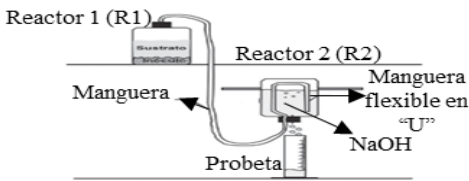
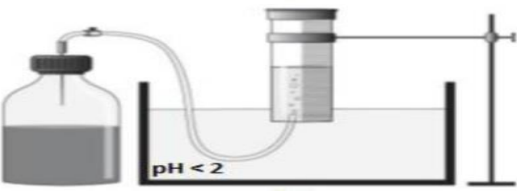
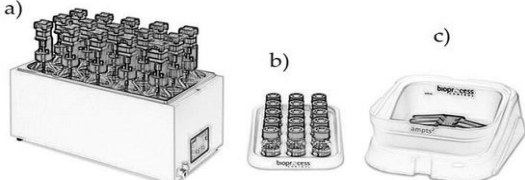
Dependiendo del pH de la solución desplazante (ácida o alcalina) es posible cuantificar el volumen de biogás o el CH_4 directamente (Torres y Pérez 2010; Raposo *et al.*, 2011; Holder *et al.*, 2017). La función de las soluciones alcalinas consiste en absorber el CO_2 transformándolo en carbonatos para que la medición de volumen corresponda principalmente a CH_4 (Soto *et al.*, 1993; Sponza, 2003; Castro *et al.*, 2016). Las soluciones alcalinas deben de tener un $\text{pH} > 12$, para lo cual se utiliza comúnmente NaOH o KOH a una concentración de 2 N (Esposito *et al.*, 2012; Castro *et al.*, 2016) o 3 M, que puede ir acompañada de un indicador de pH como timolftaleína con viraje en un rango de pH (9,3 a 10,5) (Strömberg *et al.*, 2014; Koch *et al.*, 2016) o fenolftaleína con viraje a pH (8,0 a 9,0) (Cruz-Salomón *et al.*, 2017; Zhao *et al.*, 2018) para controlar la calidad de la solución por posible cambio de pH es recomendado realizar un análisis de CG para evidenciar que el CO_2 es capturado en el proceso (Wang *et al.*, 2014; Amodeo *et al.*, 2020), sin embargo, de acuerdo con los resultados de Pham *et al.* (2013), no hay diferencias significativas entre el método VB y CG.

Autores como Rodrigues *et al.* (2019) también mencionan el uso una solución de sellado después de la trampa para el CO_2 , que puede ser una solución salina de NaCl a $\text{pH} < 2$, agua acidificada o ácidos fuertes como HCl y H_2SO_4 con el fin de evitar pérdidas del gas CH_4 a cuantificar (Figura 11), este es el mismo concepto usado para el método VA (Figura 17), en el cual la solución barrera tiene como finalidad limitar la difusión del CO_2 mediante la reducción de su solubilidad y disminución de pérdidas del biogás (Pham *et al.*, 2013; Solarte *et al.*, 2017; Rodrigues *et al.*, 2019). A modo de control de la calidad de la solución se pueden emplear indicadores como el naranja de metilo con un rango de viraje de pH de 3,1 a 4,4 unds (DIN 38414-18, 2015; Kleinheinz y Hernandez, 2016). Otros de los medios empleados para generar el desplazamiento líquido es el aceite mineral, el cual puede sustituir el uso de la solución acuosa para reducir las pérdidas de evaporación por exposición a la atmósfera y aunque el CH_4 y CO_2 son más solubles en aceite que en agua destilada, el problema se resuelve después del primer contacto del aceite con el biogás, por lo que se recomienda usar poco volumen de aceite (i.e. 4 mL) y mantener constante la presión del Headspace del recipiente (Liu *et al.*, 2004).

Por último, la variante más reciente en el método VM es conocida como el AMPTS II, un método automatizado para la medición de datos y el cálculo de la producción de CH_4 ; este método fue desarrollado por la compañía de control de bioprocesos de Suecia (Shi, 2012) y surgió como una alternativa a la debilidad protocolaria de los ensayos PBM (Figura 18) (Himanshu *et al.*, 2017; Jingura y Kamusoko, 2017; Nwaigwe *et al.*, 2018; Ohemeng y Datta, 2019). Sin embargo, los costos para adquirir dichos equipos pueden limitar la adquisición de estos en PeD (Ortiz, 2011).

Tabla 12. Configuraciones del método VM por desplazamiento líquido

Configuración	Descripción	Referencia
 Figura 11. Configuración VM con trampa de NaOH y NaCl con medición de CH₄ en gasómetro	En esta configuración el reactor es sometido a un baño térmico de agua con ayuda de una termocupla que regula la temperatura, posteriormente el biogás generado compuesto principalmente por CO₂ + CH₄, pasa por medio de mangueras a una trampa de NaOH con el fin de atrapar el CO₂, luego el gas resultante (CH₄) es trasladado con una manguera hasta un gasómetro con el fin de registrar su volumen, este dispositivo cuenta con una solución de NaCl acidificada a pH<2 con el fin de evitar difusión del CH₄.	Rodríguez <i>et al.</i> (2019)
 Figura 12. Configuración VM con trampa de NaOH con medición de CH₄ en probeta	Al reactor se le conecta una manguera para trasladar el biogás hasta una botella invertida con NaOH al 2 N, en la cual el CH₄ se acumula y desplaza la solución de NaOH hacia una probeta en la que se registra el volumen en una probeta, que corresponde al volumen de CH₄ generado.	Esposito <i>et al.</i> (2012); Cárdenas-Cleves <i>et al.</i> (2016)
 Figura 13. Configuración VM con trampa de NaOH con medición de CH₄ en jeringa	Una manguera conectada al reactor traslada el biogás hasta una botella con NaOH en la que el CH₄ se acumula en la parte superior y es conducido por medio de una manguera hasta una jeringa que registra el volumen de CH₄ generado.	Cárdenas-Cleves <i>et al.</i> (2016)
 Figura 14. Configuración VM con trampa de NaOH y H₂O con medición de CH₄ en botella	El reactor reposa sobre una plancha que proporciona la temperatura deseada y el biogás generado es trasladado por una manguera hasta una solución de NaOH para la retención del CO₂, posteriormente el CH₄ acumulado en la parte superior de la botella y es conducido mediante una manguera hasta una nueva botella con agua sobre la cual el volumen acumulado de CH₄ desplaza el agua hasta otra botella vacía que cuantifica el volumen de CH₄.	Capcha <i>et al.</i> (2016)

Configuración	Descripción	Referencia
 Figura 15. Configuración VM con trampa de NaOH con efecto sifón, medición de CH₄ en probeta	El biogás generado en el reactor 1 (R1) se lleva a una botella invertida (R2) por medio de una manguera en forma de sifón que impide que la solución de NaOH contenida en R2 vuelva a R1. El CH₄ que se acumula en R2 desplaza la solución de NaOH hacia una probeta que registra el volumen de CH₄ generado.	Cárdenas-Cleves <i>et al.</i> (2016)
 Figura 16. Configuración VM con trampa de NaOH con medición de CH₄ en cilindro	En esta configuración el reactor es sometido a un baño térmico de agua que regula la temperatura, posteriormente el biogás generado compuesto principalmente por CO₂ + CH₄, pasa por medio de una manguera a una trampa de NaOH con el fin de atrapar el CO₂, esta trampa dispone de un gasómetro (cilindro) que permite cuantificar el volumen de CH₄.	Ohemeng y Datta, (2019)
 Figura 17. Configuración VM con trampa de HCl con medición de biogás cilindro	En esta configuración se utiliza solución de HCl a 0,5 M en un recipiente equipado con un cilindro, se inyecta una aguja con una manguera en el tapón de un reactor y el otro extremo se conecta en la parte inferior de un cilindro, para que el biogás desplace el líquido contenido en él logrando cuantificar el volumen del gas a partir de este desplazamiento.	Pham <i>et al.</i> (2013)
 Figura 18. Configuración AMPTS II	Configuración para el AMPTS II. a). Unidad de incubación de muestras con botellas y mezcladores. b). Unidad de absorción de dióxido de carbono. c). Conjunto de celdas de flujo. Este equipo está conformado por un baño térmico (Unidad a), que permite ubicar varios reactores equipados con un mezclador que puede operar de manera continua o intermitente, seguido por una solución alcalina de NaOH a pH>12 que funciona como trampa de CO₂ (Unidad b) y por último una unidad de cuantificación de celdas independientes (Unidad c) para cada reactor, en las que es posible conocer el volumen del gas medido por medio de un volumen previamente calibrado.	Amodeo <i>et al.</i> (2020)

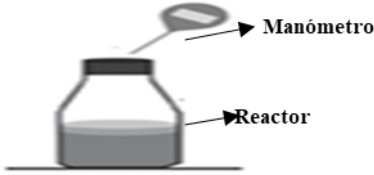
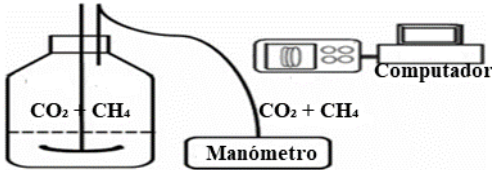
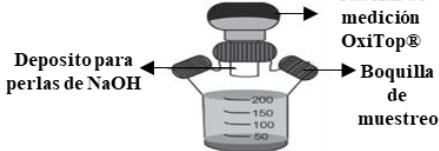
Métodos Manométricos (MN):

Los métodos MN se basan en la medición de cambios en la presión que ejerce el gas acumulado dentro de la cabeza del reactor sobre un sensor, manteniendo el volumen y temperatura constante; el medidor de presión puede ser insertado en diferentes intervalos de medición (configuraciones manuales - Figura 19) o estar acoplado al reactor (configuración automática - Figuras 20 y 21). Las configuraciones del método MN no permiten conocer la composición del biogás y, por tanto, para conocerla es necesario usar como método complementario la CG, el cual requiere de un equipo sofisticado y

de elevado costo (Valero *et al.*, 2016; Himanshu *et al.*, 2017; Parra-Orobio., 2018; Hafner *et al.*, 2019). La Tabla 13 muestra las configuraciones de los métodos MN en ensayos PBM (Aquino *et al.*, 2007; Hafner *et al.*, 2019; Hafner *et al.*, 2020).

El sistema OxiTop® es un método automatizado de cuantificación de gas mediante un transductor de presión digital acoplado al reactor. El sistema fue inicialmente desarrollado para la medición de la demanda bioquímica de oxígeno (DBO), sin embargo, su uso se ha extendido para la realización de ensayos de biodegradabilidad anaerobia (Pabon, 2009; Raposo *et al.*, 2012; Parra-Orobio *et al.*, 2015). El CH₄ se debe medir posteriormente por CG, sin embargo, en algunos estudios se han realizado modificaciones a este método con el fin de obtener la medición de presión principalmente por CH₄; para esto se recomienda el uso de un capuchón que contiene perlas de NaOH en el headspace (zona del biogás) para la captura del CO₂ (Figura 21) (Souto *et al.*, 2010; Ortiz, 2011; Pabon *et al.*, 2012; Parra-Orobio *et al.*, 2015). A pesar de esto, autores como Pabon *et al.*, (2012) indican que limitar la transferencia de CO₂ al medio líquido puede generar un desbalance en el sistema bicarbonato que genere inhibición de la actividad metanogénica, principalmente en la ruta hidrogenotrófica, debido a una disminución del CO₂ que consecuentemente puede generar un aumento en la presión parcial de H₂ e inhibir otras rutas metabólicas como la acetogénesis. Es importante destacar que en el MN se obtienen valores de presión, por lo que para conocer el volumen de CH₄ y el valor de PBM se debe hacer uso de las ecuaciones mostradas en la Tabla 8.

Tabla 13. Configuraciones del método MN

Configuración	Descripción	Referencias
 Figura 19. Configuración manual de método MN	La configuración consta de un manómetro de aguja que es insertado a un tapón de caucho de butilo cada vez que se va a realizar la medición de la presión. Los cambios de presión se emplean para registrar la producción de biogás en el tiempo.	Adaptado de Cárdenas - Cleves <i>et al.</i> (2016)
 Figura 20. Configuración automática de método MN	Esta es la configuración típica del método MN, en la cual se acopla un manómetro al reactor y se cuenta con un cromatógrafo de gases para conocer la composición del biogás.	Wang <i>et al.</i> (2014); Cárdenas - Cleves <i>et al.</i> (2016)
 Figura 21. Configuración automática OxiTop® con perlas de NaOH método MN	Esta es la configuración automatizada del método MN en la cual el reactor dispone de un cabezal de OxiTop® al que se incorpora un capuchón con perlas de NaOH para que el CO₂ sea absorbido, de tal manera que se asume que la presión registrada corresponde principalmente CH₄	Pabon <i>et al.</i> 2012; Parra-Orobio <i>et al.</i> 2015; Cárdenas - Cleves <i>et al.</i> (2016)

Otros métodos experimentales:

A partir de los resultados de la vigilancia tecnológica, se identificaron otros métodos experimentales de cuantificación de PBM diferentes a los MN y VM, como diferentes tipos de espectroscopía de infrarrojo cercano (NIR), la espectroscopía de infrarrojo medio por transformada de Fourier (FITR) y el kit Envital (Lesteur *et al.*, 2010), los cuales se basan en las interacciones de enlace. Los componentes básicos de los instrumentos espectroscópicos comprenden una fuente de radiación, un selector de longitud de onda, una celda de muestra, un detector, una unidad de tratamiento y lectura de datos (Spanjers y van Lier, 2006; Jingura y Kamusoco, 2017).

La espectroscopía NIR es un método útil para la predicción del PBM y la tasa de producción de biogás, ya que las bandas de absorción de este método generalmente se componen de armónicos y combinaciones de las vibraciones moleculares de los enlaces C – H, N – H y O – H, que son considerados activos en las longitudes de onda de infrarrojos y, por lo tanto, se pueden medir directamente por NIR (Lesteur *et al.*, 2011; Ward, 2016). Este método ha sido reportado más recientemente (Lesteur *et al.*, 2010; Triolo *et al.*, 2014; Jingura y Kamusoco, 2017); estos estudios indican que es un método rápido y no destructivo para predecir el valor de PBM de diferentes materiales (Godin *et al.*, 2015; Jingura y Kamusoco, 2017).

Otro método reciente para determinar experimentalmente el PBM es el FITR, cuyos primeros estudios fueron realizados por Beakiaris, (2015); este método requiere solo una pequeña cantidad de muestra para la medición y permite la interpretación de los espectros obtenidos, lo cual es más difícil que con la espectroscopía NIR, debido a la superposición de compuestos orgánicos y las bandas de combinación (Beakiaris y col, 2015). Por otro lado, Bellaton *et al.*, (2016) introdujeron un ensayo rápido basado en fluorescencia llamado el Kit Envital en el que se utiliza un indicador redox de fluorescencia que produce resultados en 48 horas; esta herramienta se encuentra en las primeras etapas de desarrollo (Bellaton *et al.*, 2016; Jingura y Kamusoco, 2017).

También se mencionan el método gravimétrico (MG) y el método de densidad de gas (MD), que son los métodos más recientes y son planteados como métodos con equipos de laboratorio de bajo costo simples y de alta precisión (Hafner *et al.*, 2015; Justense *et al.*, 2019; Hafner *et al.*, 2020). El MG desarrollado por Hafner *et al.* (2015) está basado en los cambios de masa en reactores, teniendo como principio los métodos propuestos por Richards *et al.* (1991), los cuales se basan en la cinética y pérdida de masa de los reactores anaerobios. Para aplicar este método se realizan los pasos y ecuaciones mostradas en la Tabla 14.

El MD propuesto por Justense *et al.* (2019), se basa en una medición de pérdida de masa y volumen en el reactor; a partir de esto es posible obtener el valor de la densidad del biogás y posteriormente su composición, convirtiéndose en un enfoque simple y preciso para la medición de PBM. Los cálculos para este método aprovechan la relación medible entre la composición del biogás y la densidad del biogás, que es el resultado de la diferencia en la masa molar de CH₄ y CO₂. Con una estimación basada en la densidad de CH₄, fracción molar y medición del volumen (o masa) de biogás y que por medio cálculos simples se obtiene la producción de CH₄. Esto representa un avance significativo tanto para la investigación del biogás como para la industria, siendo posible realizar mediciones precisas de BPM con una mínima inversión en suministros y equipos. La densidad del biogás se basa en la pérdida de masa de la botella y el volumen de biogás, y éstos se pueden medir con precisión utilizando solo una báscula de laboratorio estándar, jeringas económicas y un simple manómetro (Justense *et al.*, 2019). En la Figura 22 se muestran los pasos a seguir al hacer uso del método de MD.

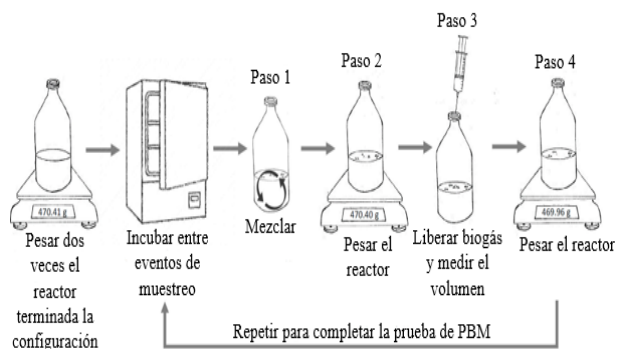


Figura 22. Pasos para la determinación del PBM por el método de densidad del biogás

Fuente: Justesen *et al.* (2019)

Tabla 14. Pasos para el cálculo del PBM por el MG

Pasos	Descripción	Ecuación	Número
1	Calcular la masa molar del biogás a partir de las fracciones y masas molares del CH ₄ y CO ₂	$M_b = 16,04x_{CH_4} + 44,01(1 - x_{CH_4})$ Donde Mb: masa molar del biogás (g/mol); x_{CH_4} : fracción molar del CH ₄	22
2	A partir de la masa molar del biogás, calcular su densidad con un volumen molar de 22,3 (dm ³ /mol) dado en las condiciones estándar de 273,15 K y 101,325 KPa	$d_b = \frac{M_b}{22,3}$ Donde d_b : densidad del biogás seco (g/dm ³); 22,3: es el volumen molar (dm ³ /mol)	23
3	Calcular la presión de vapor saturado de agua con la ecuación de Antoine	$\log_{10} P_{H_2O} = 8,20963 - \frac{2354,731}{T - 7,559}$ Donde T: temperatura (K); P_{H_2O} : Presión de vapor del agua	24
4	Con la presión de vapor del agua, calcular la masa de agua eliminada en el biogás	$m_{H_2O} = \frac{18,02P_{H_2O}}{(P_b - P_{H_2O})} * \frac{1}{22,3}$ Donde m_{H_2O} : masa de agua eliminada (g/dm ³); P_b : 101,325 KPa	25
5	Calcular el volumen de biogás estandarizado	$V_b = \frac{\Delta m}{(d_b + m_{H_2O})}$ Δm : Diferencia de masas molares; V_b : volumen estandarizado del biogás (dm ³)	26
6	Calcular la producción del CH ₄	$V_{CH_4} = x_{CH_4}V_b$ V_{CH_4} : Volumen de producción de CH ₄ (dm ³)	27

Fuente: Hafner *et al.* (2015)

6.1.2. Ventajas y Limitaciones de los Métodos Encontrados

En las Tablas 15, 16 y 17, se presentan las ventajas y limitaciones de los métodos experimentales identificados en este estudio. Se observa que los métodos convencionales MN y VM de configuración manual requieren baja mano de obra, pocos equipos especializados, menores costos de montaje y operación; aspectos atractivos para laboratorios con pocos recursos, además, tienen la facilidad de realizar ajustes y modificaciones sencillas según el enfoque del estudio, como puede ser la adición de soluciones ácidas y básicas en el método VM y en el MN la adición de perlas de NaOH o KOH, sin embargo, esta libertad protocolaria puede limitar la reproducibilidad de los resultados y están más sujetos a mayor error en comparación con los métodos MG, MD, aunque al tratarse de métodos manuales están más sujetos a errores

manuales que los automatizados como el AMPTS II, Oxitop® y de espectroscopía, con los cuales se facilita la comparación de los resultados entre estudios, contribuyendo con la estandarización del ensayo de PBM. No obstante, de acuerdo con los resultados de la vigilancia tecnológica los métodos convencionales manuales siguen siendo los más usados, por esta razón y teniendo en cuenta el contexto de PeD como Colombia en los cuales los recursos económicos e infraestructura para investigación pueden ser limitantes, los métodos VM con desplazamiento básico y ácido, y el MN con y sin perlas de NaOH se compararon experimentalmente en este trabajo.

Tabla 15. Ventajas y limitaciones del método VM

Método		Ventajas	Desventajas	Referencias
Volumétrico	Jeringa	- Simplicidad y bajos costos - Configuración experimental asequible para cualquier laboratorio	- Solo permite la cuantificación de biogás y no de CH₄ - No se obtiene la composición del biogás - Requiere estandarización de los resultados a condiciones estándar de presión y temperatura	Torres y Pérez 2010; Raposo <i>et al.</i> 2011; Parajuli, 2011; Esposito <i>et al.</i> (2012); Pham <i>et al.</i> 2013; Cárdenas-Cleves <i>et al.</i> 2016; Holder <i>et al.</i> 2017; Solarte <i>et al.</i> 2017; Ohemeng y Datta, 2019; Hülsemann <i>et al.</i> 2020.
	Desplazamiento líquido	- Simplicidad y bajos costos - No requiere equipos especializados - Fácil configuración - Permite la cuantificación del biogás o del CH₄ directamente - No requiere mantenimiento de manera regular - Configuración experimental asequible para cualquier laboratorio - Monitoreo sencillo	- Susceptible a errores en los resultados por intervención humana - No se obtiene la composición del biogás - Susceptible a micro fugas - Mayor inversión de tiempo para su montaje y operación - Requiere estandarización de los resultados a condiciones estándar de presión y temperatura	
	Automatizado: AMPTS	- Minimiza errores por intervención humana - Permite la cuantificación directa del CH₄ - Automatización de los resultados - Permite el control automatizado de parámetros como la temperatura y la agitación. - Contribuye a la estandarización de la prueba de PBM, permitiendo una mejor comparación de resultados entre laboratorios - Resultados más precisos y exactos	- Mayor inversión - No se obtiene la composición del biogás - Necesidad de equipos especializados que limitan su aplicación	Wang <i>et al.</i> 2014; Kleinheinz y Hernandez, 2016; Himanshu <i>et al.</i> 2017; Koch <i>et al.</i> 2017; Jingura y Kamusoko, 2017; Filer <i>et al.</i> 2019; Ohemeng y Datta, 2019.

Tabla 16. Ventajas y limitaciones del método MN

Método		Ventajas	Desventajas	Referencias
Manométrico	Manual	- De configuración simple y económica - Proporciona la medición directa de CH₄ con alta credibilidad, usando captura de CO₂ - Demanda menor tiempo de dedicación en el montaje y mano de obra que los métodos volumétricos manuales	- Hay variaciones en la composición del biogás debido a los cambios de presión en el reactor y que pueden afectar la actividad microbiológica. - Demanda mayor tiempo de dedicación en los monitoreos y mano de obra que los métodos automatizados - Requiere estandarización de los resultados a condiciones estándar de presión y temperatura - No se obtiene la composición del biogás - Susceptible a micro fugas - Susceptible a errores en los resultados por intervención humana - Requiere de cálculos rigurosos (Tabla 8)	Aquino <i>et al.</i> 2007; Ortiz, 2011; Pabon <i>et al.</i> 2012; Wang <i>et al.</i> 2014; González <i>et al.</i> 2015; Cárdenas - Cleves <i>et al.</i> 2016; Hafner <i>et al.</i> 2019; Hafner <i>et al.</i> 2020.
	Automatizado Oxitop®	- Registro de presión de forma automática y continua - Reducción en los errores sistemáticos	- Producir roturas de juntas, escapes o incluso accidentes cuando hay presiones excesivas - Mas costoso que los métodos manuales MN y VM - Requiere de cálculos rigurosos (Tabla 8)	

Tabla 17. Ventajas y limitaciones de otros métodos identificados

Método		Ventajas	Desventajas	Referencias
Otros	Espectroscopia	- Permite la cuantificación del valor de PBM de materias primas de forma rápida - Método no destructivo - Generación de datos cualitativos y cuantitativos	- Equipos costosos - Aplicable para solo una gama de sustratos - Requiere de personal calificado para manejo de equipos - Requiere más estudios para validación de algunos de los métodos	Spanjers y van Lier, 2006; Huang <i>et al.</i> 2008; Lesteur <i>et al.</i> 2011; Triolo <i>et al.</i> 2014; Ward, 2016; Beakaris y col, 2015; Jingura y Kamusoco, 2017.
	Gravimétrico y método de densidad del gas	- Método simple - Bajos costos - Resultados comparables con los métodos automatizados - Facilidad de montaje	- Requiere de más estudios para su validación - Requiere de cálculos rigurosos (Tabla 14) - No se obtiene la composición del biogás	Hafner <i>et al.</i> 2015; Lourinho <i>et al.</i> , 2018; Justenser <i>et al.</i> 2019.

6.2. Evaluación a escala de laboratorio del método volumétrico (desplazamiento ácido y alcalino) y manométrico (con y sin perlas de NaOH) sobre la determinación del PBM de la celulosa

6.2.1. Características fisicoquímicas del sustrato e inóculo

En la Tabla 18 se presentan las características fisicoquímicas del sustrato empleado (celulosa microcristalina), el cual presentó un pH ácido ($6,48 \pm 0,03$) y baja alcalinidad bicarbonática (AB) ($1,2 \pm 0,02$), debido a la degradación parcial de la celulosa durante la preparación de la muestra, por lo cual el pH se ajustó a 7,0 unids al momento del montaje con NaHCO_3 al 4% m/v (Cardenas-Cleves *et al.*, 2016; Holliger *et al.*, 2016). El valor de la relación SV/ST indica la predominancia de la materia orgánica en la celulosa, estos valores son muy similares a los presentados en el estudio de Raposo *et al.* (2011), Wang *et al.* (2014) y Amodeo *et al.* (2020) de 0,99 , 0,972 y 0,99 respectivamente. Respecto al contenido de AGV (240,0 mg/L) se puede concluir que el sustrato posee condiciones favorables para un adecuado proceso de DA, ya que este valor se encuentra por debajo del límite máximo recomendado (1000 mg/L) (Holliger *et al.*, 2016; Rajagopal *et al.*, 2017).

Tabla 18. Características fisicoquímicas del sustrato

Parámetro	Sustrato	Inóculo	Unidades
pH	$6,48 \pm 0,03$	$8,07 \pm 0,01$	Unidades
Sólidos Totales (ST)	$0,959 \pm 0,02$	$59500 \pm 1890,84$	g/g
Sólidos Volátiles (SV)	$0,954 \pm 0,02$	$31677,78 \pm 1269,33$	g/g
SV/ST	$0,994 \pm 0,02$	0,53	g/g
Alcalinidad Total (AT)	$4,8 \pm 0,03$	$1728 \pm 67,4$	mg CaCO_3 /L
Bicarbonática (AB)	$1,2 \pm 0,02$	$1267,2 \pm 59,12$	mg CaCO_3 /L
AB/AT	0,25	0,733	mg CaCO_3 / mg CaCO_3
AGV	$240 \pm 1,47$	$360 \pm 20,45$	mg/L

En cuanto a las características fisicoquímicas del inóculo, el pH se encuentra dentro del rango recomendado para procesos de DA (7,0 a 8,5 Unidades) (Raposo *et al.*, 2006; Esposito *et al.*, 2012; Holliger *et al.*, 2016). Los resultados relacionados con la alcalinidad y AGV concuerdan con Holliger *et al.* (2016) que muestran la predominancia de la AB, lo que aporta capacidad buffer que permite neutralizar la acidez producida por los AGV (Raposo *et al.*, 2009; Parra-Orobio *et al.*, 2014; Parra-Orobio *et al.*, 2018). Por otro lado, la relación SV/ST igual a 0,53 es un indicador indirecto de alta cantidad de biomasa activa (Parra-Orobio *et al.*, 2014). De acuerdo con el estudio de Parra-Orobio *et al.* (2018), el inóculo empleado posee una actividad hidrolítica específica (AHE) con un valor de 0,9 gDQO_{glucosa}/gSV.d y actividad metanogénica específica (AME) de 0,08 gDQO/gSV.d, condiciones que favorecen la asimilación al sustrato (AHE) y el equilibrio entre la producción de AGV y su consumo para la producción de CH_4 (AME), además, el valor de la actividad acidogénica específica (AAE) aunque generalmente es la mayor de las actividades (0,29 gDQO/gSV.d), ha demostrado ser menor en lodos granulares como el estudio con relación a lodos floculentos (Parra-Orobio *et al.*, 2018).

6.2.2. Valores de PBM obtenidos para los métodos VM y MN

En la Figuras 23 se muestran los resultados obtenidos a partir de los datos recolectados experimentalmente. En general, todas las configuraciones tendieron a estabilizarse aproximadamente a las 470 horas (19 días), periodo de tiempo acorde con lo reportado por Amodeo *et al.* (2020), en el cual el PBM de celulosa se estabilizó en el día 18, aunque el ensayo se prolongó hasta los 32 días con el objetivo de observar posibles cambios posteriores. En la Figura 23.A se observa el comportamiento de producción de volumen para los métodos que cuantificaron biogás (VA y MN sin perlas), destacando que ambos métodos proporcionaron un comportamiento similar ($p = 0,99$), mientras que en la Figura 23.B, se observa que el valor de PBM para los métodos con captura de CO_2 (VB y MN con perlas) tuvieron un comportamiento significativamente distinto ($p = 0,003$). El método MN con perlas tuvo un 33% menos de producción de CH_4 ($225,24 \pm 14,24$

mL CH₄/g SV) y que el VM que alcanzó un PBM de 337,67±12,46 mL CH₄/g SV. La Tabla 19 muestra que de acuerdo con los resultados de la prueba post-ANOVA Tukey HSD, todas las configuraciones tuvieron diferencias significativas ($p < 0,05$) con relación al MN con perlas.

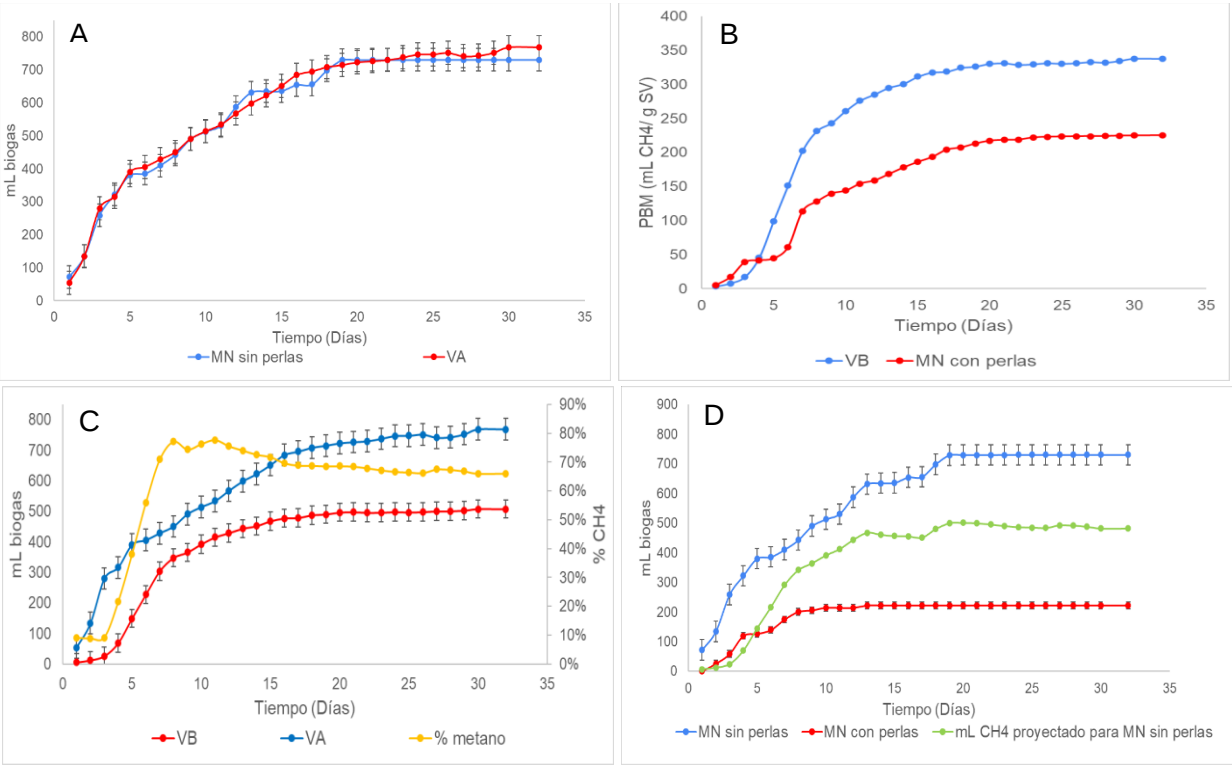


Figura 23. Curva de volumen de biogás para el método VM y MN evaluados

Tabla 19. Resultados prueba de varianza post-ANOVA

Métodos	Valor de p	Resultado
VM básico vs VM ácido	0,99	No significativo
MN sin perlas vs VM ácido	0,1654	No Significativo
MN sin perlas vs VM básico	0,1654	No Significativo
MN con perlas vs VM ácido	0,000166	Significativo
MN con perlas vs VM básico	0,000166	Significativo
Mn con perlas vs MN sin perlas	0,01506	Significativo

Por otro lado, la Figura 23.C muestra la comparación entre las configuraciones del método VM, permitiendo observar la diferencia entre el volumen de biogás total (VA) y el asociado principalmente a CH₄ (VB), de tal manera que de acuerdo con Pham et al. (2013) permite encontrar la variación del contenido de CO₂ durante el proceso y, por tanto, indicios sobre el comportamiento del proceso (Vindis *et al.*, 2009). La Tabla 20 muestra en mayor detalle las proporciones de CH₄ en diferentes periodos del proceso. De acuerdo con los resultados del estudio de Sanabria *et al.* (2012) y Pham et al. (2013), no se encontraron diferencias significativas entre el contenido de CH₄ determinado por el método VB y análisis de cromatografía de gases, teniendo en cuenta esto se estimó la proporción de CH₄ durante el proceso (Línea amarilla, Figura 23.C) a partir de la relación de producción de biogás registrada en VA y la producción de CH₄ del método VB (Ecuación 28). Estos datos se emplearon para proyectar la producción de CH₄ del método MN sin perlas (Línea Verde,

Figura 24.D). Se puede observar en la Tabla 20, que la producción de biogás disminuye después de 10 días, lo cual puede deber ser a que la captura del CO₂ en el VB limitara el proceso y disminuyera la formación del CH₄ (Ortiz, 2011).

$$\%CH_4 = \frac{\text{Volumen de metano}}{\text{Volumen de biogas}} * 100 \quad \text{Ecuación 28}$$

Tabla 20. Porcentaje de CH₄ durante el ensayo en los métodos VA

Día	Método VA
	% CH ₄
2	8,8
5	38,1
10	76,3
15	71,8
20	68,7
25	66,4
32	66,0

Aunque los métodos MN funcionan bajo el mismo principio (variación de presión a temperatura y volumen constante), el método MN sin perlas obtuvo una fase de latencia mayor (Figura 23.D) lo que pudo deberse a que la estabilización ya asimilación del sustrato fue más lenta debido a las altas presiones que se generaban en comparación con el MN con perlas (Hafner *et al.*, 2019), por otro lado la menor producción de CH₄ en la configuración con perlas de NaOH sugieren que su incorporación podrían tener un efecto negativo durante el proceso a nivel bioquímica, debido a que al presentarse la absorción del CO₂ dentro del reactor se pueden generar afectaciones en la etapa de la acetogénesis, en la cual se impide la transformación de CO₂ y H₂ en acetatos, causando que los reactivos (CO₂ y acetatos) de la etapa de la metanogénesis estén en bajas concentraciones, disminuyendo así la producción de CH₄ y posible acumulación de H₂ en el reactor, que a su vez impacta de forma negativa en esta etapa (Ortiz, 2011; Pabon *et al.*, 2012), esto es consecuente con los resultados obtenidos por Pabón *et al.* (2012), quienes encontraron resultados similares e indican que la inclusión de perlas de NaOH en el método MN puede ocasionar la acumulación de AGV y aumento del pH, causando que la producción de CH₄ disminuya. La Tabla 21 muestra los valores de pH, AGV y relación AB/AT finales para cada método, encontrándose que en general las condiciones evaluadas tuvieron valores de pH similares dentro del rango recomendado para la DA (7,0 a 8,5 unidades) (Raposo *et al.*, 2006; Esposito *et al.*, 2012), aunque el método MN con perlas tuvo el mayor valor de pH, así como la menor relación de AB/AT y AB con relación al resto de configuraciones, cuyos valores más altos indican un mejor desarrollo del proceso y protección ante cambios repentinos de pH por generación de AGV (Torres *et al.*, 2008; Parra Orobio *et al.*, 2014). Estas condiciones coinciden con el fenómeno causado por la incorporación de perlas en el método MN descrito por Pabón *et al.* (2012), sin embargo, los valores de AGV y pH de este trabajo fueron menos críticos que los del estudio de Pabón *et al.* (2012) (acumulación de AGV del 70 a 90% y pH de 8 a 9 unidades), lo cual podrían estar relacionado principalmente al uso de diferentes sustratos (residuos de verduras), lo cual sugiere que el efecto de las perlas de NaOH puede variar según el sustrato de empleado.

Tabla 21. Parámetros finales del sobrenadante para cada método

Método	Parámetro				
	pH (Unidades)	AB (mg/L)	AT (mg/L)	AB/AT	AGV (mg/L)
VB	7,18±0,47	320,0±0,10	430,0±2,82	0,744±1,46	140,0±14,14
VA	7,10±0,01	320,0±28,28	452,0±5,65	0,744±0,34	145,0±7,07
MN con perlas	7,72±0,13	274,0±31,11	424,0±56,56	0,646±43,86	175,5±5,53
MN sin perlas	7,01±0,01	338,0±2,83	447,2±8,48	0,756±5,65	150,0±7,08

Otro aspecto que pudo haber afectado la determinación del PBM mediante el método MN con y sin perlas de NaOH pudo deberse a la microfugas generadas durante cada medición de la presión mediante el manómetro de aguja, debido a que durante la extracción de la aguja se percibía un olor a biogás; esto se corroboró mediante mediciones inmediatamente posteriores al primer pinchazo que indicaban presiones menores a la medición inicial. Por lo anterior, es posible que un mayor número de mediciones (pinchazos) durante los primeros días del ensayo pudieran haber alterado el registro de datos (Himanshu *et al.*, 2017; Hafner *et al.*, 2019), para evitar esto, se recomienda el uso de mayores valores de headspace (> 50%) y mediciones menos periódicas (Himanshu *et al.*, 2017; Hafner *et al.*, 2019), aunque, en cualquier caso, la presión interna del reactor no debería superar los 100 mbar (Valero *et al.*, 2016 y VDI, 2016); valor muy debajo a los 200 mbar mantenido mediante purgas durante todo el ensayo. Es posible que los mayores valores de presión por encima de lo recomendado hayan tenido un efecto importante sobre la solubilidad del CO₂ en el reactor y, afectando así el pH y a los microorganismos y, por tanto, conduciendo a una subestimación de la producción de biogás o CH₄ (Filer *et al.*, 2019).

En síntesis, la variabilidad en las curvas de los métodos VM y MN, siendo el método VM el que obtiene los mejores resultados de PBM, lo que coincide con los estudios de Raposo *et al.* (2011), Wang *et al.* (2014), Amodeo *et al.* (2020), obteniendo un 82,2±4,57% de aproximación al valor teórico de 414 mL CH₄/g SV (Amodeo *et al.*, 2020) y también con la configuración MN sin perlas; con lo que se puede concluir que se obtuvo resultados más precisos por medio de estos métodos, ya que la VDI, (2016), sugiere que los valores de PBM de la celulosa obtenidos experimentalmente deben ser por lo menos el 90% del PBM teórico, ya que aproximadamente el 10% del sustrato es utilizado para el crecimiento de la biomasa y transformada en calor (Wang *et al.*, 2014). Por el método MN sin perlas solo se obtuvo el 74,8±7,89% y con el MN con perlas 54,4±3,78% del rendimiento teórico del método de la celulosa, esta tendencia de diferencia entre los métodos es congruente con los estudios de Wang *et al.* (2014), Holliger *et al.* (2017), Amodeo *et al.* (2020) en los que métodos MN manuales obtuvieron resultados de PBM inferiores en comparación con alguna de las configuraciones de un método VM manual comprobando que los métodos MN pueden subestimar la producción de biogás.

6.2.3. Análisis del comportamiento cinético

La Tabla 22 recopila parámetros cinéticos de los modelos cinéticos de Gompertz modificado y primer orden. En general ambos modelos tuvieron un alto grado de ajuste de acuerdo con el valor de $R^2 > 0,95$, pero con el coeficiente CME se puede observar que no se obtiene un alto grado de ajuste pues el valor se encuentra por encima de 3,15. Se puede observar que se presenta un mayor nivel de ajuste para el modelo Gompertz modificado debido a su mayor proximidad al valor uno (Parra-Orobio *et al.*, 2018). Los resultados de la constante de hidrólisis (k) fue menor para el método MN con perlas (0.0339 días⁻¹), valor relativamente menor a la configuración básica del método volumétrico (0.0784 días⁻¹), por otro lado, los valores de k para ambos métodos ácido (VA y MN sin perlas) fueron muy similares (0,0784 y 0,0564 días⁻¹), lo cual es consistente con el comportamiento de ambas configuraciones durante el ensayo (Figura 23. A). En la literatura se encuentran valores de k para la celulosa que van desde 0,090 a 0,274 días⁻¹ (Tong *et al.*, 1990; Chynoweth *et al.*, 1993; Owens *et al.*, 1993; Owens *et al.*, 1993; Gunaseelan, 2004; Raposo *et al.* 2011), en los que se varía el método de cuantificación de biogás/metano, la relación S/I, SV/ST y las características el inóculo, esto muestra que, aunque se evaluó un sustrato homogéneo estándar como la celulosa, las condiciones operacionales y configuración del método PBM afectaron el valor de este parámetro, que es de importante interés para el diseño del reactor (Parra-Orobio *et al.*, 2017).

En cuanto a la tasa de producción de CH₄ (R_{max}) las configuraciones VB, VA y MN sin perlas tuvieron valores cercanos que variaron de 23,015 a 23,797 mL CH₄/g SV.d y, con un valor nuevamente menor para el método MN con perlas (14,593 mL CH₄/g SV.d) que evidencia el efecto de las perlas sobre el comportamiento del proceso de DA para este de la celulosa. Finalmente, el valor de la fase de latencia (λ) como un parámetro importante del arranque del proceso y, por tanto, de la adaptación de los microorganismos al medio, mostraron un comportamiento contraria al resto de constantes cinética, debido a que esta vez el método MN con perlas tuvo un valor λ de 1,370 días con relación al resto de métodos que fue aproximadamente el doble, sin embargo, es posible que se haya generado una sobreestimación de este parámetro, ya que experimentalmente los reactores arrancaron en un promedio de 0,85 días, lo que pudo deberse a que la celulosa es un compuesto de difícil biodegradación (Hansen *et al.*, 2004; Holliger *et al.*, 2016). La Figura 24 muestra el comportamiento de los modelos cinéticos de primer orden y modificado de Gompertz para cada configuración de los

métodos estudiados; la línea sólida roja hace referencia a las curvas de ajuste para el comportamiento de la producción de CH₄, mientras que la de puntos azules corresponde a los datos obtenidos experimentalmente.

Tabla 22. Resultados de los parámetros cinéticos

Modelo cinético modificado de Gompertz						
Método	PBM _{expe} (mL CH4/g SV)	P _{máx} (mL CH4/g SV)	λ (días)	R _∞ (mL CH ₄ /g SV días)	R²	CME
VM básico	337,688±12,46	329,008±2,48	2,673±0,15	23, 797±0,07	0,997	5,813
MN con perlas	225,242±14,24	227,186±4,15	1,370±0,72	14,593±0,081	0,994	6,167
VA	337,688±12,46	329,008±2,48	2,673±0,15	23, 797±0,07	0,997	5,813
MN sin perlas	321,56±17,89	324,02±2,76	2,31±0,91	23,015±0,04	0,995	5,952
Modelo cinético de primer orden						
Método	PBM _{expe} (mL CH4/g SV)	P _{máx} (mL CH4/g SV)		k (días ⁻¹)	R²	CME
VM básico	337,688±12,46	397,458±17,43		0,0784±0,0015	0,953	6,149
MN con perlas	225,242±14,24	294,124±12,64		0,0339±0,0064	0,950	8,457
VA	337,688±12,46	397,458±17,43		0,0784±0,0015	0,953	6,149
MN sin perlas	321,56±17,89	351,078±9,13		0,0564±0,0072	0,977	6,623

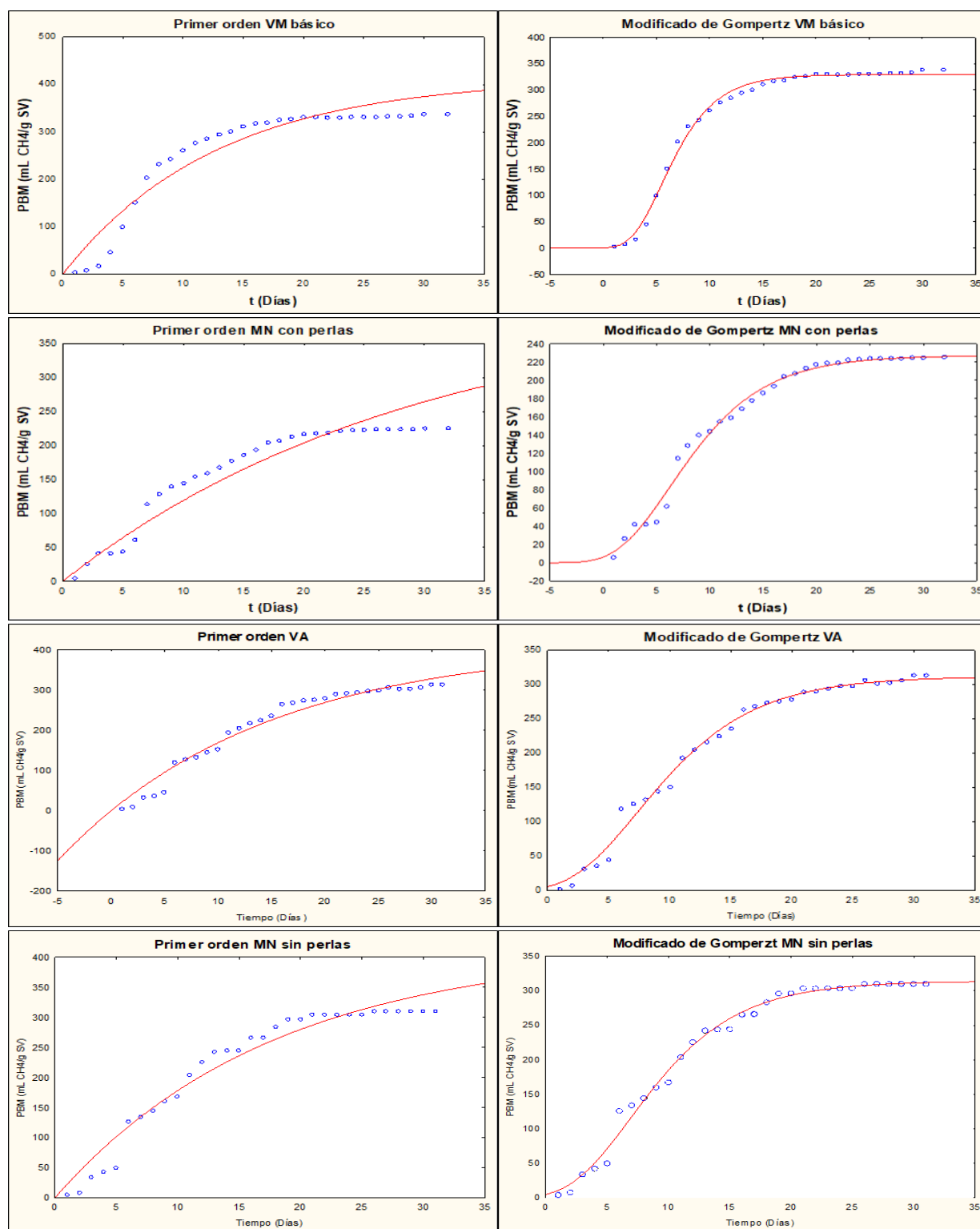


Figura 24. Modelos cinéticos

7. CONCLUSIONES

- A partir de la vigilancia tecnológica se identificaron los métodos y configuraciones experimentales más usadas en ensayos PBM, siendo los más comunes los VM y MN, con las configuraciones automatizadas en mayor medida en países desarrollados y con mayores ingresos en investigación, en contraste, en PeD prima el uso de configuraciones manuales que aunque son menos costosas y no requieren de equipos especializados,

pueden llegar a ser menos precisos y más laboriosos durante el montaje y monitoreo de datos. En general las configuraciones VM manuales siguen siendo las más utilizadas seguido del método automatizada AMPTS II, así mismo, para el método MN la configuración más común es la manual con perlas, seguido del automatizado Oxitop®.

- Las configuraciones volumétricas presentaron mayores valores de PBM ($337,69 \pm 12,46$ mL CH₄/g SV), en los cuales, no se identificaron diferencias significativas entre estas dos configuraciones. Las configuraciones manométricas registraron valores de $321,56 \pm 17,89$ y $225,24 \pm 14,24$ mL CH₄/g SV, para la configuración MN sin perlas y MN con perlas de NaOH, respectivamente, que acuerdo con los valores finales de pH, AGV y relación AB/AT, sugieren posibles efectos negativos durante el proceso por incorporación de las perlas.
- Los parámetros cinéticos como la constante de hidrólisis (k) fue 2,3 veces menor en la configuración del método MN con perlas de NaOH con relación al VB, mientras que la para ambas configuraciones ácidas (VA y MN sin perlas) fue relativamente similar, lo que indica que, aunque manteniendo el resto de factores (sustrato, inóculo y operación y configuración) el método de cuantificación de biogás/metano al incidir sobre el registro de datos puede afectar parámetros cinéticos que son usados para el diseño del reactor. Este efecto es corroborado con el comportamiento similar de otro parámetro cinético de interés como lo es la tasa de producción de específica ($R_{\text{máx}}$).
- En general se evidenció que el método VM proporciona mejores resultados de PBM, haciendo que este método sea más preciso respecto al MN, el cual es más propenso a sufrir de pérdidas por fugas y afectaciones de la actividad microbiana en las diferentes etapas del proceso de DA, aunque requiere de mayor recurso humano durante su montaje.

8. RECOMENDACIONES

- Realizar más estudios sobre las variables y parámetros que influyen en la prueba de PBM, con el fin de establecer rangos y condiciones óptimas para su adecuado funcionamiento.
- Al usar el método VM con desplazamiento básico, se deben reemplazar las soluciones más de tres veces por semana, con el fin de que la captura de CO₂ sea la adecuada.
- Los métodos manuales VM permiten obtener acercamientos a los valores de PBM teóricos, aunque si se requiere mayor precisión se recomienda el uso de métodos automatizados si los costos económicos no son una limitante.
- Evaluar la cantidad de perlas de NaOH adicionadas en el método MN y el uso de otras soluciones desplazantes en el método VM.
- Analizar y comparar los datos experimentales con los diferentes métodos teóricos, con el fin de poder identificar fuentes de error y posibles mejoras. Igualmente, se recomienda evaluar simultáneamente los métodos experimentales tanto con un sustrato control como la celulosa como con sustratos heterogéneos como los residuos de alimentos, ya que la composición orgánica puede influir en los métodos, especialmente en el método MN con perlas.
- Realizar más estudios sobre métodos que pueden ser mas precisos que los convencionales, como lo son el MD y MG que se presentan como métodos económicos y que pueden ser usados en laboratorios que no cuentan con equipos muy especializados.

9. REFERENCIAS

Abdi, H. y Williams, L. (2010). Tukey's honestly significant difference (HSD) test. *Encyclopedia of research design*, 3, 583-585. <https://doi.org/10.4135/9781412961288.n181>

- Aguilera, E. (2017). Generación de biogás mediante el proceso de digestión anaerobia, a partir del aprovechamiento de sustratos orgánicos. *Revista Científica de FAREM-Esteli*, (24), 60-81. Disponible en: <https://www.lamjol.info/index.php/FAREM/article/view/5552/5248>
- Alberto, J. (2009). Geografía y crecimiento urbano. paisajes y problemas ambientales. *Revista Geográfica Digital. Igunte*, 1-14. <http://doi.org/10.30972/geo.6112840>
- Aldin, S., Nakhla, G. y Ray, M. (2011). Modeling the influence of particulate protein size on hydrolysis in anaerobic digestion. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 50(18), 10843-10849. 10843–10849. <https://doi.org/10.1021/ie200385e>
- Amaral, M., Ferreira, C., Lange, L. y de Aquilino, S. (2008). Avaliação da biodegradabilidade anaeróbia de lixiviados de aterro sanitários. *Artigo Técnico*, 13(1), 38-45. <http://doi.org/10.1590/S1413-41522008000100006>
- Amodeo, C., Hafner, S. D., Teixeira Franco, R., Benbelkacem, H., Moretti, P., Bayard, R. y Buffière, P. (2020). How different are manometric, gravimetric, and automated volumetric BMP results?. *Water*, 12(6), 1839. <https://doi.org/10.3390/w12061839>
- Angelidaki, I., Alves, M., Bolzonella, D., Borzacchini, L., Campos, J. L., Guwy, A. J., Kalyuzhnyy, S., Jenicek, P. y Van Lier, J. B. (2009). Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: A proposed protocol for batch assays. *Water Science and Technology*, 59(5), 927–934. <https://doi.org/10.2166/wst.2009.040>
- Angelidaki, I. y Sanders, W. (2004). Assessment of the anaerobic biodegradability of macropollutants. *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 3(2), 117–129. <https://doi.org/10.1007/s11157-004-2502-3>
- APHA (2005). Standard Methods For Examination Of Water And Wastewater. Federation, A. W. W. A. A. W. E. (Ed.) 21 Ed. Washington D.C
- Aquino, S. F., Chernicharo, C. A. L., Foresti, E., De Lourdes Florêncio Dos Santos, M. y Monteggia, L. O. (2007). Metodologias para determinação da atividade metanogênica específica (AME) em lodos anaeróbios. *Engenharia Sanitaria e Ambiental*, 12(2), 192–201. <https://doi.org/10.1590/s1413-41522007000200010>
- Arango, V., Camayo, L. y Fadul, A. (2012). Vigilancia tecnológica: metodologías y aplicaciones, *Gestión de las personas tecnología*. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/277069181_Vigilancia_Tecnologica_Metodologias_y_Aplicaciones
- Arenas, H. y Guzman, J. L. (2016). Estudio cinético del proceso de digestión anaerobia de la gallinaza de jaula en los intervalos psicrófilico y mesófilico de temperatura según la climatología de Colombia (Tesis doctoral). Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.
- Barrio, H. M., Marroquin, J. y Encinas, F. (2017). Biogas Today, biomethane tomorrow. *Dyna*, 92(5), 494-494. <http://doi.org/10.6036/8482>
- Batstone, D. J., Tait, S., y Starrenburg, D. (2009). Estimation of hydrolysis parameters in full-scale anaerobic digesters. *Biotechnology and Bioengineering*, 102(5), 1513–1520. <https://doi.org/10.1002/bit.22163>
- Breitenmoser, L., Gross, T., Huesch, R., Rau, J., Dhar, H., Kumar, S. y Wintgens, T. (2019). Anaerobic digestion of biowastes in India: Opportunities, challenges and research needs. *Journal of environmental management*, 236, 396-412. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.12.014>

- Browne, J. D. y Murphy, J. D. (2013). Assessment of the resource associated with biomethane from food waste. *Applied Energy*, 104, 170–177. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2012.11.017>
- Buffiere, P., Loisel, D., Bernet, N. y Delgenes, J. P. (2006). Towards new indicators for the prediction of solid waste anaerobic digestion properties. *Water Science and Technology*, 53(8), 233–241. <https://doi.org/10.2166/wst.2006.254>
- Cadavid-Rodriguez, L. S., & Horan, N. (2013). Methane production and hydrolysis kinetics in the anaerobic degradation of wastewater screenings. *Water science and technology*, 68(2). <https://doi.org/10.2166/wst.2013.267>
- Cárdenas Cleves, L. M., Parra Orobio, B. A., Torres Lozada, P. y Vásquez Franco, C. H. (2016). Perspectivas del ensayo de Potencial Bioquímico de Metano - PBM para el control del proceso de digestión anaerobia de residuos. *ION*, 29(1). <https://doi.org/10.18273/revion.v29n1-2016008>
- Casallas-Ojeda, M. R., Marmolejo-Rebellón, L. F., y Torres-Lozada, P. (2020). Evaluation of simultaneous incidence of head space and temperature on biochemical methane potential in food waste. *Cogent Engineering*, 7(1), 1729514. <https://doi.org/10.1080/23311916.2020.1729514>
- Chynoweth, D. P., Turick, C. E., Owens, J. M., Jerger, D. E., & Peck, M. W. (1993). Biochemical methane potential of biomass and waste feedstocks. *Biomass and bioenergy*, 5(1), 95-111. [https://doi.org/10.1016/0961-9534\(93\)90010-2](https://doi.org/10.1016/0961-9534(93)90010-2)
- COM (2008). LIBRO VERDE sobre la gestión de los biorresiduos en la Unión Europea. Comisión de las comunidades Europeas. Disponible: http://ec.europa.eu/environment/waste/compost/pdf/green_paper_en.pdf.
- CONPES 3874 (2016). Política Nacional para la Gestión Integral de Residuos Sólidos. Colombia. Disponible en: <https://colaboracion.dnp.gov.co/CDT/Conpes/Econ%C3%B3micos/3874.pdf>
- Córdoba, V. E. (2016). Estudio de la cinética de la digestión anaeróbica de residuos orgánicos y agroindustriales (tesis doctoral). Universidad de San Martín, Buenos Aires, Argentina. Disponible en: https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/84167/CONICET_Digital_Nro.92ad98c9-303f-4735-b493-3e4ad6764bd1_A.pdf?sequence=2
- Donoso, A., Pérez, S. y Fdz-Polanco, F. (2010). Application of simplified models for anaerobic biodegradability tests. Evaluation of pre-treatment processes. *Chemical Engineering Journal*, 160(2), 607–614. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.03.082>
- De la Rubia, M. A., Fernández Cegri, V., Raposo, F. y Borja, R. (2011). Influence of particle size and chemical composition on the performance and kinetics of anaerobic digestion process of sunflower oil cake in batch mode. *Biochemical Engineering Journal*, 58–59(1), 162–167. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2011.09.010>
- DNP (2015). Departamento Nacional de Planeación (DNP). Política para la Gestión Integral de Residuos Sólidos. Disponible en: <http://superservicios.gov.co>.
- Esposito, G., Frunzo, L., Liotta, F., Panico, A. y Pirozzi, F. (2012). Bio-methane potential tests to measure the biogas production from the digestion and co-digestion of complex organic substrates. *The Open Environmental Engineering Journal*, 5(1). <https://doi.org/10.2174/1874829501205010001>
- Esposito, G., Frunzo, L., Giordano, A., Liotta, F., Panico, A. y Pirozzi, F. (2012). Anaerobic co-digestion of organic wastes. *In Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 11, 325–341. <https://doi.org/10.1007/s11157-012-9277-8>

- Filer, J., Ding, H. H. y Chang, S. (2019). Biochemical methane potential (BMP) assay method for anaerobic digestion research. *Water*, 11(921). <https://doi.org/10.3390/w11050921>
- Filigrana, P. A., Gómez, O. L. y Méndez, F. (2011). Impacto De Un Sitio De Disposición Final De Residuos Sólidos En La Salud Respiratoria De Los Adultos Mayores. *Biomédica*, 31, 322-334. <https://doi.org/10.7705/biomedica.v31i3.346>
- Gao, S., Zhao, M., Ruan, W. y Deng, Y. (2014). Kinetics modeling of anaerobic fermentative production of methane from kitchen waste solid residual. *Advanced Materials Research* 864-867, 1253-1257. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/amr.864-867.1253>
- Gaviria-Cuevas, J. F., Soto-Paz, J., Manyoma-Velasquez, P. C., y Torres-Lozada, P. (2019). Tendencias de investigación en la cadena de suministro de residuos sólidos municipales. *Información tecnológica*, 30(4), 147-154. <http://doi.org/10.4067/S0718-07642019000400147>.
- Gómez-Luna, E., Navas, D., Aponte, G. y Betancourt, L., (2014). Literature Review Methodology for Scientific and Information Management, Through its Structuring and Systematization. *Dyna*, 81(184), 158-163. <https://doi.org/10.15446/dyna.v81n184.37066>
- González, K., Daza, D., Caballero, P., y Martínez, C. (2016). Evaluación de las propiedades físicas y químicas de residuos sólidos orgánicos a emplearse en la elaboración de papel. *Luna Azul*, 43, 499-517. <https://doi.org/10.17151/luaz.2016.43.21>
- Gunaseelan, V. N. (2004). Biochemical methane potential of fruits and vegetable solid waste feedstocks. *Biomass and bioenergy*, 26(4), 389-399. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2003.08.006>
- Hansen, T. L., Schmidt, J. E., Angelidaki, I., Marca, E., Jansen, J. L. C., Mosbæk, H. y Christensen, T. H. (2004). Method for determination of methane potentials of solid organic waste. *Waste Management*, 24(4), 393-400. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2003.09.009>
- Hafner, S., Rennuit, C., Triolo, J. y Richards, B. (2015). Validation of a simple gravimetric method for measuring biogas production in laboratory experiments. *Biomass and Bioenergy*, 83, 297-301. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2015.10.003>
- Hafner, S., Rennuit, C., Olsen, P., y Pedersen, J. (2018). Quantification of leakage in batch biogas assays. *Water Practice & Technology*, 13(1), 52-61. <https://doi.org/10.2166/wpt.2018.012>
- Hafner, S. y Astals, S. (2019). Systematic error in manometric measurement of biochemical methane potential: Sources and solutions. *Waste Management*, 91, 147-155. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.05.001>
- Hafner, S., Fruteau de Lacos, H., Koch, K. y Holliger, C. (2020). Improving Inter-Laboratory Reproducibility in Measurement of Biochemical Methane Potential (BMP). *Water* 2020, 12, 1752. <https://doi.org/10.3390/w12061752>
- Hidalgo, D. y Martín, M. (2014). Effects of inoculum source and co-digestion strategies on anaerobic digestion of residues generated in the treatment of waste vegetable oils. *Journal of Environmental Management*, 142,17-22. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2014.04.004>
- Himanshu, H., Voelklein, M. A., Murphy, J. D., Grant, J., y O'Kiely, P. (2017). Factors controlling headspace pressure in a manual manometric BMP method can be used to produce a methane output comparable to AMPTS. *Bioresource Technology*, 238, 633-642. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.04.088>

- Holliger, C., Alves, M., Andrade, D., Angelidaki, I., Astals, S., Baier, U., Bougrier, C., Buffière, P., Carballa, M., De Wilde, V., Ebertseder, F., Fernández, B., Ficara, E., Fotidis, I., Frigon, J. C., De Lacroix, H. F., Ghasimi, D. S. M., Hack, G., Hartel, M. y Wierinck, I. (2016). Towards a standardization of biomethane potential tests. *Water Science and Technology*, 74(11), 2515–2522. <https://doi.org/10.2166/wst.2016.336>
- Hoyos, F., Carreño, M., Hernandez, M., Colin, A., Serrano, E. (2019). Medidor digital de volumen de gases para biorreactores. ConCiencia digital. Disponible en: <https://www.redalyc.org/jatsRepo/944/94459796006/html/index.html>
- ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 5167 (2004). *Productos para la industria agrícola. productos orgánicos usados como abonos o fertilizantes y enmiendas o acondicionadores de suelo*.
- Insam, H., y Wett, B. (2008). Control of GHG emission at the microbial community level. *Waste Management*, 28(4), 699–706. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2007.09.036>
- Jensen, P. D., Ge, H. y Batstone, D. J. (2011). Assessing the role of biochemical methane potential tests in determining anaerobic degradability rate and extent. *Water Science and Technology*, 64(4), 880–886. <https://doi.org/10.2166/wst.2011.662>
- Jingura, R. M. y Kamusoko, R. (2017). Methods for determination of biomethane potential of feedstocks: a review. *Biofuel Research Journal*, 4(2), 573-586. <https://doi.org/10.18331 / BRJ2017.4.2.3>
- Jiunn, L., Yu-You, L. y Noike, T. (1997). Influences of pH and moisture content on the methane production in high-solids sludge digestion. *Water Research*, 31(6), 1518–1524. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(96\)00413-7](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(96)00413-7)
- Justesen, C. G., Astals, S., Mortensen, J. R., Thorsen, R., Koch, K., Weinrich, S., y Hafner, S. D. (2019). Development and validation of a low-cost gas density method for measuring biochemical methane potential (BMP). *Water*, 11(12), 2431. <https://doi.org/10.3390/w11122431>
- Kafle, G. K., Bhattarai, S., Kim, S. H., y Chen, L. (2014). Effect of feed to microbe ratios on anaerobic digestion of Chinese cabbage waste under mesophilic and thermophilic conditions: Biogas potential and kinetic study. *Journal of Environmental Management*, 133, 293-301. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2013.12.006>
- Kleinheinz, G., y Hernandez, J. (2016). Comparison of two laboratory methods for the determination of biomethane potential of organic feedstocks. *Journal of Microbiological Methods*, 130, 54–60. <https://doi.org/10.1016/j.mimet.2016.08.025>
- Koch, K. y Drewes, J. E. (2014). Alternative approach to estimate the hydrolysis rate constant of particulate material from batch data. *Applied Energy*, 120, 11–15. <https://doi.org/10.1016/j.apenergy.2014.01.050>
- Koch, K., Bajón Fernández, Y., y Drewes, J. E. (2015). Influence of headspace flushing on methane production in Biochemical Methane Potential (BMP) tests. *Bioresource Technology*, 186, 173–178. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.03.071>
- Koch, K., Lippert, T., y Drewes, J. E. (2017). The role of inoculum's origin on the methane yield of different substrates in biochemical methane potential (BMP) tests. In *Bioresource Technology*, 243, 457-463. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.06.142>
- Kotecha, P.; Desai, B. y Madhavi, D. La zanahoria. En Salunkhe, D. y Kadam, S. Tratado de ciencia y tecnología de las hortalizas. Editorial Acribia. Zaragoza. 2004: 119 – 139

- Kougias, P. y Angelidaki, I. (2018). Biogas and its opportunities: A review Keywords. *Frontiers in Environmental Science*, 12(3), 14. <https://doi.org/10.1007/s11783-018-1037-8>
- Labatut, R., Angenent, L. T. y Scott, N. R. (2011). Biochemical methane potential and biodegradability of complex organic substrates. *Bioresource Technology*, 102(3), 2255–2264. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.10.035>
- Lesteur, M., Bellon-Maurel, V., Gonzalez, C., Latrille, E., Roger, J. M., Junqua, G. y Steyer, J. P. (2010). Alternative methods for determining anaerobic biodegradability: A review. *Process Biochemistry*, 45(4), 431–440. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2009.11.018>
- Li, L., Kong, X., Yang, F., Li, D., Yuan, Z. y Sun, Y. (2012). Biogas production potential and kinetics of microwave and conventional thermal pretreatment of grass. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 166(5), 1183–1191. <https://doi.org/10.1007/s12010-011-9503-9>
- Li, Y. Y., Gadow, S. y Niu, Q. (2015). Biomass energy using methane and hydrogen from waste materials. In *Topical Themes in Energy and Resources*, 131-157. Springer, Tokyo. https://doi.org/10.1007/978-4-431-55309-0_8
- Lin, L., Xu, F., Ge, X. y Li, Y. (2018). Improving the sustainability of organic waste management practices in the food-energy-water nexus: A comparative review of anaerobic digestion and composting. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 89, 151-167. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2018.03.025>
- Linville, J., Shen, Y., Wu, M. M. y Urgan-Demirtas, M. (2015). Current state of anaerobic digestion of organic wastes in North America. *Current Sustainable/Renewable Energy Reports*, 2(4), 136-144. <https://doi.org/10.1007/s40518-015-0039-4>
- Maddela, N. R., Cruzatty, L. C. G., & Chakraborty, S. (2021). Advances in the Domain of Environmental Biotechnology: Microbiological Developments in Industries, Wastewater Treatment and Agriculture. Springer Nature.
- Meegoda, J. N., Li, B., Patel, K., & Wang, L. B. (2018). A review of the processes, parameters, and optimization of anaerobic digestion. *International journal of environmental research and public health*, 15(10), 2224. <https://doi.org/10.3390/ijerph15102224>
- Ministerio de Vivienda Ciudad y Territorio. (2013). *Decreto 2981 del 20 de diciembre de 2013*. 5–6. Disponible en: http://wsp.presidencia.gov.co/Normativa/Decretos/2013/Documents/DICIEMBRE/20/DECRETO_2981_DEL_20_DE_DICIEMBRE_DE_2013.pdf
- Montes, M. (2008). *Estudio técnico-económico de la digestión anaerobia conjunta de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos y lodos de depuradora para la obtención de biogás* (Tesis doctoral). Escuela técnica superior de ingenieros de caminos, Canales y Puertos, Madrid, España. Disponible en: <http://oa.upm.es/1049/>
- Montes, C. F., Felipe, A., y González, R. (2018). Potential use of waste from caldense agroindustry according to its. *Revista Facultad de Ciencias Básicas*, 14(2), 143–151. <https://doi.org/10.18359/rfcb.3411>
- Moody, L., Burns, R., Wu-Haan, W. y Spajić, R. (2009). Use of biochemical methane potential (BMP) assays for predicting and enhancing anaerobic digester performance. *Actas y presentaciones de conferencias de ingeniería agrícola y de biosistemas*, 466. Disponible en: http://sa.agr.hr/pdf/2009/sa2009_p1009.pdf
- Morales-Polo, C., del Mar Cledera-Castro, M., y Moratilla Soria, B. Y. (2018). Reviewing the Anaerobic Digestion of Food Waste: From Waste Generation and Anaerobic Process to Its Perspectives. *Applied Sciences*, 8(10), 1804. <https://doi.org/10.3390/app8101804>

- Nayono, S. E. (2010). Anaerobic digestion of organic solid waste for energy production. *Scientific Publishing*, Vol. 46. <https://doi.org/10.5445/KSP/1000015038>
- Negri, C., Ricci, M., Zilio, M., D'Imporzano, G., Qiao, W., Dong, R. y Adani, F. (2020). Anaerobic digestion of food waste for bio-energy production in China and Southeast Asia: A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 133, 110138. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2020.110138>
- Nielfa, A., Cano, R., y Fdz-Polanco, M. (2015). Theoretical methane production generated by the co-digestion of organic fraction municipal solid waste and biological sludge. *Biotechnology Reports*, 5, 14-21. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2014.10.005>
- Noguera, R.R., E.O. Saliba, y R.M. Mauricio. (2004). Comparación de modelos matemáticos para estimar los parámetros de degradación obtenidos a través de la técnica de producción de gas. *Livestock Research for Rural Development* 16 (11). Disponible en: <http://www.lrrd.org/lrrd16/11/nogu16086.htm>
- Nopharatana, A., Pullammanappallil, P. y Clarke, W. (2007). Kinetics and dynamic modelling of batch anaerobic digestion of municipal solid waste in a stirred reactor. *Waste Management*, 27(5), 595–603. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2006.04.010>
- Ohemeng-ntiamoah, J. y Datta, T. (2019). Perspectives on variabilities in biomethane potential test parameters and outcomes : A review of studies published between 2007 and 2018. *Science of the Total Environment*, 664, 1052–1062. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2019.02.088>
- Ojeda, S., Lozano, G., Quintero, M., Whitty, K. y Smith, C. (2008). Generación de residuos sólidos domiciliarios por periodo estacional: el caso de una ciudad mexicana. *Redisa*. Disponible en: <http://www.redisa.net/doc/artSim2008/gestion/A26.pdf>
- Ortiz J. (2012). Puesta a punto de una metodología para la determinación de la actividad metanogénica específica de un fango anaerobio mediante el sistema OxiTop®. Influencia de las principales variables experimentales (Tesis doctoral). Valencia, España: Universidad Politécnica de Valencia.
- Oviedo-Ocaña, R., Marmolejo-Rebellón, L., y Torres-Lozada, P. (2012). Perspectivas de aplicación del compostaje de biorresiduos provenientes de residuos sólidos municipales. Un enfoque desde lo global a lo local. *Ingenierías Universidad de Medellín*, 11(20), 67–75. Disponible en: <http://udem.scimago.es/index.php/ingenierias/article/view/647>
- Oviedo-Ocaña, E. R., Marmolejo-Rebellon, L. F., y Torres-Lozada, P. (2017). Avances en investigación sobre el compostaje de biorresiduos en municipios menores de países en desarrollo. *Ingeniería, Investigación y Tecnología*, 18(1), 31–42. <https://doi.org/10.22201/fi.25940732e.2017.18n1.003>
- Owen, W. F., Stuckey, D. C., Healy Jr, J. B., Young, L. Y. y McCarty, P. L. (1979). Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity. *Water research*, 13(6), 485-492. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(79\)90043-5](https://doi.org/10.1016/0043-1354(79)90043-5)
- Pabón, C., Castañares, G. y Van Lier, J. (2012). An OxiTop® protocol for screening plant material for its biochemical methane potential (BMP). *Water Science and Technology*, 66(7), 1416–1423. <https://doi.org/10.2166/wst.2012.305>
- Parajuli, P. (2011). *Biogas measurement techniques and the associated error* (Tesis doctoral). University of Jyväskylä, Finlandia. Disponible en: <https://jyx.jyu.fi/dspace/bitstream/handle/123456789/36767/URN:NBN:fi:jyu-2011100611506.pdf?sequence=1->

- Parra-Orobio, B. A., Torres-Lozada, P., Marmolejo-Rebellón, L. F., Cárdenas-Cleves, L. M., Vásquez-Franco, C., Torres-López, W. A., & Ordóñez-Andrade, J. A. (2014). Influencia del pH sobre la digestión anaerobia de biorresiduos de origen municipal. *Revista UDCA Actualidad & Divulgación Científica*, 17(2). 10.31910/rudca.v17.n2.2014.421
- Parra-Orobio, B., Torres-Lozada, P., Marmolejo-Rebellon, L., Cardenas-Claves, L., Vásquez-Franco, Carlos., Torres-Lopez, W. y Ordoñez-Andrade, J. A. (2015). Efecto de la relación sustrato-inóculo sobre el potencial bioquímico de metano de biorresiduos de origen municipal. *Ingeniería, investigación y tecnología*, 16(4), 515-526. <https://doi.org/10.1016/j.riit.2015.09.004>
- Parra-Orobio, B. A., Donoso-Bravo, A., & Torres-Lozada, P. (2017). Anaerobic digestion of food waste. Predicting of methane production by comparing kinetic models. *Ingeniería y competitividad*, 19(1), 219-227. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10893/18282>
- Parra-Orobio, B., Angulo-Mosquera, L., Loaiza-Gualtero, J., Torres-López, W., y Torres-Lozada, P. (2018). Inoculum mixture optimization as strategy for to improve the anaerobic digestion of food waste for the methane production. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(1), 1529–1535. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.01.048>
- Parra-Orobio, B., Nieto-Mendoza, M., Rivera-Henao, D., Manyoma-Velásquez, P., y Torres-Lozada, P. (2019). Selection of inocula conditioning methodologies for the anaerobic digestion of food waste. *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, (92), 9-18.
- Pham, C., Triolo, J., Cu, T., Pedersen, L. y Sommer, S., (2013). Validation and Recommendation of Methods to Measure Biogas Production Potential of Animal Manure. *Asian-Australasian Journal of Animal Sciences*, 26(6). <https://doi.org/10.5713 / ajas.2012.12623>
- Pereira, C., Castañares, G. y Lier, J. (2012) Van an oxiTop protocol for screening plant material for its biochemical methane potential (BMP). *Water Sci. Technol*, 66, 1416–1423. <https://doi.org/10.2166/wst.2012.305>
- Pommier, S., Chenu, D., Quintard, M y Lefebvre, X. (2006). A logistic model for the prediction of the influence of waste on the solid waste methanation in landfills. *Biotechnology and Bioengineering*, 97(3), 473-482. <https://doi.org/10.1002/bit.21241>
- Pozuelo, E. C. (2005). Optimización de la digestión anaerobia de purines de cerdo mediante codigestión con residuos orgánicos de la industria agroalimentaria (Doctoral dissertation, Universitat de Lleida). Disponible en: <https://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/8229/Tecp1de1.pdf>
- Raposo, F., Banks, C. J., Siegert, I., Heaven, S. y Borja, R. (2006). Influence of inoculum to substrate ratio on the biochemical methane potential of maize in batch tests. *Process Biochemistry*, 41(6), 1444–1450. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2006.01.012>
- Raposo, F., Fern, V., Rubia, M. A. De, Borja, R., B, F., Fern, M., Frigon, J. C., Cavinato, C., Demirer, G., Fern, B., Menin, G., Peene, A., Scherer, P., Torrijos, M., Uellendahl, H., Wierinck, I. y Wilde, V. De. (2011). Biochemical methane potential (BMP) of solid organic substrates : evaluation of anaerobic biodegradability using data from an international interlaboratory study. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 86(8), 1088-1098. <https://doi.org/10.1002/jctb.2622>
- Raposo, F., De La Rubia, M. A., Fernández-Cegri, V. y Borja, R. (2012). Anaerobic digestion of solid organic substrates in batch mode: An overview relating to methane yields and experimental procedures. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16(1), 861–877. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.09.008>

- Reyes, M., Oviedo, E., Dominguez, I., Komilis, D. y Sánchez, A. (2018). A systematic review on the composting of green waste: Feedstock quality and optimization strategies. *Waste management*, 77, 486-499. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.04.037>
- Rivera, V., Aranda, J., Espinosa, T., Robles, F. y Toledo, J. (2009). The anaerobic digestion model: a Review of Its Evolution. *Ingeniería Agrícola y Biosistemas*, 1(2), 109–117. <https://doi.org/10.5154/r.inagbi.2010.01.001>
- Rozzi, A. y Remigi, E. (2004). Methods of assessing microbial activity and inhibition under anaerobic conditions: A literature review. *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, 3(2), 93–115. <https://doi.org/10.1007/s11157-004-5762-z>
- Rodrigues, R. P., Rodrigues, D. P., Klepacz-Smolka, A., Martins, R. C. y Quina, M. J. (2019). Comparative analysis of methods and models for predicting biochemical methane potential of various organic substrates. *Science of the total environment*, 649, 1599-1608. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.08.270>
- Sanabria, J., Durán, M., y Gutiérrez García, N. (2012). Comparison of Specific Methanogenic Activity Measurement Methods in Anaerobic Reactors on the treatment of vinasse. *Ingeniería y Región*, (9), 75–82. Disponible en: <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=5432235>
- Sánchez, J. (2019). Aprovechamiento energético y material mediante digestión anaerobia de la fracción orgánica de los residuos sólidos urbanos que se producen en el barrio Moravia-Medellín. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10495/14222>
- Scarlat, N., Dallemand, J. F. y Fahl, F. (2018). Biogas: Developments and perspectives in Europe. *Renewable energy*, 129, 457-472. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.03.006>
- Sistema Único de Información Normativa. (2013). DECRETO 298. Suin Juriscol. Disponible en: <http://www.suin-juriscol.gov.co/>
- Sobotka, M., Votruba, J., Havlik, I. y Minkevich, I. G. (1983). The mass: Energy balance of anaerobic methane production. *Folia Microbiologica*, 28(3), 195-204. <https://doi.org/10.1007/BF02884083>
- Soto, M., Méndez, R., y Lema, J. M. (1993). Methanogenic and non-methanogenic activity tests. Theoretical basis and experimental set up. *Water Research*, 27(8), 1361–1376. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(93\)90224-6](https://doi.org/10.1016/0043-1354(93)90224-6)
- Souto, T. F., Aquino, S. F., Silva, S. Q. y Chernicharo, C. A. L. (2009). Influence of incubation conditions on the specific methanogenic activity test. *Biodegradation*, 21(3), 411–424. <https://doi.org/10.1007/s10532-009-9311-x>
- Sponza, D. T. (2003). Toxicity and treatability of carbontetrachloride and tetrachloroethylene in anaerobic batch cultures. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 51(2), 119–127. [https://doi.org/10.1016/S0964-8305\(02\)00095-1](https://doi.org/10.1016/S0964-8305(02)00095-1)
- SSPD. (2020). Informe Nacional de Disposición final de Residuos Sólidos 2019. Superintendencia de Servicios Públicos Domiciliarios.
- Strömberg, S., Nistor, M. y Liu, J. (2014). Towards eliminating systematic errors caused by the experimental conditions in biochemical methane potential (BMP) tests. *Waste Management*, 34(11), 1939–1948. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2014.07.018>
- Superintendencia de Servicios Públicos Domiciliarios. (2016). Disposición final de residuos sólidos - informe nacional elaborado 2015. *Simposio Iberoamericano de Ingeniería de Residuos*, 2015 (2012–2015), 181. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>

- Tambone, F., Genevini, P., D'Imporzano, G., y Adani, F. (2009). Assessing amendment properties of digestate by studying the organic matter composition and the degree of biological stability during the anaerobic digestion of the organic fraction of MSW. *Bioresource Technology*, 100(12), 3140–3142. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.02.012>
- Tong, X., Smith, L. H., & McCarty, P. L. (1990). Methane fermentation of selected lignocellulosic materials. *Biomass*, 21(4), 239-255. [https://doi.org/10.1016/0144-4565\(90\)90075-U](https://doi.org/10.1016/0144-4565(90)90075-U)
- Torres, P. y Pérez, A. (2010). Actividad metanogénica específica: una herramienta de control y optimización de sistemas de tratamiento anaerobio de aguas residuales. *Ingeniería de los Recursos Naturales y del Ambiente*, (9), 5-14. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=231116434001>
- UNAL, T. (2018). Estimación del Potencial de Conversión a Biogás de la Biomasa en Colombia y su Aprovechamiento. Bogotá DC: UNAL. Disponible en: <https://bdigital.upme.gov.co/jspui/bitstream/001/1317/1/Informe%20final.pdf>
- US Environmental Protection Agency (USEPA). (1991). Air emissions from municipal solid waste landfills - Background information for proposed standards and guidelines. Publication EPA-450/3-90-011a, North Carolina
- Valcke, D. y Verstraete, W. (1983). A practical method to estimate the acetoclastic methanogenic biomass in anaerobic sludges. *Water Pollution Control Federation*, 55(9). Disponible en: www.jstor.org/stable/25042057
- Van Eck, N. J., y Waltman, L. (2009). Software survey: VOSviewer, a computer program for bibliometric mapping. *scientometrics*, 84(2), 523-538. <https://doi.org/10.1007/s11192-009-0146-3>
- VDI. 4630. Fermentation of organic materials. Characterisation of the substrate, sampling, collection of material data, fermentation tests. Alemania: Verein Deutscher Ingenieure, 2006.
- Villamizar, C. y Chaparro, J. (2016). Vigilancia tecnológica de digestión anaerobia en colombia mediante el uso de software bibliométrico especializado. *Researchgate. Net*. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/324970539_VIGILANCIA_TECNOLOGICA_DE_DIGESTION_ANAEROBIA_EN_COLOMBIA_MEDIANTE_EL_USO_DE_SOFTWARE_BIBLIOMETRICO_ESPECIALIZADO
- Vindis, P., Mursec, B., Janzekovic, M., & Cus, F. (2009). The impact of mesophilic and thermophilic anaerobic digestion on biogas production. *Journal of achievements in materials and manufacturing Engineering*, 36(2), 192-198. Disponible en: <https://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.466.555&rep=rep1&type=pdf>
- Walker, M., Zhang, Y., Heaven, S. y Banks, C. (2009). Potential errors in the quantitative evaluation of biogas production in anaerobic digestion processes. *Bioresource technology*, 100(24), 6339-6346. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.07.01>
- Wang, L. H., Wang, Q., Zhang, X., Cai, W. y Sun, X. (2013). A bibliometric analysis of anaerobic digestion for methane research during the period 1994–2011. *Journal of Material Cycles and Waste Management*, 15(1), 1-8. <https://doi.org/10.1007/s10163-012-0094-5>
- Wang, B., Nges, I., Nistor, M. y Liu, J. (2014). Determination of methane yield of cellulose using different experimental setups. *Water science and technology*, 70(4), 599-604. <https://doi.org/10.2166/wst.2014.275>
- Zhao, C., Yan, H., Liu, Y., Huang, Y., Zhang, R., Chen, C., & Liu, G. (2016). Bio-energy conversion performance, biodegradability, and kinetic analysis of different fruit residues during discontinuous anaerobic digestion. *Waste Management*, 52, 295-301. [Doi.org/10.1016/j.wasman.2016.03.028](https://doi.org/10.1016/j.wasman.2016.03.028)