



**Recuperación del sulfato de aluminio  
de los lodos provenientes de un  
tratamiento primario avanzado**

**Proyecto de investigación que para obtener el título de:  
Maestro en Ciencias e Ingeniería Ambientales**

**presenta:**

**Ing. Miguel Angel Martínez Cordero**

**Asesora interna:  
Dra. Mabel Vaca Mier**

**Asesora externa:  
Dra. Blanca Elena Jiménez Cisneros**

**abril de 2001**

# Resumen

El sulfato de aluminio es comúnmente empleado en los procesos de coagulación-floculación para remover sólidos suspendidos del agua residual. Este compuesto al ser adicionado al agua se convierte en hidróxido de aluminio, y por las características anfóteras del aluminio es posible su disolución, para ser reciclado nuevamente en el proceso de tratamiento.

Reciclar el sulfato de aluminio a partir del precipitado generado en el tratamiento (conocido como lodo), se presenta como una opción para abatir los costos de operación y disminuir la cantidad de lodo a ser dispuesta, y, para el caso de México resulta especialmente atractivo porque éste coagulante es ampliamente utilizado en el tratamiento del agua.

Este trabajo se abocó a encontrar las condiciones para recuperar el sulfato de aluminio a partir del lodo de una planta de aguas residuales domésticas con tratamiento primario avanzado. El lodo fue acidificado con ácido sulfúrico y, posteriormente, centrifugado para separar el coagulante del material sólido. Con pruebas en jarras se estudiaron las condiciones de agitación ( $141$  a  $480\text{ s}^{-1}$ ) y tiempo de contacto ( $15$  a  $45$  minutos), así como, las interferencias que afectan al proceso, tales como la concentración de aluminio en el agua residual y el contenido de sólidos del lodo. También, se verificó el impacto sobre la calidad del efluente al reciclar el coagulante al proceso. Adicionalmente se determinaron, las condiciones de desaguado del lodo acidificado y el grado de estabilización microbiológica alcanzado en el desecho del reciclado.

Se determinó que al utilizar tiempos de contacto de  $15$  minutos, preferentemente con velocidades de agitación que permitieron alcanzar gradientes bajos (en el orden de  $141\text{ s}^{-1}$ ), fueron logradas las mejores extracciones de aluminio (en el orden de  $1300\text{ mg/L}$ ) desde el punto de vista económico y técnico.

Cabe destacar que la eficiencia de recuperación se ve afectada por las concentraciones del aluminio original presentes en el agua residual cruda, que dificultan la cuantificación de la eficiencia del proceso. Se observó que hasta el 48% del aluminio en el lodo crudo provino del aluminio presente en el agua cruda, principalmente en forma suspendida, (que precipita por acción del sulfato de aluminio y se incorpora al lodo). Por tanto, para definir la eficiencia de recuperación del proceso se sometió el lodo a cinco ciclos de extracción sucesivos, así, se determinó que es posible obtener hasta el 77% del aluminio extractable en el primer ciclo, cantidad cercana a la reportada por Sengunpta *et al.* (1997) de 85%.

En lo que concierne a la concentración de sólidos del lodo con un contenido del 4.2% y un pH de extracción de 2.0 se obtuvo un consumo de 2.0 moles de ácido/mol de  $Al^{3+}$ , que es la utilizada en diversos estudios (Bishop *et al.*, 1987; Bishop *et al.*, 1991; Cornwell y Zoltek, 1977), y fue muy cercana a la estequiométrica de 1.5 mol/mol. Esta relación expresada como el valor del  $Al^{3+}$  recuperado entre el costo del ácido utilizado durante el experimento, (en pesos mexicanos a precios del segundo semestre del 2000), es de 3.6 lo que indica que existe un beneficio de 2.6 pesos por peso de ácido gastado al extraer el aluminio del lodo.

Se verificó la eficiencia del proceso al reutilizar el coagulante recuperado durante seis ciclos de reuso. Se obtuvo una calidad de efluente similar a la alcanzada con el sulfato de aluminio grado reactivo con la aplicación de una cantidad equivalente de aluminio, como  $Al^{3+}$ , en todos los ensayos, al lograr porcentajes de eliminación de 85% en sólidos suspendidos, 48% para la DQO y hasta 76% para turbiedad en el cuarto ciclo de reuso. Con respecto al comportamiento de los metales analizados el único que presentó problemas de acumulación fue el zinc, pues su concentración en el efluente tratado se elevó hasta un 40% por encima de la concentración del agua residual cruda. Para el caso del fósforo total la eficiencia de eliminación promedio fue de 23% y para el nitrógeno total de 21%.

La facilidad para el desaguado del lodo acidificado a pH de 2 se investigó a través de la resistencia específica a la filtración obteniéndose un valor de 139 Tm/kg, éste resultó 40% superior al del lodo crudo que fue de 98 Tm/kg, por lo que las características de desaguado del lodo acidificado son más desfavorables. Sin embargo, al desaguar el lodo acidificado con un polímero aniónico fue posible disminuir la resistencia específica a la filtración por debajo de 1 Tm/kg.

En el aspecto microbiológico se determinó que al tratar el lodo en un intervalo de pH de 2 a 3 se eliminaron casi por completo los coliformes fecales del mismo (<2 NMP/g de ST) y por tanto el lodo podría ser catalogado como biosólido Clase B. No obstante, los huevos de helmintos no se destruyeron mediante la adición de ácido sulfúrico, por lo que el residuo de la extracción del aluminio debe ser desinfectado para evitar los riesgos asociados al manejo de este material.

Por tanto, y debido a la complejidad del proceso se recomienda su escalamiento a nivel de planta piloto para proyectar con menos incertidumbre las condiciones de operación de los procesos involucrados a escala real, así como, para afinar costos.

# Abstract

The aluminum sulfate is commonly used to remove suspended solids in wastewater's treatment coagulation-flocculation processes. When this compound is added to water it becomes aluminum hydroxide. Due to aluminum's amphoteric characteristics its dissolution is possible, therefore it can be returned to the treatment process.

Recycling of aluminum sulfate from the precipitate generated during treatment process (also known as sludge) is an option to reduce operation costs and the quantity of sludge to be disposed. It could be particularly attractive for the case of Mexico, where this coagulant is largely used in water treatment facilities.

This project was conducted to find the proper recovery conditions of aluminum sulfate from a domestic sludge produced in an enhanced primary wastewater treatment plant. The sludge was acidified with sulfuric acid, and then it was centrifuged to separate the coagulant from the solid material. Using jar tests, mixing conditions and contact times were studied; interference that could affect the process, such as wastewater's aluminum concentration and solids' content of the sludge, were also analyzed. The effect of coagulant recycling on the effluent quality was also studied. Additionally dewatering conditions of the acidulated sludge and the microbiologic stabilization degree reached within the waste of the recycling process were determined.

From the economic and technical points of view, it was found that 15 minutes contact time and low mixing energy ( $144 \text{ s}^{-1}$ ) yielded the best aluminum extractions, ca. 1300 mg/L.

The coagulant recovery is affected by raw wastewater aluminum concentration, interfering with process efficiency quantification. It was observed that up to 48% of the aluminum content in the raw sludge came from the water treatment process itself, and it

was mainly in suspended form (as a result of precipitation with aluminum sulfate that it is incorporated to the sludge). In order to define process recovery efficiency, five successive sludge extraction cycles were applied, it was concluded that it is possible to obtain up to 77% of aluminum recovery in the first cycle, which is close to 85%, amount reported by Sengupta et al. (1997).

At 4.2% sludge's solids concentration and a pH extraction value of 2, a consumption ratio of 2.0 moles of acid/mole of  $Al^{3+}$  was achieved. This relationship is quite close to the stoichiometric ratio of 1.5 mole/mole. A relationship of 3.6 (in Mexican pesos, second semester of 2000) representing the value of the  $Al^{3+}$  recovered divided by the cost of the acid used in the experiment, was obtained. This indicates that a net benefit of 2.6 pesos per peso of consumed acid will be generated when aluminum is extracted from the sludge using this method.

It was also checked water treatment process efficiency using recovered coagulant during six cycles and the results were compared with experiments using reagent degree aluminum sulfate. In both cases removal efficiency achieved was similar, as an example, in the fourth recycle cycle, it was obtained a reduction of 85% suspended solids, 48% for the COD and up to 76% for turbidity. Zinc offered accumulation problems, because its concentration in the treated effluent increased up to 40% above the concentration of the raw wastewater. The average elimination efficiency of total phosphorus and total nitrogen was 23% and 21% respectively.

Dewatering capability of the acidified sludge to pH of 2.0 was investigated through the specific resistance of filtration. A value of 139 Tm/kg was obtained, which is 40% higher than the raw sludge (98 Tm/kg), therefore, the dewatering characteristics of the acidified sludge were less favorable. However, when the acidified sludge was dewatered using an anionic polymer it was possible to reduce the filtration's specific resistance below 1 Tm/kg.

Fecal coliforms were almost completely eliminated (<2 MPN/g of ST) in treated sludge at a pH ranging from 2 to 3. Therefore the sludge could be classified as Class B biosolid. However, helminthes ova were not destroyed by means of the addition of sulfuric acid, and the residue of the extraction of the aluminum should be disinfected to avoid the associated risks during the handling of this material.

Due to the complexity of the process, it is recommended that the process should be scaled up to pilot plant level, in order to reduce uncertainty in design and the operation conditions of the involved processes to full scale, as well as to refine associated costs.

# Dedicatoria

Para Rosana, quien representa un gran apoyo en mi vida ya que su amor, cariño y comprensión han estado siempre presentes durante la realización de este trabajo, a pesar de la distancia. Muchas de las horas que he invertido en la realización de este documento te las he quitado a ti, por lo que este trabajo es tan tuyo como mío.

A mis padres, Martha y Miguel, y hermanos, Teresa, Alberto y Cristina, por su paciencia y por que siempre estarán conmigo y yo con ellos.



# Agradecimientos

Durante el desarrollo de este trabajo fue necesaria la participación de muchas personas e instituciones sin las cuales no hubiera sido posible su conclusión. Es un orgullo poder hacer extensivo estos agradecimientos a:

La Dra. Mabel Vaca Mier por su apoyo y orientación.

A la Dra. Blanca E. Jiménez C. por brindarme la oportunidad de colaborar en su grupo de trabajo y proponerme valiosas sugerencias al realizar este estudio.

Al M. en I. José Antonio Barrios Pérez, cuyas sugerencias e ideas enriquecieron enormemente este proyecto.

Al M. en I. Luis Fernando Hoyos por su apoyo en la parte estadística.

A Liliana y Benjamín que me brindaron una ayuda inestimable en el laboratorio y en campo.

A la Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica por permitir el uso de sus instalaciones ubicadas en el Salto, Hidalgo.

Al Instituto de Ingeniería de la UNAM por el apoyo brindado en equipos e instalaciones de laboratorio.

A CyDSA y CONACyT por el patrocinio brindado al proyecto.

Y especialmente al personal que integra el Grupo Tratamiento y Reúso del Instituto de Ingeniería (becarios, alumnos en servicio social, administrativos y técnicos académicos), cuyo apoyo y compañía hicieron muy grata esta experiencia.

# Contenido

<u>Resumen</u> .....	II
<u>Abstract</u> .....	V
<u>Dedicatoria</u> .....	VIII
<u>Agradecimientos</u> .....	IX
<u>Lista de tablas</u> .....	XIV
<u>Lista de figuras</u> .....	XVI
<u>Notación</u> .....	XIX
<u>1. Antecedentes</u> .....	1
<u>2. Fundamentos teóricos</u> .....	3
<u>2.1. Coagulación-floculación</u> .....	3
<u>2.2. Gradiente de agitación</u> .....	8
<u>2.3. Tratamiento primario avanzado</u> .....	10
<u>2.4. El aluminio</u> .....	14
2.4.1. Generalidades.....	14
2.4.2. Menas de aluminio.....	14
2.4.3. Óxidos e hidróxidos de aluminio.....	15
<u>2.5. Química del aluminio en solución acuosa</u> .....	17
2.5.1. Anfoterismo e hidrólisis.....	17
2.5.2. Solubilidad.....	19
<u>2.6. Sulfato de aluminio</u> .....	22
<u>3. Recuperación del sulfato de aluminio</u> .....	26
<u>3.1. Procesos no selectivos</u> .....	26

3.1.1. Extracción ácida .....	26
3.1.1.1. Diagrama de flujo del proceso .....	29
3.1.2. Extracción alcalina .....	31
<b><u>3.2. Procesos selectivos para la recuperación del sulfato de aluminio</u> .....</b>	<b>32</b>
3.2.1. Procesos de membrana .....	32
3.2.2. Procesos con ácidos fosfóricos .....	35
3.2.3. Procesos con resinas .....	38
3.2.4. Precipitación del aluminio como alunita .....	38
<b><u>4. Estabilización de lodos</u> .....</b>	<b>40</b>
<b><u>4.1. Propiedades físicas</u></b> .....	<b>40</b>
4.1.1. Resistencia específica a la filtración .....	42
<b><u>4.2. Propiedades químicas de los lodos</u></b> .....	<b>47</b>
<b><u>4.3. Propiedades biológicas de los lodos</u></b> .....	<b>47</b>
<b><u>4.4. Normatividad para lodos en México</u></b> .....	<b>49</b>
<b><u>4.5. Normatividad para biosólidos en Estados Unidos de América</u></b> .....	<b>52</b>
<b><u>4.6. Métodos de tratamiento</u></b> .....	<b>54</b>
<b><u>4.7. Reducción de la atracción de vectores</u></b> .....	<b>56</b>
<b><u>5. Hipótesis y objetivos</u></b> .....	<b>58</b>
<b><u>5.1. Hipótesis</u></b> .....	<b>58</b>
<b><u>5.2. Objetivo</u></b> .....	<b>58</b>
<b><u>5.3. Objetivos específicos</u></b> .....	<b>58</b>
<b><u>6. Metodología</u></b> .....	<b>60</b>
<b><u>6.1. Caracterización de los lodos (Etapa 1)</u></b> .....	<b>60</b>
<b><u>6.2. Extracción preliminar del aluminio (Etapa 2)</u></b> .....	<b>62</b>
6.2.1. Efecto del tiempo de contacto, régimen de agitación y concentración del ácido .....	62
6.2.2. Efecto del ácido y de la agitación en la estabilización del lodo .....	63
<b><u>6.3. Diseño de experimentos (Etapa 3)</u></b> .....	<b>64</b>

<b><u>6.4. Otros factores (Etapa 4)</u></b> .....	<b>67</b>
<b><u>6.5. Concentraciones de fondo (Etapa 5)</u></b> .....	<b>68</b>
<b><u>6.6. Reciclado del aluminio recuperado a diferentes pH (Etapa 6)</u></b> .....	<b>69</b>
<b><u>6.7. Extracción del aluminio a diferentes concentraciones de ST (Etapa 7)</u></b> .....	<b>72</b>
<b><u>6.8. Extracciones sucesivas de <math>Al^{3+}</math> (Etapa 8)</u></b> .....	<b>73</b>
<b><u>6.9. Impacto del reciclado del <math>Al^{3+}</math> recuperado (Etapa 9)</u></b> .....	<b>74</b>
<b><u>6.10. Materiales y equipos</u></b> .....	<b>76</b>
<b><u>7. Resultados y discusión</u></b> .....	<b>77</b>
<b><u>7.1. Caracterización de los lodos empleados</u></b> .....	<b>77</b>
<b><u>7.2. Extracción preliminar del aluminio (Etapa 2)</u></b> .....	<b>78</b>
<u>7.2.1. Efecto del tiempo de contacto</u> .....	78
<u>7.2.2. Efecto de la agitación</u> .....	79
<u>7.2.3. Efecto de la cantidad de ácido</u> .....	81
<u>7.2.4. Estabilización ácida del lodo</u> .....	82
<b><u>7.3. Resultados de experimentos de la etapa 3</u></b> .....	<b>84</b>
<u>7.3.1. Análisis estadístico</u> .....	84
<u>7.3.1.1. Análisis estadístico de datos no agrupados</u> .....	84
<u>7.3.1.2. Análisis del modelo <math>3^3</math> con una sola réplica</u> .....	86
<u>7.3.2. Tiempo de contacto</u> .....	91
<u>7.3.3. Gradiente de agitación</u> .....	92
<u>7.3.4. Relación másica</u> .....	94
<u>7.3.5. Eliminación de coliformes fecales en función del tiempo de contacto</u> .....	95
<b><u>7.4. Otros factores (Etapa 4)</u></b> .....	<b>98</b>
<u>7.4.1. Tipo de agitador</u> .....	98
<u>7.4.2. Contenido de sólidos totales</u> .....	100
<b><u>7.5. Concentraciones de fondo (Etapa 5)</u></b> .....	<b>102</b>
<b><u>7.6. Reciclado del aluminio recuperado a diferentes valores de pH (Etapa 6)</u></b> ..	<b>106</b>
<u>7.6.1. Reciclado del aluminio recuperado a diferentes valores de pH</u> .....	106
<u>7.6.2. Eliminación de coliformes fecales del lodo acidificado</u> .....	110

7.6.3. Eliminación de huevos de helmintos del lodo acidificado.....	111
<b><u>7.7. Extracción del aluminio a diferentes concentraciones de ST (Etapa 7).....</u></b>	<b>113</b>
<b><u>7.8. Extracciones sucesivas de Al<sup>3+</sup> y resistencia a la filtración (Etapa 8).....</u></b>	<b>119</b>
7.8.1. Extracciones sucesivas de Al <sup>3+</sup> .....	119
7.8.2. Resistencia a la filtración.....	120
<b><u>7.9. Etapa 9.....</u></b>	<b>123</b>
7.9.1. Comportamiento de la DQO durante seis ciclos de reciclado.....	123
7.9.2. Comportamiento del fósforo durante seis ciclos de reciclado.....	125
7.9.3. Comportamiento de los metales durante seis ciclos de reciclado.....	126
7.9.3.1. Comportamiento del arsénico durante seis ciclos de reciclado.....	126
7.9.3.2. Comportamiento del cadmio durante seis ciclos de reciclado.....	127
7.9.3.3. Comportamiento del cromo durante seis ciclos de reciclado.....	128
7.9.3.4. Comportamiento del níquel durante seis ciclos de reciclado.....	129
7.9.3.5. Comportamiento del mercurio durante seis ciclos de reciclado.....	130
7.9.3.6. Comportamiento del plomo durante seis ciclos de reciclado.....	132
7.9.3.7. Comportamiento del zinc durante seis ciclos de reciclado.....	133
7.9.4. Comportamiento del nitrógeno durante seis ciclos de reciclado.....	134
7.9.5. Comportamiento de los sólidos suspendidos durante seis ciclos de reciclado.....	135
7.9.6. Comportamiento de la turbiedad durante seis ciclos de reciclado.....	137
7.9.7. Eficiencias de eliminación de la DQO, del fósforo total, de metales, de nitrógeno total, de sólidos suspendidos y de la turbiedad durante los seis ciclos de reciclado.....	139
<b><u>8. Conclusiones y recomendaciones.....</u></b>	<b>144</b>
<b><u>9. Referencias.....</u></b>	<b>147</b>
<b><u>Índice de Autores.....</u></b>	<b>153</b>

# Lista de tablas

<a href="#">Tabla 1. Eficiencias de eliminación de sólidos suspendidos totales (SST) y demanda bioquímica de oxígeno (DBO), y características de operación típicas de los procesos físicoquímicos</a>	12
<a href="#">Tabla 2. Menas de aluminio.</a>	15
<a href="#">Tabla 3. Constantes de hidrólisis del aluminio a 298.15 K y fuerza iónica cero.</a>	19
<a href="#">Tabla 4. Composición del sulfato de aluminio comercial y libre de hierro.</a>	24
<a href="#">Tabla 5. Equivalencias de pesos entre distintas presentaciones del sulfato de aluminio comercial en solución.</a>	24
<a href="#">Tabla 6. Elementos extraídos conjuntamente con el aluminio de lodos de la potabilizadora de Durham.</a>	28
<a href="#">Tabla 7. Concentraciones típicas de sólidos obtenidos por el tratamiento de aguas residuales domésticas.</a>	41
<a href="#">Tabla 8. Valores típicos de la resistencia específica a la filtración para lodos de potabilizadoras y de aguas residuales.</a>	46
<a href="#">Tabla 9. Densidad de organismos patógenos en lodos secundarios.</a>	48
<a href="#">Tabla 10. Comparación de los lodos generados en Estados Unidos y en México en el aspecto microbiológico.</a>	48
<a href="#">Tabla 11. Tiempo de sobrevivencia de patógenos.</a>	49
<a href="#">Tabla 12. Reglamentos ambientales que aplican para sólidos de aguas residuales.</a>	51
<a href="#">Tabla 13. Límites de contaminantes.</a>	54
<a href="#">Tabla 14. Tecnologías para la obtención de biosólidos clase A y clase B.</a>	55
<a href="#">Tabla 15. Requisitos para reducir la atracción de vectores.</a>	57
<a href="#">Tabla 16. Datos de operación de la planta de San Pedro Atocpan.</a>	60
<a href="#">Tabla 17. Condiciones empleadas para evaluar la factibilidad de extraer el aluminio (Etapa 2).</a>	62
<a href="#">Tabla 18. Efecto del ácido sulfúrico y de la agitación en la estabilización del lodo (Etapa 2).</a>	63

<a href="#"><u>Tabla 19. Análisis realizados durante la estabilización ácida del lodo (Etapa 2)</u></a> .....	63
<a href="#"><u>Tabla 20. Condiciones de los experimentos para el diseño factorial 3<sup>3</sup> (Etapa 3)</u></a> .....	64
<a href="#"><u>Tabla 21. Análisis realizados durante el diseño de experimentos 3<sup>3</sup> (Etapa 3)</u></a> .....	65
<a href="#"><u>Tabla 22. Condiciones de operación del diseño de experimentos 3<sup>3</sup> (Etapa 3)</u></a> .....	66
<a href="#"><u>Tabla 23. Condiciones de operación para determinar la influencia de otros factores en la extracción (Etapa 4)</u></a> .....	67
<a href="#"><u>Tabla 24. Técnicas analíticas empleadas en las etapas 1, 2, 3 y 4</u></a> .....	68
<a href="#"><u>Tabla 25. Volúmenes de lodo utilizados en la extracción de aluminio para reciclado (Etapa 6)</u></a> .....	70
<a href="#"><u>Tabla 26. Técnicas analíticas empleadas durante la Etapa 6</u></a> .....	71
<a href="#"><u>Tabla 27. Metales analizados durante la etapa 7</u></a> .....	73
<a href="#"><u>Tabla 28. Caracterización del afluente de la Planta de SPA (Etapa 9)</u></a> .....	75
<a href="#"><u>Tabla 29. Caracterización del efluente y de los lodos (Etapa 9)</u></a> .....	75
<a href="#"><u>Tabla 30. Materiales y equipos utilizados</u></a> .....	76
<a href="#"><u>Tabla 31. Caracterización de los lodos utilizados (Etapa 1)</u></a> .....	77
<a href="#"><u>Tabla 32. Resultados de la estabilización del lodo con ácido sulfúrico (Etapa 2)</u></a> .....	83
<a href="#"><u>Tabla 33. Intervalos de clase: extracción de aluminio (Etapa 3)</u></a> .....	84
<a href="#"><u>Tabla 34. Diseño de Yates para estimar los contrastes entre los tratamientos</u></a> .....	88
<a href="#"><u>Tabla 35. Intervalos de clase en la eliminación de coliformes fecales (Etapa 3)</u></a> .....	95
<a href="#"><u>Tabla 36. Cantidad de ácido utilizada (Etapa 5)</u></a> .....	103
<a href="#"><u>Tabla 37. Disolución del aluminio en 50 L de lodo (Etapa 5)</u></a> .....	105
<a href="#"><u>Tabla 38. Disolución respecto a la cantidad de aluminio inicial (Etapa 5)</u></a> .....	105
<a href="#"><u>Tabla 39. Porcentajes de diferencias alcanzados al reusar el aluminio como coagulante en la etapa 6 (resumen)</u></a> .....	108
<a href="#"><u>Tabla 40. Eficiencias de eliminación de la DQO, del fósforo total, de metales, de nitrógeno total, de los sólidos suspendidos y de la turbiedad durante los ciclos de reciclado</u></a> .....	141
<a href="#"><u>Tabla 41. Porcentaje de aumento en la concentración de metales durante los seis ciclos de reúso</u></a> .....	142

# Lista de figuras

<a href="#">Figura 1. Coloide con carga negativa.....</a>	4
<a href="#">Figura 2. Fuerzas interpartículas en función de la distancia.....</a>	7
<a href="#">Figura 3. Gradiente en función de la potencia por unidad de volumen. ....</a>	9
<a href="#">Figura 4. Configuración de los diferentes tratamientos primarios.....</a>	13
<a href="#">Figura 5. Clasificación de los hidróxidos de aluminio.....</a>	16
<a href="#">Figura 6. Estructura del ion libre acuoso de aluminio.....</a>	17
<a href="#">Figura 7. Solubilidad teórica del aluminio.....</a>	22
<a href="#">Figura 8. Proceso de recuperación no selectiva del sulfato de aluminio.....</a>	30
<a href="#">Figura 9. Ácido sulfónico (material fuertemente ácido).....</a>	33
<a href="#">Figura 10. Iminodiacetato (material quelante).....</a>	33
<a href="#">Figura 11. Representación conceptual del proceso de extracción por medio de membranas.....</a>	35
<a href="#">Figura 12. Diagrama esquemático del proceso de recuperación con ácidos fosfóricos.....</a>	37
<a href="#">Figura 13. Equipo para la prueba de resistencia específica a la filtración.....</a>	42
<a href="#">Figura 14. Uso de la resistencia específica a la filtración para determinar la dosis óptima de polímero (en un sistema de unidades alterno).....</a>	44
<a href="#">Figura 15. Diagrama esquemático de un sistema para medir la resistencia específica a la filtración.....</a>	45
<a href="#">Figura 16. Diagrama de flujo de la planta de San Pedro Atocpan.....</a>	61
<a href="#">Figura 17. Disposición de la planta de San Pedro Atocpan.....</a>	61
<a href="#">Figura 18. Centrífuga Sanyo, modelo MSE Mistral 3000i.....</a>	70
<a href="#">Figura 19. Equipo de jarras Phipps &amp; Bird, modelo 7790-400.....</a>	72
<a href="#">Figura 20. Aluminio extraído a tiempos de contacto de 20 y 40 minutos (Etapa 2).....</a>	79
<a href="#">Figura 21. Aluminio extraído con velocidades de 150 y 300 rpm (Etapa 2).....</a>	80
<a href="#">Figura 22. Aluminio extraído con respecto a la cantidad de ácido (Etapa 2).....</a>	82
<a href="#">Figura 23. Frecuencia de clase en la extracción de aluminio (Etapa 3).....</a>	85



<a href="#">Figura 24. Frecuencia relativa acumulada de extracción (Etapa 3).</a>	86
<a href="#">Figura 25. Gráfica de probabilidad normal de los contrastes ordenados.</a>	89
<a href="#">Figura 26. Interacción entre los factores ACB, al nivel alto de B.</a>	90
<a href="#">Figura 27. Interacción entre los factores ACB, al nivel bajo de B.</a>	91
<a href="#">Figura 28. Concentración de <math>Al^{3+}</math> a diferentes tiempos de contacto (Etapa 3).</a>	92
<a href="#">Figura 29. Concentración de aluminio extraído a diferentes gradientes de agitación (Etapa 3).</a>	93
<a href="#">Figura 30. Concentración de aluminio extraído a diferentes relaciones másicas ácido sulfúrico/aluminio (Etapa 3).</a>	94
<a href="#">Figura 31. Frecuencia de clase en la eliminación de coliformes fecales (Etapa 3).</a>	96
<a href="#">Figura 32. Frecuencia relativa acumulada de eliminación de coliformes fecales (Etapa 3).</a>	97
<a href="#">Figura 33. Eficiencia de extracción de aluminio en función de la velocidad de agitación, 6.71% de ST (Etapa 4).</a>	99
<a href="#">Figura 34. Eficiencia de extracción de aluminio contra velocidad de agitación, 4.93% de ST (Etapa 4).</a>	100
<a href="#">Figura 35. Eficiencia de extracción de aluminio contra velocidad de agitación, 2.94, 4.93 y 6.71% de ST(Etapa 4).</a>	101
<a href="#">Figura 36. Concentración de Aluminio en las diferentes corrientes del TPA en mg/L (Etapa 5).</a>	103
<a href="#">Figura 37. Disolución de aluminio con respecto al pH (Etapa 5).</a>	104
<a href="#">Figura 38. Concentración de <math>Al^{3+}</math> en función del pH durante la etapa 6.</a>	107
<a href="#">Figura 39. Porcentajes de diferencias alcanzados al reusar el aluminio como coagulante en la etapa 6.</a>	109
<a href="#">Figura 40. Eliminación de coliformes fecales (Etapa 6).</a>	111
<a href="#">Figura 41. Destrucción de huevos de helmintos a diferentes valores de pH.</a>	112
<a href="#">Figura 42. <math>Al^{3+}</math> extraído a diferentes concentraciones de ST (Etapa 7).</a>	114
<a href="#">Figura 43. Relación molar <math>H_2SO_4/Al^{3+}</math> extraídos contra el % de ST (etapa 7).</a>	116
<a href="#">Figura 44. Valor del <math>Al^{3+}</math> recuperado/Costo del <math>H_2SO_4</math> utilizado en función de la concentración de ST del lodo (Etapa 7).</a>	118

<a href="#"><u>Figura 45. Ciclos secuenciales para la extracción del aluminio (Etapa 8).</u></a>	120
<a href="#"><u>Figura 46. Resistencia específica a la filtración del lodo crudo y del lodo acidificado.</u></a>	121
<a href="#"><u>Figura 47. Resistencia específica a la filtración en función de la dosis de polímero utilizada para el desaguado (Etapa 8).</u></a>	122
<a href="#"><u>Figura 48. Comportamiento de la DQO (total y soluble) durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	124
<a href="#"><u>Figura 49. Comportamiento del fósforo total durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	126
<a href="#"><u>Figura 50. Comportamiento del arsénico durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	127
<a href="#"><u>Figura 51. Comportamiento del cadmio durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	128
<a href="#"><u>Figura 52. Comportamiento del cromo durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	129
<a href="#"><u>Figura 53. Comportamiento del níquel durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	130
<a href="#"><u>Figura 54. Comportamiento del mercurio durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	131
<a href="#"><u>Figura 55. Comportamiento del plomo durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	132
<a href="#"><u>Figura 56. Comportamiento del zinc durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	134
<a href="#"><u>Figura 57. Comportamiento del nitrógeno total durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	135
<a href="#"><u>Figura 58. Comportamiento de los sólidos suspendidos durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	137
<a href="#"><u>Figura 59. Comportamiento de la turbiedad durante seis ciclos de reciclado.</u></a>	138
<a href="#"><u>Figura 60. Eficiencias de eliminación de DQO (total y soluble), de sólidos suspendidos, turbiedad, fósforo total y nitrógeno total durante los seis ciclos de reciclado.</u></a>	139

## Notación

a	Área del filtro ( $m^2$ ).
$\mathbf{u}$	Viscosidad cinemática del fluido ( $m^2/s$ ).
$\psi$	Viscosidad del filtrado (Pa).
$\delta$	Espesor de la zona de influencia de la carga de la partícula.
$\gamma_i$	Actividad química de la especie i.
$\mu$	Viscosidad dinámica ( $N\cdot s/m^2$ ).
A	Área de la paleta del equipo de jarras ( $m^2$ ).
AA	Absorción atómica.
b	Pendiente de la curva ( $s/m^6$ ).
Cc	Concentración de sólidos de la torta del lodo.
$C_D$	Coefficiente de resistencia (de acuerdo al tipo y tamaño de paleta).
Cs	Concentración de sólidos del lodo.
D	Constante dieléctrica del líquido.
DBO <sub>5</sub>	Demanda bioquímica de oxígeno al quinto día (mg/L).
DQO	Demanda química de oxígeno (mg/L).
EQ	Biosólidos de calidad excepcional, por sus siglas en inglés.
G	Gradiente de agitación (1/s).
HH	Huevos de helmintos.
ICP	Acoplamiento inductivo de plasma, por sus siglas en inglés.
INE	Instituto Nacional de Ecología.
K	Grados Kelvin.
$K_i$	Constante i de disociación.
$K_{so}$	Constante de solubilidad.
m	Metro.
MDEHPA	Mezcla de ácidos fosfóricos mono y di(2-etilhexil), por sus siglas en inglés.
nm	Nanómetro.
NMP	Número más probable.

p	Presión de vacío aplicada (Pa).
P	Potencia requerida (W).
PTFE	Politetrafluoroetileno altamente poroso.
q	Carga sobre la partícula.
R	Resistencia específica del lodo (m/kg).
REF	Resistencia específica a la filtración.
R <sub>r</sub>	Resistencia específica del filtro (s <sup>2</sup> /kg).
SEMARNAP	Secretaría del Medio Ambiente, Recursos Naturales y Pesca.
SOUR	Tasa específica de consumo de oxígeno, por sus siglas en inglés.
SPA	San Pedro Atocpan.
SST	Sólidos suspendidos totales (mg/L).
ST	Sólidos totales.
SVT	Sólidos volátiles totales.
t	Tiempo de filtración (s).
Tm	Terámetros (1x10 <sup>12</sup> m).
TPA	Tratamiento primario avanzado.
u.m.a.	Unidades de masa atómica.
UFC	Unidades formadoras de colonia.
V	Volumen de mezclado (m <sup>3</sup> ).
v	Volumen de filtrado (m <sup>3</sup> ).
v	Velocidad relativa (0.5 a 0.75 veces la velocidad del extremo de la paleta) (m/s).
W	Peso seco de los sólidos por volumen de filtrado (kg/m <sup>3</sup> ).
Zp	Potencial Zeta.

# 1. Antecedentes

El tratamiento primario avanzado (TPA) ha tomado un lugar importante en México, como una alternativa para cumplir con la Norma Oficial Mexicana NOM-001-ECOL96, que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales, a un costo relativamente accesible. Este proceso empieza a tener aceptación debido a su versatilidad y a la relativa facilidad de operación, además de ofrecer efluentes con calidad constante y aptos para el reúso agrícola.

Durante la práctica del TPA, se hace uso de reactivos químicos, como coagulantes y floculantes, que tienen la finalidad de precipitar el material suspendido y parte de la materia coloidal y disuelta del agua residual. Al precipitado resultante se le conoce como lodo. Estos lodos son generados en grandes cantidades y su manejo y disposición merman las ventajas inherentes al TPA.

Asociado al problema de los lodos se encuentra el factor económico que significa la adición de un coagulante al agua residual, cabe mencionar que los costos del coagulante se estiman del 50 al 60% del costo de operación (Masides *et al.*, 1988).

En el caso de México el coagulante preferido es el sulfato de aluminio, al descartarse el uso por una parte, del cloruro férrico pues aumenta el color y la turbiedad del efluente y por otra parte, de la cal, por producir cantidades mayores de lodos (Hurtado, 1996).

El sulfato de aluminio precipitado, en forma de hidróxido de aluminio, representa del 40 al 50% del volumen total del lodo, por lo que la recuperación del aluminio no sólo brinda ventajas económicas sino que es una alternativa para disminuir el volumen del desecho que se maneja (Sengupta y Shi, 1992).

Con el objeto de eficientar el TPA y aminorar el problema de la disposición de los lodos se consideró como principal objetivo de este proyecto estudiar un proceso de recuperación para el sulfato de aluminio y recircularlo al tratamiento. Las opciones para hacerlo se basan en diferentes tipos de extracción, todas ellas consisten en solubilizar el aluminio al variar el pH del lodo y extraerlo del agua. También por acción de la variación del pH se buscó reducir los patógenos, eliminar los olores desagradables e inhibir el potencial de putrefacción de los lodos. Por ello se estudió el grado de estabilización de los mismos junto con la recuperación del sulfato de aluminio.

## 2. Fundamentos teóricos

### 2.1. Coagulación-floculación

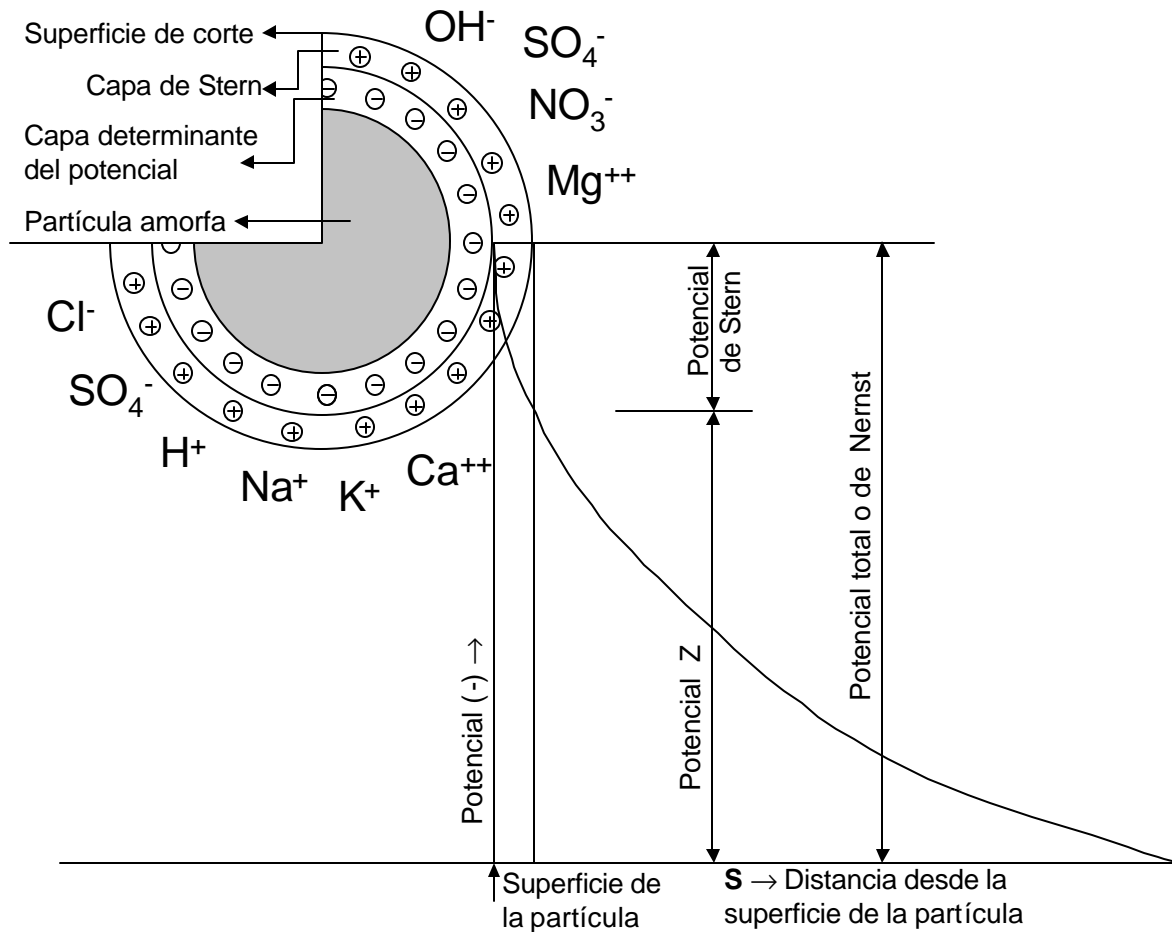
La coagulación es la adición y mezclado rápido de una sustancia química que resulta en la desestabilización de la materia coloidal y de los sólidos suspendidos, y en consecuencia una agregación inicial de partículas. La floculación es el mezclado lento que permite a las partículas desestabilizadas formar flóculos de rápida velocidad de sedimentación; en ocasiones, como ayuda para mejorar la consistencia de los flóculos se utilizan agentes floculadores (polielectrolitos de alto peso molecular). En el agua residual, los principales coagulantes usados son las sales de aluminio o hierro, la cal y los polielectrólitos. Las partículas que no sedimentan están comprendidas, por lo general, en un intervalo de tamaño de  $0.1\eta\text{m}$  a  $100\ \mu\text{m}$ . Debido a que los coloides tienen tamaños de partículas en el intervalo de  $1\eta\text{m}$  a  $1\mu\text{m}$ , una parte importante de la materia que no sedimenta es de origen coloidal (Reynolds y Richards, 1996).

Existen diferentes tipos de coloides que incluyen al sol (una dispersión de partículas sólidas en un líquido), la emulsión (una dispersión de pequeñas gotas líquidas en otro líquido), el humo (partículas sólidas dispersadas en un gas), y la niebla (pequeñas gotas líquidas en un gas). Los humos y las nieblas también se llaman aerosoles. Otro tipo de coloide es el gel; en éste tanto las partículas dispersadas como la fase en la que se dispersan se extienden continuamente a través del sistema (Russell y Larena, 1994). Los principales sistemas involucrados en el tratamiento del agua y del agua residual son los soles y las emulsiones (Reynolds y Richards, 1996).

Dependiendo de su afinidad con el agua los coloides pueden ser hidrofóbicos o hidrofílicos. En la coagulación los coloides hidrofílicos reaccionan químicamente con el agua y los coagulantes; los hidrofóbicos no reaccionan con el agua y la coagulación se logra predominantemente por reacciones físicas y no químicas. Los coloides hidrofílicos

mantienen su estabilidad por la hidratación, pues las moléculas de agua son atraídas a la superficie de las partículas y actúan como una barrera para el contacto entre ellas. En los coloides hidrofóbicos la estabilidad es principalmente un fenómeno eléctrico, explicado por la teoría de la doble capa (Romero, 1999).

Ya que la mayoría de los coloides están cargados negativamente de forma natural, permanecen en suspensión por las fuerzas repulsivas. Una partícula negativa coloidal atraerá a su superficie iones de carga contraria del agua del circundante.



**Figura 1. Coloide con carga negativa.**

Romero, 1999.



Aunque los coloides individuales tienen una carga eléctrica, una suspensión coloidal, como una solución iónica, no tiene una carga eléctrica neta. Para lograr la electronegatividad, la carga sobre la partícula coloidal debe ser contrabalanceada por iones de carga contraria (contraiones) contenidas en la fase dispersa (Benefield *et al.*, 1982; Sawyer *et al.*, 1994). Esta electroneutralidad resulta en una doble capa eléctrica que se compone de una capa fija (algunas veces llamada capa de Stern) de carga iónica opuesta a la de la superficie de la partícula y una capa difusa que es una mezcla de iones de cargas distintas (Sawyer *et al.*, 1994). Por tanto, adyacente a la partícula se forma una capa estable, circundada por una capa difusa. Ambas capas representan una región cercana a la partícula donde hay un potencial electrostático debido a la partícula misma. Dicho potencial es usualmente referido como estabilidad de la suspensión coloidal (Reynolds y Richards, 1996), o potencial de Nerst (Benefield *et al.*, 1982). El potencial eléctrico decae linealmente desde la superficie de la partícula hasta el final de la capa de Stern, a un valor el cual es llamado potencial de Stern (Benefield *et al.*, 1982). Más allá de este punto, llamado capa difusa de Gouy, el potencial eléctrico decae exponencialmente al incrementarse la distancia desde la partícula (Benefield *et al.*, 1982). La magnitud de esta carga sobre una partícula coloidal no puede ser medida directamente; sin embargo, puede ser calculado un valor de potencial a una cierta distancia de la partícula (Benefield *et al.*, 1982). Un método para hacerlo es usar valores medidos de la carga de superficie y la teoría de la doble capa eléctrica. Un segundo método consiste en medir el movimiento coloidal en un campo eléctrico (conocido como movilidad electroforética) para calcular el potencial (Sawyer *et al.*, 1994). Este potencial es llamado potencial Zeta,  $pZ$ , y es definido como

$$pZ = \frac{4pqd}{D} \quad (1)$$

donde

$pZ$ : potencial Zeta

$q$ : carga sobre la partícula

$\delta$ : espesor de la zona de influencia de la carga de la partícula

$D$ : constante dieléctrica del líquido

El potencial Zeta es el potencial que existe en el plano de corte entre la masa de líquido y la envoltura de agua que se mueve con la partícula coloidal. La localización exacta de este corte de plano no se conoce, pero generalmente se considera que se localiza en la capa difusa, a alguna distancia más allá de la capa de Stern (Benefield *et al.*, 1982) como se describe en la Figura 1.

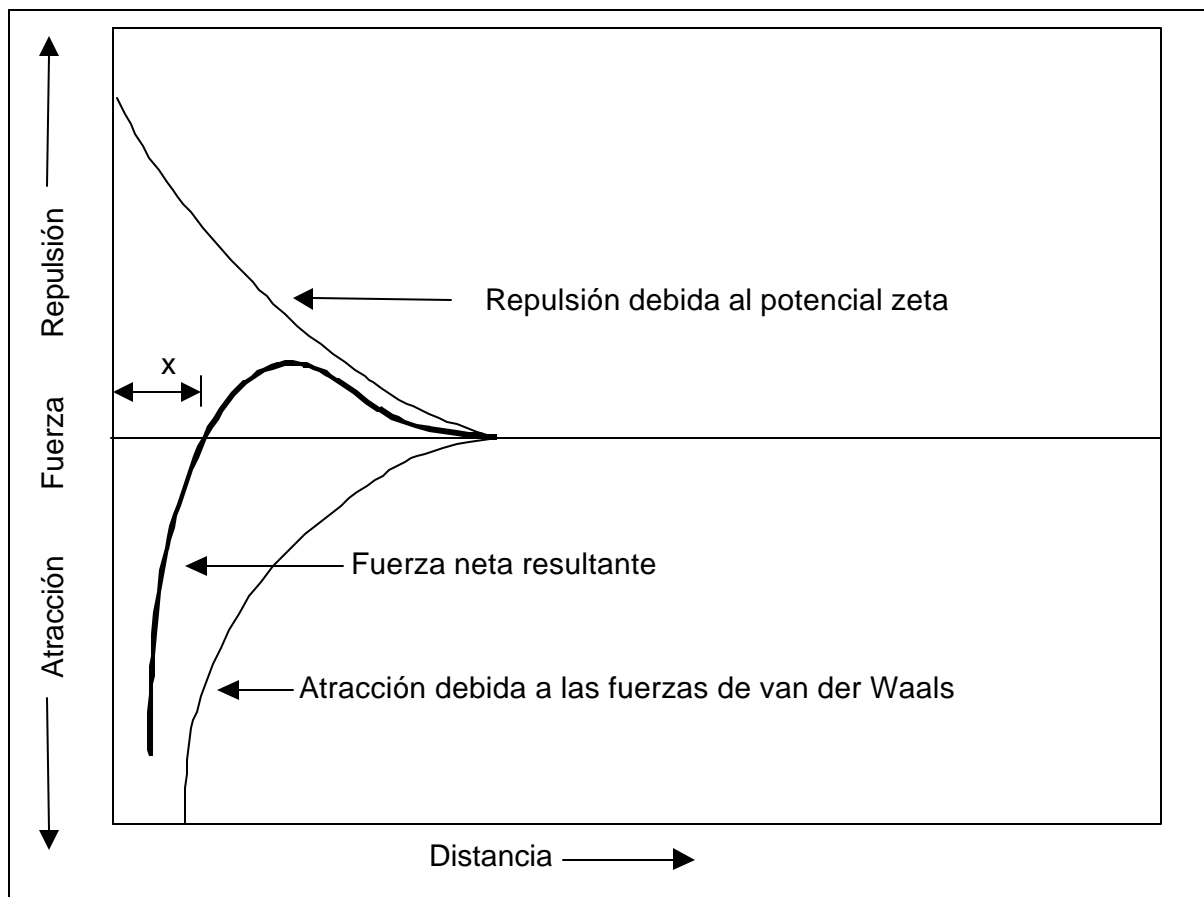
En consecuencia, es posible interpretar el potencial Zeta como la medida, en milivolts, del potencial eléctrico entre la capa fija y la capa exterior de iones de carga contraria que rodean el coloide (Romero, 1999).

Las interacciones por las cuales se forman los flóculos durante la coagulación son:

- ☞ La disminución del potencial Zeta hasta el punto en el cual las fuerzas de van der Waals y la agitación provocan la unión de las partículas.
- ☞ La agregación de las partículas por los puentes entre grupos reactivos sobre los coloides
- ☞ El atrapamiento de partículas por los flóculos formados (Reynolds y Richards, 1996).

La Figura 2 muestra las fuerzas interparticulares en función de la distancia. Las fuerzas repulsivas son debidas al potencial Zeta, y las fuerzas atractivas se deben a las fuerzas de van der Waals que actúan sobre las partículas. La fuerza resultante es atractiva hasta una distancia muy cercana al origen, a partir de este punto la fuerza neta resultante es de repulsión (Reynolds y Richards, 1996).

Al agregar un coagulante al agua, éste se disocia y los iones resultantes crean complejos hidróxido–metálicos polivalentes, con cargas positivas muy altas y son absorbidos a la superficie negativa del coloide. De esto resulta la reducción del potencial Zeta a un nivel donde los coloides son desestabilizados. Es entonces, que los coloides desestabilizados se unen debido a las fuerzas de van der Waals y a la agitación moderada. La agitación es muy importante pues ella propicia la desestabilización de los coloides y ayuda a la floculación (Reynolds y Richards, 1996).



**Figura 2. Fuerzas interpartículas en función de la distancia**

Adaptada de Reynolds y Richards, 1996.

## 2.2. Gradiente de agitación

El mezclado es una operación unitaria de gran relevancia para la recuperación del sulfato de aluminio. La potencia de entrada por unidad de volumen de líquido puede ser empleada como una medida indirecta de la efectividad del mezclado. Tal indicador ha sido definido como gradiente de agitación (Metcalf & Eddy, Inc., 1991):

$$G = \sqrt{\frac{P}{\mu V}} \quad (2)$$

donde

G: gradiente de agitación (1/s)

P: potencia requerida (W)

$\mu$ : viscosidad dinámica (N•s/m<sup>2</sup>)

V: volumen de mezclado (m<sup>3</sup>)

Para calcular el gradiente a altas revoluciones se emplea la fórmula presentada por Kawamura (1991) en la cual intervienen el coeficiente de resistencia, el área de la paleta, la velocidad relativa, la viscosidad cinemática del fluido y el volumen de muestra como se describe a continuación:

$$G = \sqrt{\frac{C_D A v^3}{2 \mathbf{u} V}} \quad (3)$$

donde

G: gradiente de agitación, s<sup>-1</sup>

$C_D$ : coeficiente de resistencia (de acuerdo al tipo y tamaño de paleta)

A: área de la paleta, m<sup>2</sup>

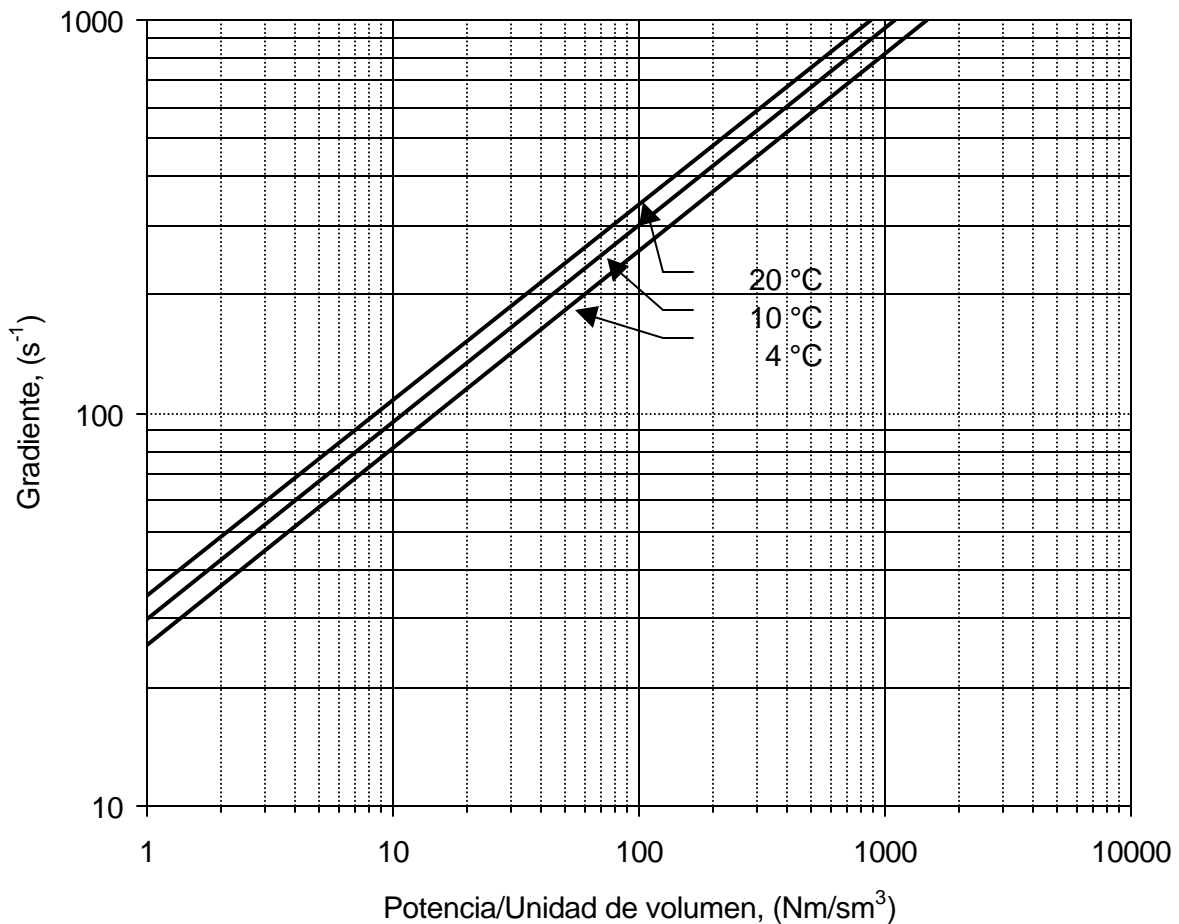
v: velocidad relativa (0.5 a 0.75 veces la velocidad del extremo de la paleta), m/s

$\mathbf{u}$  viscosidad cinemática del fluido (viscosidad/densidad), m<sup>2</sup>/s

V: volumen de muestra, m<sup>3</sup>

Es necesario notar que la viscosidad cinemática en el lodo es un parámetro que varía con la temperatura y la concentración de sólidos, lo cual hace difícil su determinación ya que habría que medir la viscosidad aparente así como la densidad para poder calcular la viscosidad cinemática. Por lo anterior y tratando de simplificar los cálculos y unificar los gradientes, se emplea la viscosidad cinemática del agua a 20°C.

En la Figura 3 se muestra la variación del gradiente con respecto a la relación potencia/unidad de volumen. Es posible apreciar que el gradiente se incrementa exponencialmente con respecto a la potencia.



**Figura 3. Gradiente en función de la potencia por unidad de volumen.**

Adaptada de Reynolds y Richards, 1996.

### 2.3. Tratamiento primario avanzado

El tratamiento primario avanzado es la aplicación de la coagulación-floculación al tratamiento del agua residual. Es decir, es un proceso en el cual se añaden reactivos químicos al agua para eliminar sólidos suspendidos y materia orgánica. Es similar al proceso físico químico que tiene más de 100 años de uso, pero emplea e integra nuevos avances científicos y tecnológicos. En 1930, estos procesos empezaron a ser sustituidos por los biológicos debido a su elevado costo ocasionado por el tratamiento de una gran cantidad de lodos. Actualmente, su uso ha retornado con dos fines: la eliminación del fósforo y la obtención de efluentes de calidad media a costos inferiores a los biológicos convencionales. El nuevo auge del proceso también se debe al reconocimiento de que el costo del tratamiento debe ser acorde con la eficiencia deseada y a que los avances en la síntesis de polímeros floculadores con altas eficiencias han logrado reducir las dosis y el costo (Hurtado, 1996).

Los tratamientos físico-químicos pueden ser clasificados en cuatro tipos de procesos (Shao *et al.*, 1996):

- Tratamiento primario convencional por sedimentación.
- Tratamiento primario avanzado (TPA), que utiliza sedimentación con la adición de un coagulante (i.e. aproximadamente de 10 a 40 mg/L de  $\text{FeCl}_3$ ) y una pequeña cantidad de polímero aniónico de alto peso molecular y alta densidad de carga, bajo condiciones de mezcla completa.
- Tratamiento químico primario utiliza la adición de un coagulante y un polímero aniónico con etapas de floculación y sedimentación. Este tratamiento es similar en

disposición a un proceso de coagulación, floculación y sedimentación de una potabilizadora.

- Tratamiento químico secundario es un proceso de dos etapas desarrollado en 1980. La primera, consiste en una sedimentación primaria convencional y durante la segunda se practica un tratamiento químico, el cual requiere menor cantidad de reactivos.

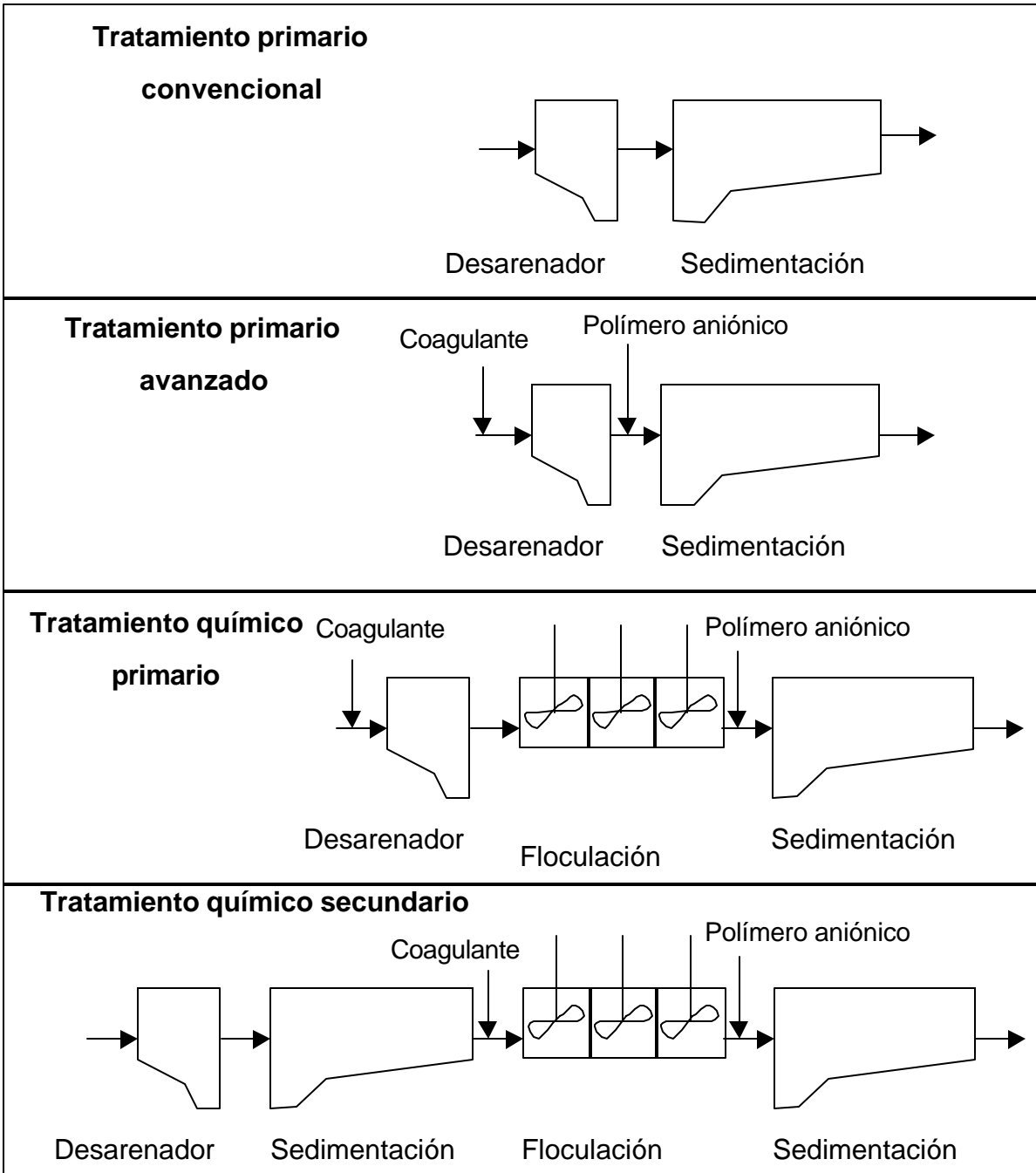
Las eficiencias de eliminación y algunas características de los procesos se pueden apreciar en la Tabla 1 y en la Figura 4.

**Tabla 1. Eficiencias de eliminación de sólidos suspendidos totales (SST) y demanda bioquímica de oxígeno (DBO), y características de operación típicas de los procesos físicoquímicos**

Proceso	Eficiencia de eliminación (%)		Cantidad de reactivos utilizados (mg/L)		Observaciones
	DBO <sub>5</sub>	SST	FeCl <sub>3</sub>	Polímero aniónico	
Tratamiento primario convencional	30	65	-	-	
Tratamiento primario avanzado	50-55	80-85	10-40	-	Utiliza pequeñas cantidades de polímero aniónico
Tratamiento químico primario	75	>90	150	0.25	Utilizado para eliminar hasta el 95% de fósforo
Tratamiento químico secundario	-	-	-	-	Precipita SST y DBO <sub>5</sub>

Adaptada de Shao *et al.*, 1996.





**Figura 4. Configuración de los diferentes tratamientos primarios.**

Adaptada de Shao *et al.*, 1996.

## 2.4. El aluminio

### 2.4.1. Generalidades

El aluminio está localizado en el grupo III de la tabla periódica, su número atómico es 13 y su masa atómica es 26.9815 u.m.a. Su configuración electrónica en estado basal es  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^1$ . La máxima valencia del aluminio es +3 y a altas temperaturas puede cambiar a la valencia de +1 o raramente a +2. Estas valencias son inestables por lo que el aluminio es trivalente en todos los compuestos estables que forma (Tikhonov, 1973).

### 2.4.2. Menas de aluminio

El aluminio es el tercer elemento más abundante en la corteza terrestre. Está presente solamente en forma de compuestos, formando parte de 270 minerales distintos. La mayoría del aluminio forma aluminosilicatos, tales como arcillas, micas y feldespatos (Russell y Larena, 1994). Se estima que el contenido de aluminio en la litosfera es de 8.8% (Tikhonov, 1973). Desgraciadamente, no es práctico extraerlo de la mayoría de rocas y minerales que lo contienen (Russell y Larena, 1994).

La fuente de aluminio más importante es la bauxita que consiste en una mezcla de minerales tales como la bohmita ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), la diáspora ( $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ó  $\beta\text{-AlO(OH)}$ ), la gibbsita ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  ó  $\text{Al(OH)}_3$ ), la bayerita ( $\beta\text{-3Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) y el corindón ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) (Wade y Banister, 1975). En la Tabla 2 se enlistan las fórmulas de los minerales que forman parte de las menas usadas para la producción del aluminio metálico.

Tabla 2. Menas de aluminio.

Mineral	Fórmula	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)
Gibbsita	Al(OH) <sub>3</sub> ; ≤ 2% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y ≤ 0.006% Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	65.40
Bohmita	α-AlOOH, y SiO <sub>2</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> y GaO <sub>3</sub> como impurezas	84.97
Diáspora	β-AlOOH; ≤ 7% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ; ≤ 5% Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CrO <sub>3</sub> , ≤ 4% SiO <sub>2</sub>	84.97
Alunita	KAl <sub>3</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (OH) <sub>6</sub>	37.00
Kyanita	Al <sub>2</sub> SiO <sub>5</sub>	63.10

Adaptada de Tikhonov, 1973.

### 2.4.3. Óxidos e hidróxidos de aluminio

El aluminio forma un óxido, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, un trihidróxido, Al(OH)<sub>3</sub> y muchas sustancias de composición intermedia de las cuales el óxido hidróxido AlO(OH) es el mejor conocido. Debido a la abundancia y versatilidad de estos compuestos se les ha dado una gran variedad de nombres, incluidos los siguientes:

- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>: α-alúmina (corindón)
- AlO(OH), por ejemplo Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>•Al(OH)<sub>3</sub> o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>•H<sub>2</sub>O: alúmina monohidratada.
- Al(OH)<sub>3</sub>, por ejemplo Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>•3H<sub>2</sub>O: alúmina trihidratada (hidrargilita o gibbsita, bayerita o nordstrandita)

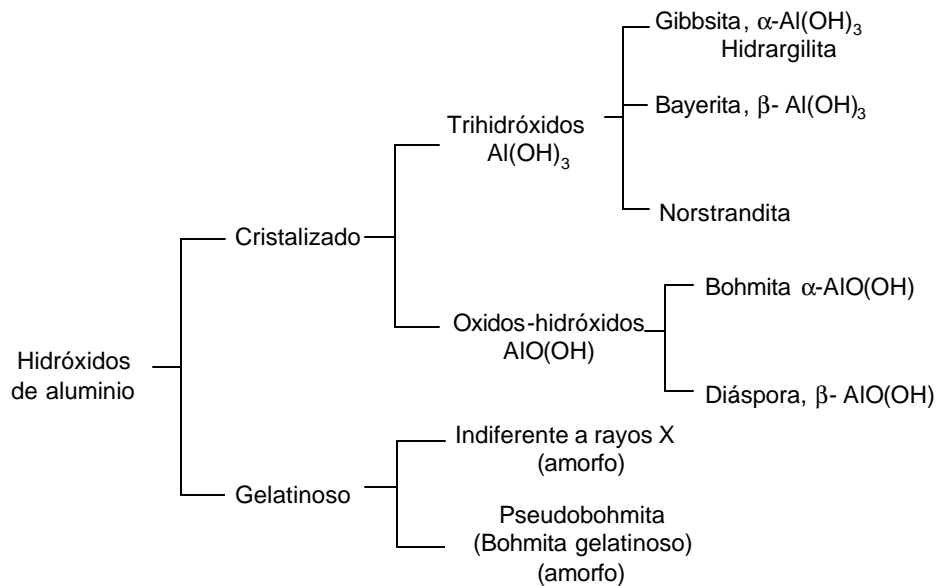
Los nombres de alúmina hidratada usados para denominar al AlO(OH) y al Al(OH)<sub>3</sub> son incorrectos, pues estas sustancias son hidróxidos que difieren en estructura y propiedades de la alúmina Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Wade y Banister, 1975). Con el nombre de alúmina se distingue a:

- La alúmina anhidra, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, de la que se conocen varias formas alotrópicas:
  - Alúmina alfa (corindón) que cristaliza en el sistema trigonal y es estable a temperaturas elevadas.

El corindón es un mineral de origen metamórfico. Varias piedras preciosas, como el rubí y el zafiro, son variedades de corindón coloreadas por el Cr y el Ti. En estado puro, es incoloro. Existe un corindón artificial que es empleado como abrasivo y se prepara a partir de bauxita.

- Alúmina beta, hexagonal, y alúmina gamma, cúbica, que se transforman en la variedad alfa a los 1500 °C.

En la Figura 5 se muestra la clasificación de los hidróxidos de aluminio conocidos.



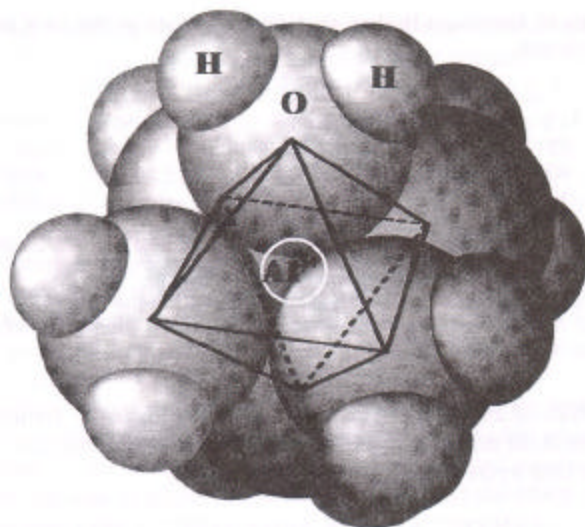
**Figura 5. Clasificación de los hidróxidos de aluminio.**

Adaptada de Kirk-Othmer, 1961.

## 2.5. Química del aluminio en solución acuosa

### 2.5.1. Anfoterismo e hidrólisis

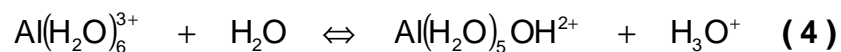
El ion libre de aluminio en solución acuosa,  $\text{Al}^{3+}$ , es coordinado por seis moléculas de agua en una configuración octahédrica, como se observa en la Figura 6, y puede ser representada por la fórmula  $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ . La fórmula de hidratación fue estimada a partir de consideraciones empíricas y teóricas y posteriormente confirmada por espectroscopía de resonancia magnética nuclear (NMR, por sus siglas en inglés).



**Figura 6. Estructura del ion libre acuoso de aluminio.**

Sposito, 1996.

Debido a la alta carga positiva del ion aluminio, las moléculas de agua forman un débil enlace de hidratación primaria. La hidrólisis del ion aluminio es la pérdida progresiva del escudo de protones de la hidratación hacia las moléculas de agua del rededor (Sposito, 1996).



Esta reacción es esencialmente la misma que la de la ionización del agua, excepto por la presencia de un catión de aluminio, y es tan rápida como ésta. Por conveniencia, la reacción puede ser abreviada a su forma más común



cuya constante de disociación es

$$* K_1 = \frac{[\text{AlOH}^{2+}][\text{H}^+]}{[\text{Al}^{3+}]} \quad (6)$$

la cual considera la actividad del agua como la unidad.

Las reacciones de segunda, tercera y cuarta hidrólisis son, respectivamente



Es muy difícil caracterizar cuantitativamente las reacciones de la segunda y tercera hidrólisis, por ocurrir ambas bajo condiciones de muy baja solubilidad del aluminio, fuera del límite de detección de varias técnicas analíticas. La cuarta reacción de hidrólisis se obtiene regularmente en condiciones básicas (Sposito, 1996).

Las constantes de hidrólisis para el  $\text{Al}^{3+}$  se han determinado mediante una gran variedad de técnicas, que incluyen la potenciometría, la espectroscopía, la

espectrofotometría, la colorimetría y la electroquímica. La literatura reporta hasta 80 valores para  $K_1$  evaluados entre el intervalo de temperaturas entre 283 y 373 K (Sposito, 1996), los valores reportados de experiencias realizadas a 298.15 K y fuerza iónica cero se muestran en la Tabla 3.

**Tabla 3. Constantes de hidrólisis del aluminio a 298.15 K y fuerza iónica cero.**

	$-\log K_1$	$-\log K_2$	$-\log K_3$	$-\log K_4$
Intervalo	4.30-5.86	8.56-10.55	15.00-17.25	19.43-27.98
No. de valores	22	10	5	23
Media	4.98 ( $\pm 0.28$ ) <sup>a</sup>	9.65 ( $\pm 0.79$ ) <sup>a</sup>	16.10 ( $\pm 1.00$ ) <sup>a</sup>	22.97 ( $\pm 1.94$ ) <sup>a</sup>
Mediana	4.98	10.00	-	22.59
Moda	4.99	-	-	-
Valor seleccionado	5.00 ( $\pm 0.44$ ) <sup>a, b</sup>	10.10	16.80	22.99 ( $\pm 0.62$ ) <sup>a, c</sup>

<sup>a</sup> Estos valores representan una desviación estándar.

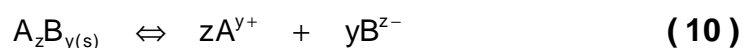
<sup>b</sup> El valor seleccionado es la media de 12 valores reportados.

<sup>c</sup> El valor en el paréntesis representa el error debido a la energía libre de las especies.

Tomado de Sposito, 1996.

## 2.5.2. Solubilidad

Producto de solubilidad es el nombre que se da a la constante de equilibrio que describe la reacción por la cual un precipitado se disuelve en agua para formar sus iones constituyentes, es decir que a partir de



se establece que la constante de equilibrio,  $K_{so}$ , es

$$K_{so} = \frac{\{A^{y+}\}^x \{B^{z-}\}^y}{\{A_xB_y(s)\}} \quad (11)$$

La actividad química de la fase sólida se considera como igual a uno y por tanto se define el producto de concentración,  ${}^{\circ}K_{so}$ , que utiliza las concentraciones de las especies en solución en lugar de sus actividades, mediante

$${}^{\circ}K_{so} = [A^{y+}]^z [B^{z-}]^y = \frac{K_{so}}{(\gamma^{A^{y+}})^z (\gamma^{B^{z-}})^y} \quad (12)$$

donde

$\gamma^{Ay+}$ : representa la actividad química de la especie A.

$\gamma^{Bz-}$ : representa la actividad química de la especie B.

En soluciones diluidas los coeficientes de actividad son iguales a uno de la misma manera que en los sólidos, por tanto  ${}^{\circ}K_{so} = K_{so}$ . En caso de que los coeficientes de actividad no sean iguales a la unidad,  ${}^{\circ}K_{so} \neq K_{so}$  y  ${}^{\circ}K_{so}$  es una función de la actividad química (Snoeyink y Jenkins, 1999).

Es importante distinguir entre los términos: producto de solubilidad y solubilidad. Producto de solubilidad es el término coloquial para la constante de equilibrio. Solubilidad, en cambio, es la cantidad de sustancia en moles/L o mg/L que se puede disolver en una solución, en un conjunto determinado de condiciones. La solubilidad no es igual al producto de solubilidad, pero las dos cantidades están relacionadas entre sí (Snoeyink y Jenkins, 1999).

Uno de los factores que más impactan en la solubilidad de una sustancia es la temperatura. Por otra parte, una solución que contenga el mismo ion que el que se produce por la disolución de un sólido, disminuirá la solubilidad de éste. Este fenómeno se conoce como el efecto del ion común (Snoeyink y Jenkins, 1999).



El comportamiento del aluminio en solución acuosa se puede ejemplificar con las ecuaciones 13 a la 18, donde la concentración del  $\text{Al(OH)}_3$  (s) ↓ depende del pH de la solución. El  $\text{Al(OH)}_3$  (s) ↓ precipitado tiene una apariencia viscosa y su formación es favorecida a valores de pH entre 4.8 y 6.8 unidades (AWWA, 1990).

$$\log[\text{Al}^{3+}] = 9 - \log \gamma_{\text{Al}^{3+}} - 3 \text{pH} \quad (13)$$

$$\log[\text{Al(OH)}^{2+}] = 4 - \log \gamma_{\text{Al(OH)}^{2+}} - 2 \text{pH} \quad (14)$$

$$\log[\text{Al}_2(\text{OH})_2^{4+}] = 11.7 - \log \gamma_{\text{Al}_2(\text{OH})_2^{4+}} - 4 \text{pH} \quad (15)$$

$$\log[\text{Al}_7(\text{OH})_{17}^{4+}] = 14.2 - \log \gamma_{\text{Al}_7(\text{OH})_{17}^{4+}} - 4 \text{pH} \quad (16)$$

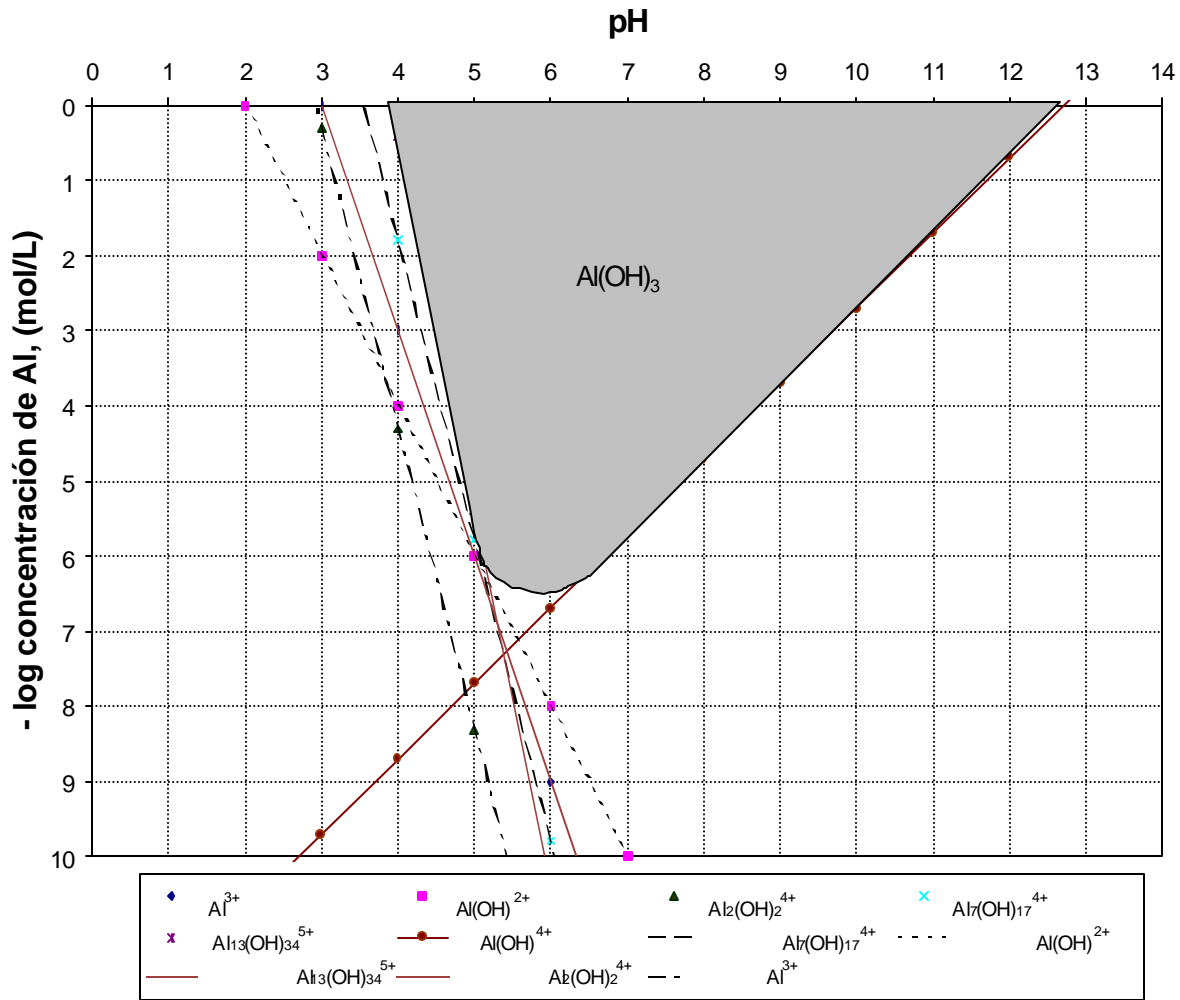
$$\log[\text{Al}_{13}(\text{OH})_{34}^{5+}] = 19.6 - \log \gamma_{\text{Al}_{13}(\text{OH})_{34}^{5+}} - 5 \text{pH} \quad (17)$$

$$\log[\text{Al(OH)}_4^-] = \text{pH} + \log \gamma_{\text{Al(OH)}_4^-} - 12.7 \quad (18)$$

donde

$\gamma_i$  : representa la actividad química de la especie i.

A partir de las ecuaciones 13 a la 18 es posible construir la gráfica de la solubilidad teórica del aluminio mostrada en la Figura 7, cuando se igualan las actividades químicas con 1. En dicha gráfica se observa que el  $\text{Al(OH)}_3$  se disuelve a un pH inferior a 4 y mayor a 12.



**Figura 7. Solubilidad teórica del aluminio.**

Adaptada de Snoeyink y Jenkins, 1999.

## 2.6. Sulfato de aluminio

Al sulfato de aluminio,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , también se le conoce como alumbre, palabra que tiene su origen en el latín *alumen* y que designaba varias sustancias astringentes, las más de las cuales contenían sulfato de aluminio. El término alumbre también se aplica al sulfato de aluminio potásico o alumbre común u ordinario, al sulfato de aluminio amónico y a

muchos otros compuestos que tienen una estructura cristalina igual a la del alumbre ordinario pero en las que el sodio u otros metales monovalentes reemplazan al potasio o al amonio y otros metales trivalentes, al aluminio. En la actualidad el sulfato de aluminio ha desplazado a los alumbres potásico y amónico en los procesos industriales, por tal motivo se le conoce a este alumbre como el de los fabricantes de papel (Kirk-Othmer, 1961).

El sulfato de aluminio cristaliza en soluciones acuosas con 18 moléculas de agua y en la forma en que se utiliza es una sal parcialmente deshidratada:  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$  (ó  $14.5 \text{H}_2\text{O}$ ). El sulfato de aluminio impuro se llama “torta de alumbre”, y si contiene una gran porción de hierro “torta férrica de alumbre” (Kirk-Othmer, 1961). El  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  es altamente soluble en agua: 100 g de agua disuelven 107.35 g de la forma hidratada (36.15 g de la forma no hidratada) a 20°C (Tikhonov, 1973). Para la forma  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$  la solubilidad a 0°C es de 104 g/100 mL (Kawamura, 1991). Por tanto, la solubilidad del sulfato de aluminio en el agua depende del tipo de hidratación que tenga, del sistema en el que se encuentre y de las condiciones ambientales.

Su producción se realiza a partir de la bauxita, la cual se tritura hasta darle la finura necesaria y se envía a grandes digestores que contienen ácido sulfúrico, donde se hierve por varias horas hasta que concluye la reacción entre el hidrato de alúmina y el ácido sulfúrico. Esta solución impura se sedimenta y decanta a continuación, con lo cual se separan la sílice y otros materiales insolubles. La solución clarificada se concentra por evaporación hasta que alcanza la densidad conveniente. Una vez fría la solución espesada y concentrada como jarabe, forma un sólido que después se muele y pulveriza o se vacía en moldes para formar grandes bloques (Kirk-Othmer, 1961).

El sulfato de aluminio hidratado es producido, en grado comercial, con un máximo de 0.5% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Está disponible en forma de polvo seco y contiene de 17.0 a 17.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , de 42 a 43% de agua de composición, y menos de 1.0% de insolubles. En su

presentación líquida contiene de 7.5 a 8.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y a concentraciones superiores a 8.5% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  corre el riesgo de cristalizarse (Kirk-Othmer, 1961).

En la Tabla 4 se muestra la composición del sulfato de aluminio comercial y del llamado libre de hierro, mientras que en la Tabla 5 se presentan las distintas equivalencias típicas en peso de las soluciones de sulfato de aluminio comercial, valores que pueden variar según la calidad de la materia prima utilizada en la fabricación (Kawamura, 1991).

**Tabla 4. Composición del sulfato de aluminio comercial y libre de hierro.**

	Seco comercial	Líquido comercial	Seco libre de hierro	Líquido libre de hierro
$\text{Al}_2\text{O}_3$ soluble total	17.1%	8.3%	17.2%	8.3%
$\text{Al}_2\text{O}_3$ libre	0.2%	0.1%	0.25%	0.1%
Hierro total ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	0.4%	0.2%	0.002%	0.004%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$ real	0.04%	0.03%	-	-
Insoluble en agua	0.05%	0.03%	0.01%	0.005%

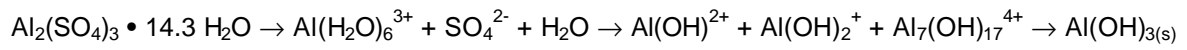
Adaptada de Kawamura, 1991.

**Tabla 5. Equivalencias de pesos entre distintas presentaciones del sulfato de aluminio comercial en solución.**

Gravedad específica	% $\text{Al}_2\text{O}_3$	% $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	% seco 17% de alumbre
1.3100	7.92	26.58	46.57
1.3125	7.97	26.75	46.86
1.3150	8.03	26.95	47.22
1.3225	8.19	27.48	48.16
1.3250	8.25	27.69	48.51
1.3275	8.30	27.85	48.80

Adaptada de Kawamura, 1991.

El sulfato de aluminio al ser utilizado como coagulante en el agua obedece a las reacciones (AWWA, 1990):



Rápida  
( $10^{-4}$  a 1 s)

Rápida – lenta  
(1 a 7 s)

**( 19 )**

y



## 3. Recuperación del sulfato de aluminio

Los esfuerzos para recuperar sulfato de aluminio se han practicado desde principios del siglo XX. El primer estudio reportado fue realizado por Jewel en 1903, al hacer reaccionar el ácido sulfúrico con el hidróxido de aluminio del lodo de potabilizadoras (Cornwell *et al.*, 1987).

En general la recuperación del sulfato de aluminio es posible mediante dos tipos de procesos

- a) No selectivos.
- b) Selectivos.

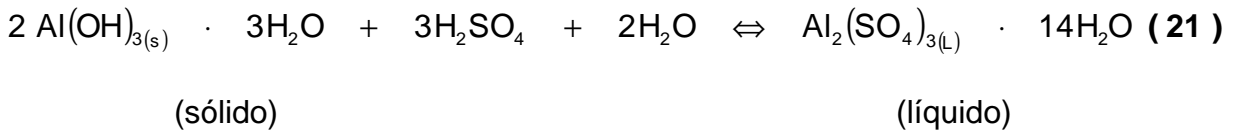
### 3.1. Procesos no selectivos

Los procesos no selectivos de recuperación de sulfato de aluminio consisten en añadir al lodo un ácido (extracción ácida) o una base (extracción alcalina) con el fin de disolver el  $\text{Al}(\text{OH})_{3(s)}$ , para posteriormente separar el  $\text{Al}^{3+}$  solubilizado y recuperarlo del lodo, ya sea por sedimentación, filtración o centrifugación. El término no selectivo se debe a que al disolver el  $\text{Al}(\text{OH})_3$  también se disuelven otros compuestos metálicos (en el caso de la extracción ácida) u orgánicos (para la extracción alcalina), los cuales no son separados del  $\text{Al}^{3+}$  recuperado.

#### 3.1.1. Extracción ácida

La extracción ácida del aluminio es un método ampliamente practicado en diversas plantas de tratamiento de agua potable. Por ejemplo, con respecto a la potabilizadora de Durham, D.C. se han reportado eficiencias de recuperación superiores al 70%, con una reducción del 40% el volumen de lodo generado y los costos asociados al proceso

de disposición se disminuyen en 28% (Bishop *et al.*, 1987). Diversos estudios indican que las concentraciones de aluminio recuperado de lodos de plantas potabilizadoras varían entre 360 y 3700 mg/L (Sengupta *et al.*, 1997), es decir soluciones diluidas de aproximadamente 2.0% en peso (Bishop *et al.*, 1991). La reacción propuesta para explicar el mecanismo de la disolución del aluminio es



de donde se deduce que es necesario agregar 1.5 moles de ácido sulfúrico por cada mol de aluminio recuperado (5.44 g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/g de Al). No obstante, los requerimientos de ácido por el lodo son consecuencia del pH al que se realiza la extracción del Al<sup>3+</sup>, pues la disolución completa del Al(OH)<sub>3</sub> ocurre a un pH de 2.0 (Cornwell y Zoltek, 1977). Por tanto, el valor del pH de extracción varía entre 1.0 y 3.0, con lo que la eficiencia en la recuperación de aluminio puede ser de 70% a 90% (Cheng *et al.*, 1976; Chu, 1999). Para valores de pH entre 1.2 y 4.0 se disuelve del 40 al 70% (White y Matthews, 1984), pues entre más cercano sea el pH a 4.0 la disolución del Al(OH)<sub>3</sub> disminuye.

En lodos de varias potabilizadoras la cantidad añadida de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> necesaria para alcanzar disoluciones de Al<sup>3+</sup> del 60 al 90% fue muy cercana a la estequiométrica (Cornwell y Susan, 1979); no obstante, la relación mol de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/mol de Al, utilizada preferentemente en diversos ensayos es de 2.0 (Bishop *et al.*, 1987; Bishop *et al.*, 1991; Cornwell y Zoltek, 1977). Aunque, se han requerido relaciones de hasta 25 moles de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> / mol de Al para disolver el 90% del Al<sup>3+</sup> debido a las altas cantidades de carbonatos en las diversas matrices de lodos (Cornwell y Susan, 1979). Por tanto, no es recomendable basar la recuperación de aluminio únicamente en la cantidad de ácido añadido, pues el lodo tiene una capacidad amortiguadora inherente que puede afectar los requerimientos de ácido.

Por tratarse de un método no selectivo, diversos elementos son extraídos con el aluminio. En la Tabla 6 se muestran los elementos extraídos de los lodos de la potabilizadora de Durham.

**Tabla 6. Elementos extraídos conjuntamente con el aluminio de lodos de la potabilizadora de Durham.**

Metales	mg/L	µg metal/mg Al
Aluminio <sup>1</sup>	1970	-
Arsénico <sup>2</sup>	1.1	0.05
Bario <sup>1</sup>	0.3	0.10
Cadmio <sup>1</sup>	*	0.00
Calcio <sup>1</sup>	2.8	1.40
Cobre <sup>1</sup>	0.6	0.30
Cromo <sup>1</sup>	0.6	0.30
Hierro <sup>1</sup>	292	146.00
Magnesio <sup>1</sup>	5.5	2.70
Manganeso <sup>1</sup>	255	127.00
Mercurio <sup>1</sup>	0.002	0.00
Níquel <sup>1</sup>	0.06	0.03
Plata <sup>1</sup>	*	0.00
Plomo <sup>1</sup>	0.03	0.02
Potasio <sup>1</sup>	6.1	3.00
Selenio <sup>2</sup>	*	0.00
Sílice <sup>3</sup>	8.5	4.20
Sodio <sup>1</sup>	6.5	3.30
Zinc <sup>1</sup>	1.7	0.90
*Debajo del límite de detección		

<sup>1</sup> Metal.

<sup>2</sup> Metaloide.

<sup>3</sup> No metal.

Adaptada de Bishop *et al.*, 1987.

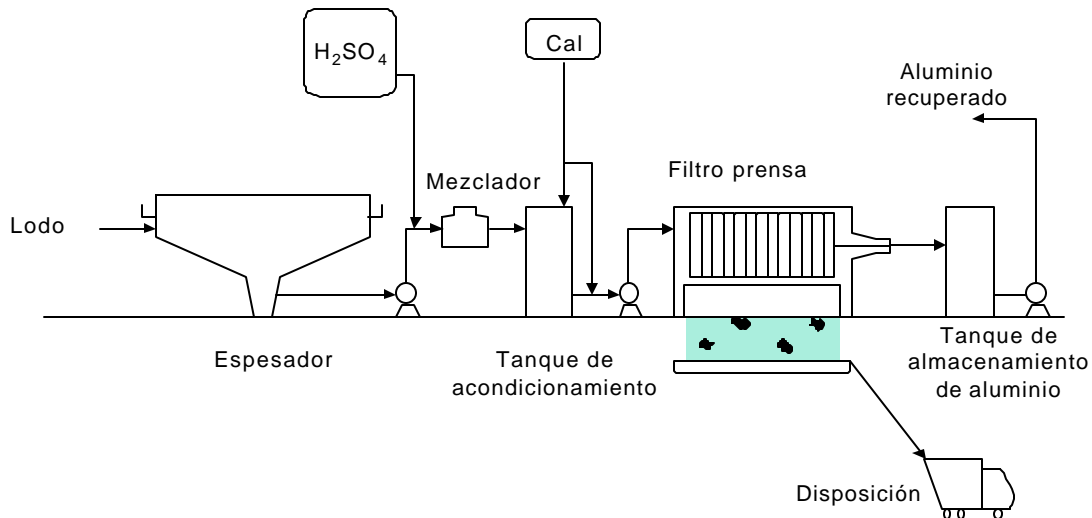


Por tanto, la recuperación ácida no selectiva tiene el inconveniente de limitar el número de extracciones, al concentrar los metales que por una parte harán que el sulfato de aluminio recuperado sea menos eficiente como coagulante, y por otra, su concentración en el efluente se incrementará por ser recirculados constantemente en el sistema de tratamiento. En especial, esto ocurre con el manganeso. En el Japón fueron construidas quince plantas potabilizadoras entre 1965 y 1972 las cuales incorporaban la alternativa de reusar el sulfato de aluminio; después de 1972 esta práctica fue abandonada por considerar que una posible acumulación de metales pesados tendría efectos en la salud humana (Committee Report, 1978).

El color en el agua también se origina a partir de compuestos orgánicos, por lo que el pH del lodo se baja entre 3.0 y 3.5 para prevenir la disolución de material orgánico (Cornwell y Zoltek, 1977). Es conveniente trabajar con valores de pH que disuelvan entre el 40 y el 70% del hidróxido de aluminio presente en el lodo y por tanto minimizar la cantidad de impurezas que se reincorporarían al sistema de tratamiento (Cornwell y Zoltek, 1977; White y Matthews, 1984). A pesar de esto la recuperación ácida con  $H_2SO_4$  es la opción más utilizada debido a su bajo costo en comparación con la alcalina que utiliza NaOH, (Cornwell y Zoltek, 1977; Masides y Mata, 1986; Masides *et al.*, 1988).

#### **3.1.1.1. Diagrama de flujo del proceso**

Mediante el diagrama de la Figura 8, Fulton (1974) describe un proceso de recuperación no selectivo en potabilizadoras, en el cual el lodo es concentrado para simplificar su manejo subsecuente y conseguir una concentración suficiente de aluminio. Idealmente la concentración del lodo debe ser mayor al 2.0 por ciento en peso. Las soluciones poco concentradas inhiben de forma considerable el proceso de coagulación, incluso, soluciones menores al 1.0% se consideran inadecuadas para la coagulación (Fulton, 1974).



**Figura 8. Proceso de recuperación no selectiva del sulfato de aluminio.**

Adaptada de Fulton, 1974.

Posteriormente, el lodo concentrado es puesto en contacto con ácido sulfúrico para producir sulfato de aluminio en solución por medio de un mezclador estático, pues la reacción del ácido con el hidróxido de aluminio es casi instantánea. Así mismo, conviene agregar ácido en exceso con la finalidad de provocar la hidrólisis de ciertas especies orgánicas en el lodo y bajar el pH de la mezcla. A pH bajos se mejoran las propiedades de sedimentación y filtración de los sólidos remanentes, que deben ser removidos para producir aluminio capaz de ser reusado. En general, a un pH de 2.0 las propiedades de sedimentación del lodo son excelentes. En ciertos tipos de lodo los valores altos de pH pueden mejorar las características del lodo y brindar ventajas al filtrar el aluminio (Fulton, 1974).

Finalmente, la materia suspendida remanente es separada de la solución de aluminio. Esta separación puede ser realizada por sedimentación o mediante un filtro prensa

(Fulton, 1974). La acidificación de lodos biológicos con  $H_2SO_4$  mejora sus características de desaguado por filtración (WPCF, 1988). En la sedimentación, el aluminio se recupera directamente del efluente clarificado mientras que los lodos acidificados se neutralizan con cal, para posteriormente ser desaguados por medio de un filtro prensa. Debido a que los lodos contienen cierta cantidad de agua y por tanto aluminio en solución, la recuperación del metal por este proceso es del 60 al 80 por ciento (Fulton, 1974).

Si en vez de usar sedimentación se desagan los lodos directamente con un filtro prensa se recupera cerca del 100 por ciento del aluminio. Sin embargo, las tasas altas de recuperación de aluminio son poco prácticas, pues es necesario limitar la cantidad de impurezas que se recobran conjuntamente con el aluminio.

### 3.1.2. Extracción alcalina

La extracción alcalina es más selectiva que la ácida, pues las sales de hierro y de manganeso son poco solubles en estas condiciones (menos del 2%) y la recuperación de aluminio es superior al 95%. A pesar de ello, la concentración del carbón orgánico disuelto se incrementa a partir de un valor de 6, lo que representa una desventaja si el aluminio recuperado es usado nuevamente como coagulante (Sengupta *et al.*, 1997). No obstante, Masschelein *et al.*, (1985), en trabajos con lodos de potabilizadoras, reportaron el uso de NaOH en un intervalo óptimo de pH entre 11.4 y 11.8 a razón de 1.75 moles/mol de  $Al^{3+}$ , con lo que consiguieron hasta un 80% de la eficiencia de recuperación; también ensayaron el uso de  $Ca(OH)_2$  en un intervalo óptimo de pH entre 11.2 y 11.6, con una relación molar  $Ca(OH)_2/Al^{3+}$  entre 7 y 8 y una eficiencia de recuperación del 25%. En ambos casos el reciclamiento del coagulante en el tratamiento se reportó como aceptable.

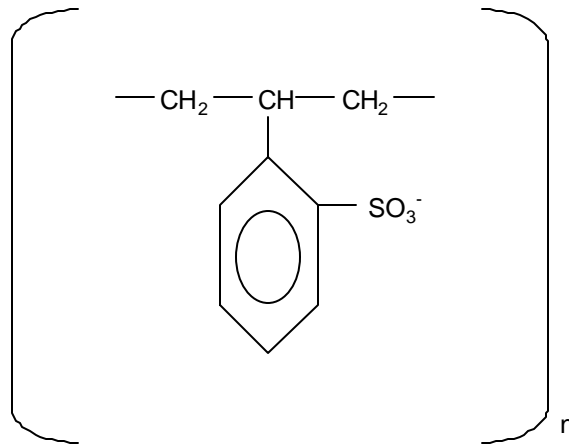
## 3.2. Procesos selectivos para la recuperación del sulfato de aluminio

Los procesos selectivos para la recuperación del sulfato de aluminio sólo separan el  $\text{Al}^{3+}$ . En general, consisten en disolver el  $\text{Al}(\text{OH})_3$  con ácido sulfúrico, y posteriormente, separar el  $\text{Al}^{3+}$  por intercambio iónico, con membranas (Sengupta y Lehigh University, 1994; Sengupta *et al.*, 1997), con ácidos fosfóricos (Cornwell y Zoltek, 1977), con resinas (Petruzzelli *et al.*, 2000), e inclusive precipitando el aluminio como alunita (Nilsson *et al.*, 1997). Sin embargo, su costo es muy elevado por lo que su aplicación práctica es limitada.

### 3.2.1. Procesos de membrana

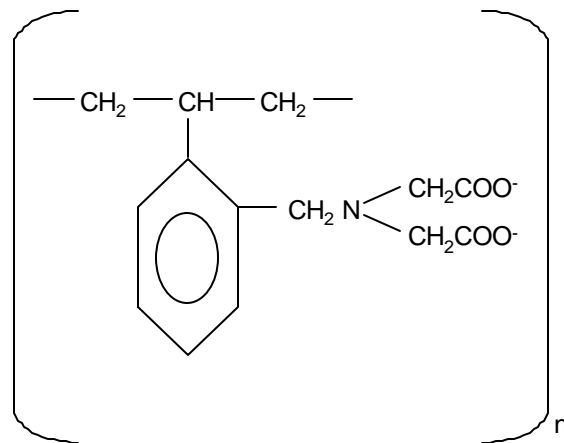
Las membranas están constituidas por camas de finas esferas de intercambio iónico físicamente enredadas en una delgada hoja de politetrafluoroetileno (PTFE) altamente poroso (Sengupta *et al.*, 1997). Se conocen dos tipos de membranas de ácido sulfónico (material fuertemente ácido) y de iminodiacetato (material quelante) (Figura 9 y 10). Ambas son idénticas en todos aspectos, excepto que el grupo funcional de intercambio es distinto para cada material (Sengupta *et al.*, 1997).

Las capas de los materiales son de 100  $\mu\text{m}$ ; las membranas tienen un espesor de 0.2 a 0.5 mm y están compuestas de 90% material de intercambio y 10% de PTFE. El tamaño de poro es de 0.4  $\mu\text{m}$ . La capacidad nominal de intercambio de la membrana de ácido sulfónico es de 0.15 meq/cm<sup>2</sup> y de 0.03 meq/cm<sup>2</sup> para la de iminodiacetato (Sengupta *et al.*, 1997).



**Figura 9. Ácido sulfónico (material fuertemente ácido).**

Adaptada de Sengupta *et al.*, 1997.



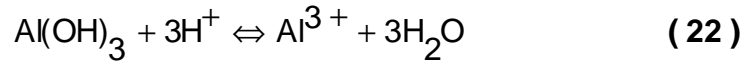
**Figura 10. Iminodiacetato (material quelante).**

Adaptada de Sengupta *et al.*, 1997.

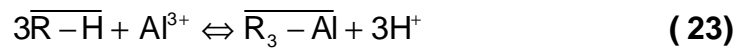
En la Figura 11 se muestra el diagrama conceptual del proceso de extracción de aluminio por medio de membranas. Si se considera que la descarga de lodos de la gran mayoría de las plantas de tratamiento es de forma intermitente (una o dos veces al día) el diagrama propuesto es fácil de operar. En cada ciclo, el lodo es almacenado en el tanque 1 y su pH es ajustado a un valor adecuado (cercano a 3.5) con  $H_2SO_4$ , entonces

el aluminio es absorbido selectivamente por la membrana y posteriormente regenerado con  $H_2SO_4$  del 5 al 10% en volumen. Las reacciones involucradas en el proceso son:

a) Disolución:

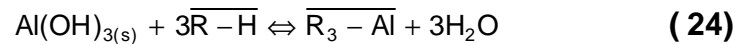


b) Intercambio iónico por la membrana:



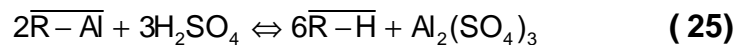
La R y la línea sobre el compuesto representan al material de intercambio.

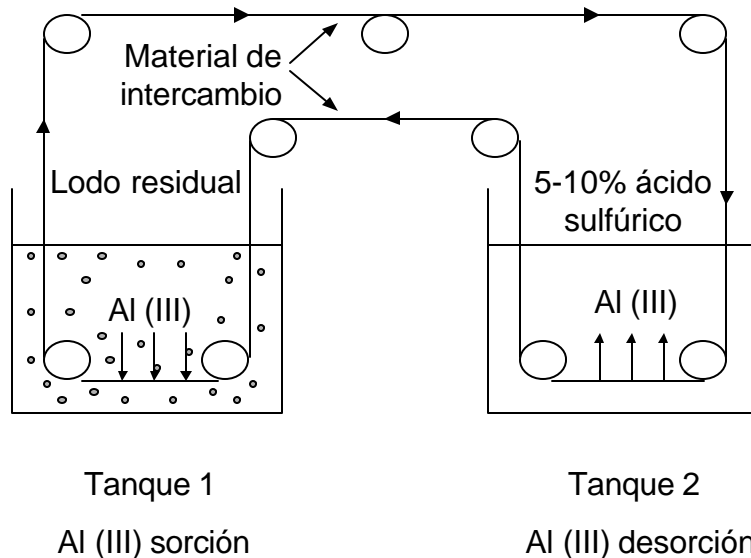
La reacción completa del proceso es:



Se destaca que el proceso involucra la transferencia selectiva del  $Al^{3+}$  de una fase sólida ( $Al(OH)_3$ ), a otra fase también sólida (membrana).

El paso final del proceso es la regeneración de las membranas, con ácido sulfúrico entre el 5 y el 10%, en volumen. La ecuación que describe esta parte es:





**Figura 11. Representación conceptual del proceso de extracción por medio de membranas.**

Adaptada de Sengupta *et al.*, 1997.

### 3.2.2. Procesos con ácidos fosfóricos

El principal problema asociado con el reciclaje de aluminio es la contaminación del aluminio recuperado por color disuelto, manganeso y metales pesados (Cornwell y Lemunyon, 1980). Cornwell y Zoltek (1977) presentaron un procedimiento selectivo para recuperar sulfato de aluminio, a partir de lodo generado en un proceso de eliminación de fósforo, de un efluente secundario desinfectado con cloro. La técnica de recuperación del aluminio es por medio de un proceso de intercambio iónico entre dos fases líquidas, el cual es análogo al intercambio entre una fase líquida y otra sólida (resina). En este caso, la solución que contiene al soluto por extraer es llamada “alimentación” y el líquido con los sitios activos para el intercambio, “solvente”. El solvente debe poseer ciertas características para cumplir satisfactoriamente su cometido, tales como:

- Disponibilidad.
- Bajo costo.
- Manejo seguro y operación eficiente.

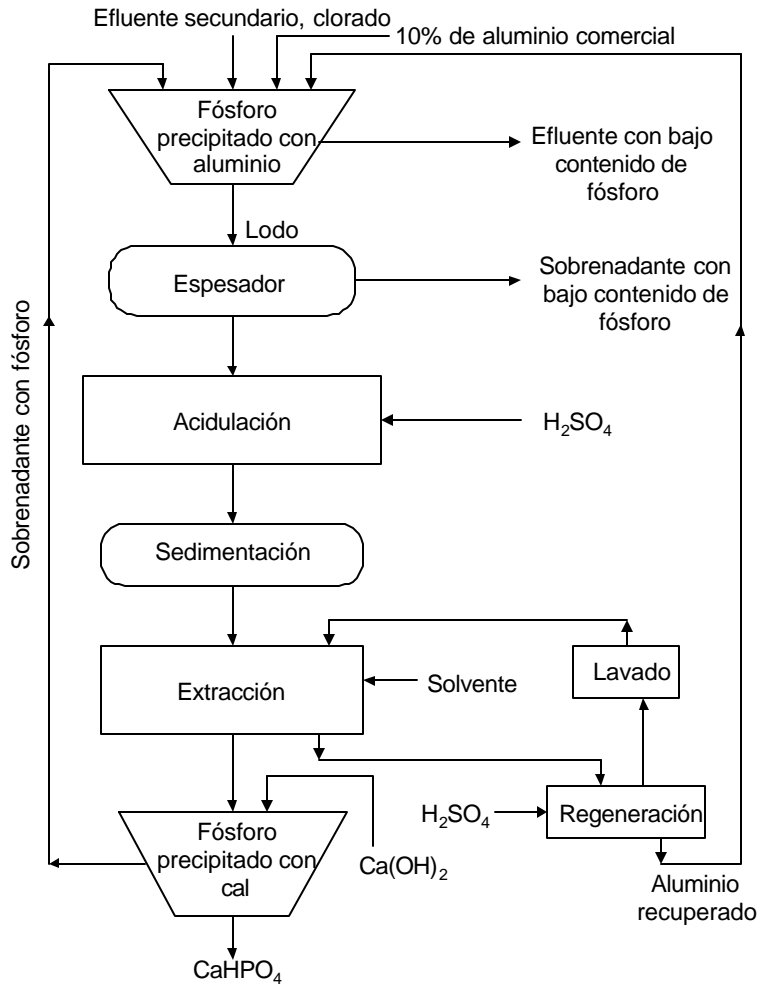
El queroseno reúne estas condiciones, pero tiene una baja afinidad por el aluminio, es por eso que se enriquece con un aditivo capaz de aumentar los sitios activos para el intercambio iónico. Tal aditivo debe:

- Ser estable.
- Tener una densidad diferente al agua.
- Tener baja solubilidad en agua.
- Contar con un gran número de sitios disponibles o activos para el intercambio.
- Poseer sus sitios activos afines al elemento o compuesto que se desea extraer.

Cornwell y Zoltek (1977) han empleado para ello los siguientes ácidos fosfóricos: mono-n-butil, mono-isoamil, una mezcla de mono y di-iso-octil, di(2-etilhexil) y una mezcla de mono y di(2-etilhexil). Los mejores resultados los obtuvieron con la mezcla de ácidos fosfóricos mono y di(2-etilhexil) (MDEHPA por sus siglas en inglés). El proceso se desarrolla como se muestra en la Figura 12. El efluente secundario clorado es tratado con sulfato de aluminio para eliminar el fósforo. Se utiliza una dosis de 60 mg/L de sulfato de aluminio (17%  $Al_2O_3$ ), el lodo obtenido es espesado y posteriormente acidificado con ácido sulfúrico a un pH de 2.0 (7.26 g de  $H_2SO_4$ /g Al), durante 15 minutos, con lo que se logra la total disolución del aluminio (2030 mg/L). A continuación se permite la sedimentación del lodo; luego se pone en contacto, durante 15 minutos, con el solvente que extrae el aluminio. Posteriormente, el solvente es regenerado con ácido sulfúrico para recuperar hasta el 98% del aluminio disuelto en el orden de hasta 1990 mg/L. Al regenerar el solvente con ácido sulfúrico se libera el aluminio retenido y se forma sulfato de aluminio en solución acuosa, que es reutilizado como coagulante.



La eficiencia total de recuperación del sulfato de aluminio se estima entre 89 y 90%, por lo que es necesario agregar un 10% sulfato de aluminio comercial (Cornwell y Zoltek, 1977). Después de aproximadamente 500 horas de operación en una planta piloto (con un flujo de lodo de 16 Lpm) se consiguió una recuperación de aluminio de 91% con un 5% de desviación estándar (Cornwell *et al.*, 1987).



**Figura 12. Diagrama esquemático del proceso de recuperación con ácidos fosfóricos.**

Adaptada de Cornwell y Zoltek, 1977.

### 3.2.3. Procesos con resinas

Petruzzelli *et al.* (2000) presentaron un sistema para recuperar aluminio y hierro de lodos de potabilizadoras de manera que la calidad del coagulante recuperado fuera la mejor posible. El lodo es acidificado a pH de 3.5 con ácido sulfúrico y el lixiviado de esta operación es puesto en contacto con una resina catiónica débil (Purolite C106, con una capacidad que excede los 3 eq/L<sub>resina</sub>), que retiene la totalidad de metales. La separación selectiva de los metales que sirven como coagulantes (Al y Fe) de los metales macro-componentes (*i.e.*, Ca y Mg) así como de los traza (Cr, Cu, Mn, Pb y Zn) se realiza al llevar la columna de intercambio iónico a un punto de quiebre para el aluminio y el hierro. La separación selectiva de las especies de aluminio y hierro se obtiene fácilmente durante la regeneración de la columna con cantidades estequiométricas de NaOH al 0.4 M.

La cantidad de coagulantes recobrada es comparable a la de los productos comerciales y está lista para su reciclado (Petruzzelli *et al.*, 2000).

### 3.2.4. Precipitación del aluminio como alunita

Nilsson *et al.* (1997) propusieron un método alternativo para separar eficientemente las especies coagulantes disueltas con ácido sulfúrico. La idea principal de la invención es precipitar el Al<sup>3+</sup> como alunita (NaAl<sub>3</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>6</sub>) o el Fe<sup>3+</sup> como Jarosita (NaFe<sub>3</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>6</sub>).

La alunita y la jarosita precipitan en condiciones de proceso extremas en intervalos de pH de 0.5 a 4 para la alunita y de -1 a 4 para la jarosita (Nilsson *et al.*, 1997), de temperatura entre 100 y 170°C (preferentemente entre 130 y 150 °C) y de presión entre 500 y 700 kPa, con tiempos de contacto que van de una a tres horas. La alunita precipita al poner en contacto NaOH o Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con el lodo acidificado a las condiciones propuestas, con lo que se consigue hasta un 99% de extracción del aluminio, con la

ventaja de que la mayor parte de las impurezas metálicas no precipitan en forma conjunta con la alunita y el contenido de  $Al^{3+}$  en ésta es aproximadamente del 16%. A continuación, la alunita es calcinada para disminuir el contenido orgánico del precipitado (a una temperatura entre 300 y 500 °C) y fácilmente redisuelta en ácido sulfúrico (Nilsson *et al.*, 1997).

## 4. Estabilización de lodos

Para definir las características de un lodo así como las necesidades de tratamiento se deben evaluar diversos parámetros que se clasifican en físicos, químicos y biológicos.

### 4.1. Propiedades físicas

La principal propiedad física de los lodos es la concentración de sólidos que se define como la relación entre el peso de sólidos y el peso de la muestra

$$C = \frac{\text{g de sólidos secos}}{\text{g lodo}} \quad (26)$$

Comúnmente ésta se expresa en por ciento (% de ST) y es la forma más usual de expresar la concentración (Vesilind *et al.*, 1986). La Tabla 7 muestra el contenido típico de sólidos en lodos producto del tratamiento del agua.

Otras propiedades de los sólidos son: el tamaño de partícula (que afecta la facilidad de eliminar el agua de un lodo), la forma en la que se encuentra el agua contenida en los lodos, sus propiedades de fluido (según puedan o no ser bombeados) y la drenabilidad (que define el mecanismo más conveniente para deshidratarlos).

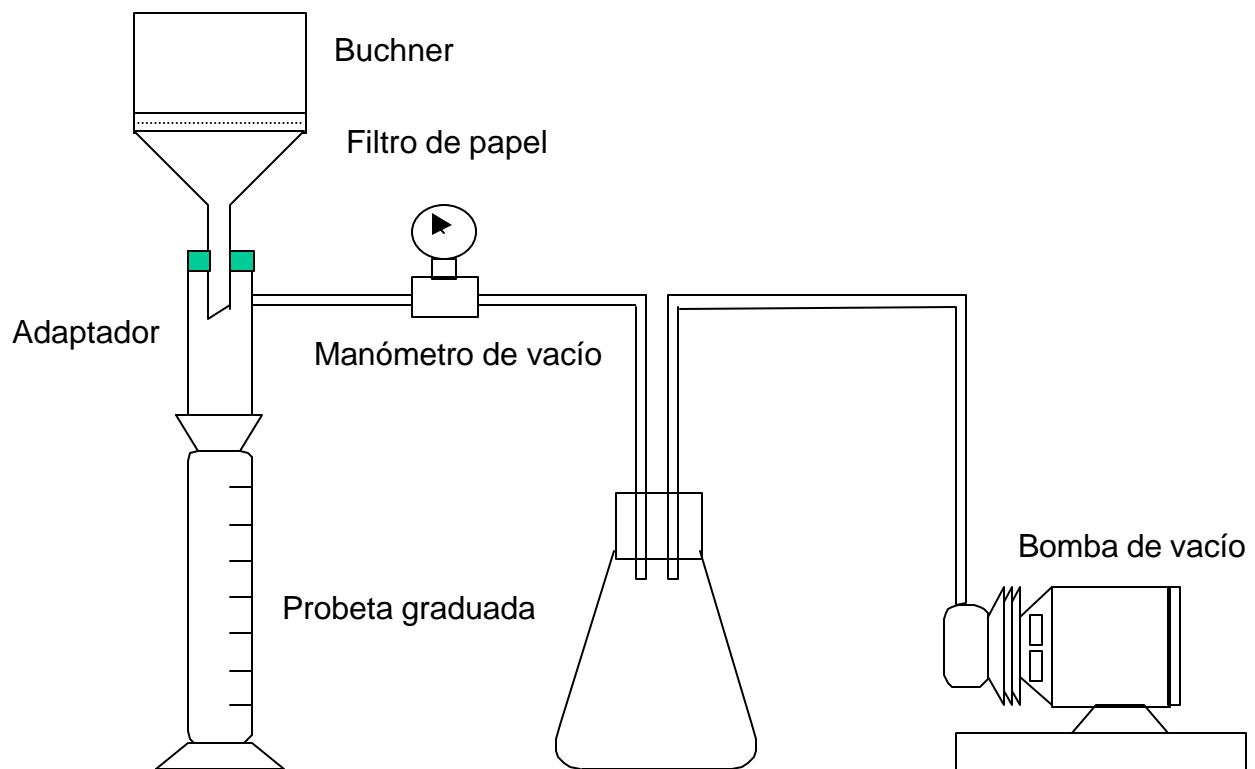
**Tabla 7. Concentraciones típicas de sólidos obtenidos por el tratamiento de aguas residuales domésticas.**

Operación o proceso	Concentración (% ST)	
	Intervalo	Típico
<b>Sedimentación primaria</b>		
Lodo primario	4.0 a 10.0	5.0
Lodo primario con hierro	0.5 a 3.0	2.0
Lodo primario con baja dosis de cal	2.0 a 8.0	4.0
Lodo primario con alta dosis de cal	4.0 a 16.0	10.0
<b>Sedimentación secundaria</b>		
Lodo activado con sedimentación primaria	0.5 a 1.5	0.8
Lodo activado sin sedimentación primaria	0.8 a 2.5	1.3
<b>Lodo activado con oxígeno altamente puro</b>		
Con sedimentación primaria	1.3 a 3.0	2.0
Sin sedimentación primaria	1.4 a 4.0	2.5
Lodo de biofiltro	1.0 a 3.0	1.5
Lodo de biodiscos	1.0 a 3.0	1.5
<b>Espesado por gravedad</b>		
Lodo primario	5.0 a 10.0	8.0
Mezcla de lodo primario y activado	2.0 a 8.0	4.0
Mezcla de lodo primario y de biofiltro	4.0 a 9.0	5.0
<b>Espesado por flotación con aire</b>		
Lodo activado con adición química	4.0 a 6.0	5.0
Lodo activado sin adición química	3.0 a 5.0	4.0
<b>Espesado por centrifugación</b>		
Lodo activado	4.0 a 8.0	5.0
<b>Espesador de banda por gravedad</b>		
Lodo activado con adición química	3.0 a 6.0	5.0
<b>Digestión anaerobia</b>		
Lodo primario	5.0 a 10.0	7.0
Lodo primario y activado	2.5 a 7.0	3.5
Lodo primario y de biofiltro	3.0 a 8.0	4.0
<b>Digestión aerobia</b>		
Lodo primario	2.5 a 7.0	3.5
Lodo primario y activado	1.5 a 4.0	2.5
Lodo activado	0.8 a 2.5	1.3

Adaptada de Metcalf &amp; Eddy, Inc., 1991.

### 4.1.1. Resistencia específica a la filtración

La resistencia específica a la filtración (REF) es una prueba que se utiliza para describir las condiciones del desaguado de los lodos. El parámetro fue presentado por primera vez por Coackley y Jones en 1956 como parte de un intento para modelar la filtración al vacío de los lodos (Christensen, 1983) y genera un valor que es independiente, en teoría, de la concentración de sólidos del lodo. Sin embargo, algunos investigadores han reportado datos que sugieren que la REF es función de la concentración de los sólidos del lodo (Christensen y Dick, 1985/a). En la Figura 13 se muestra el equipo necesario para llevar a cabo la prueba.



**Figura 13. Equipo para la prueba de resistencia específica a la filtración.**

Adaptada de Cornwell *et al.*, 1987.

Típicamente se toman porciones de 100 mL de lodo y se registra el volumen de filtrado a diferentes tiempos. Con base en la ecuación de Carmen–Kozeny, para flujos a través

de medios porosos puede desarrollarse una expresión para describir el flujo a través de la torta de lodo. La ecuación es

$$\frac{t}{v} = \frac{\psi WR}{2pa^2} v + \frac{\psi R_r}{ap} \quad (27)$$

La cual es de la forma

$$\frac{t}{v} = bv + c \quad (28)$$

Entonces la REF queda como

$$R = \frac{2bpa^2}{\psi W} \quad (29)$$

donde

t : tiempo de filtración (s).

v : volumen de filtrado (m<sup>3</sup>).

R : resistencia específica del lodo (m/kg).

ψ : viscosidad del filtrado (Pa·s).

W : peso seco de los sólidos por volumen de filtrado (kg/m<sup>3</sup>).

p : presión de vacío aplicada (Pa).

a : área del filtro (m<sup>2</sup>).

R<sub>r</sub> : resistencia específica del filtro (s<sup>2</sup>/kg)

b : pendiente de la curva (s/m<sup>6</sup>).

La determinación de W ha sido realizada de las siguientes maneras:

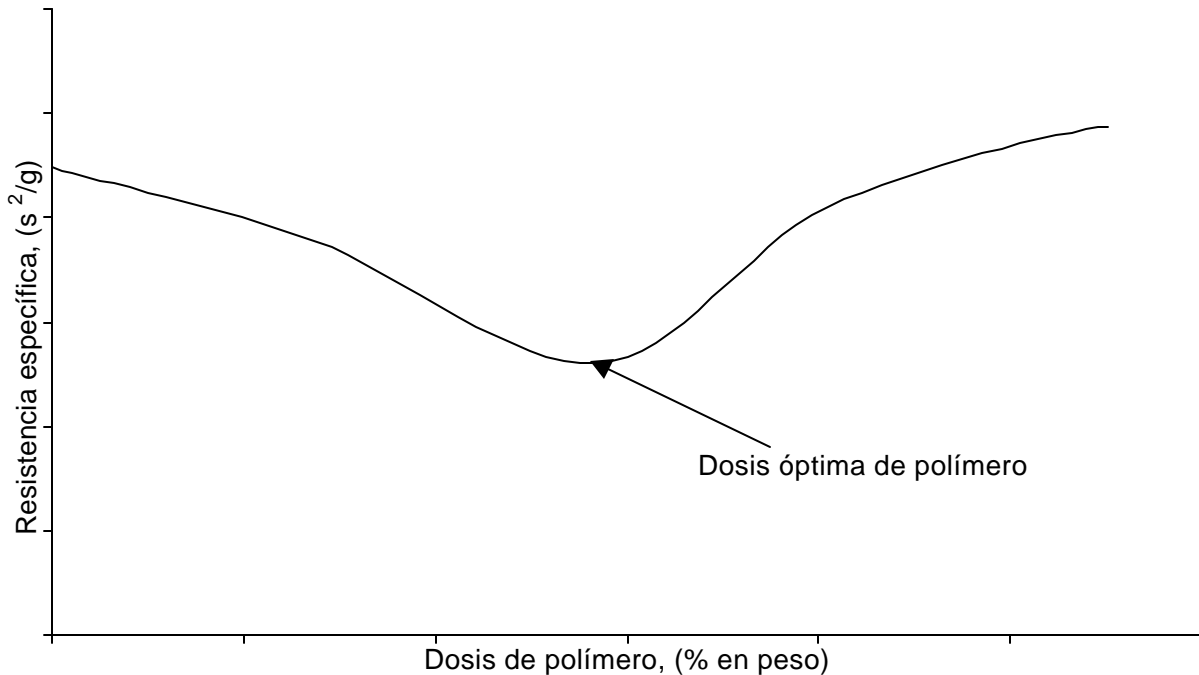
- ☞ Al dividir la masa seca de la torta entre el volumen final filtrado.
- ☞ Al dividir el producto de la concentración de sólidos del lodo y el volumen de muestra entre el volumen final filtrado.

- ☞ Al medir las concentraciones de sólidos del lodo y de la torta y usarlas en la siguiente fórmula

$$W = \frac{C_c \times C_s}{100 (C_c - C_s)} \quad (30)$$

donde  $C_c$  y  $C_s$  son las concentraciones de sólidos de la torta y del lodo en por ciento (Christensen y Dick, 1985/b).

Al repetir la prueba de resistencia a la filtración en un lodo sin tratamiento y en lodos que han sido tratados químicamente es posible determinar la dosis óptima y el agente ideal para desaguarlo, tal como se muestra en la Figura 14, (Cornwell *et al.*, 1987).



**Figura 14. Uso de la resistencia específica a la filtración para determinar la dosis óptima de polímero (en un sistema de unidades alterno).**

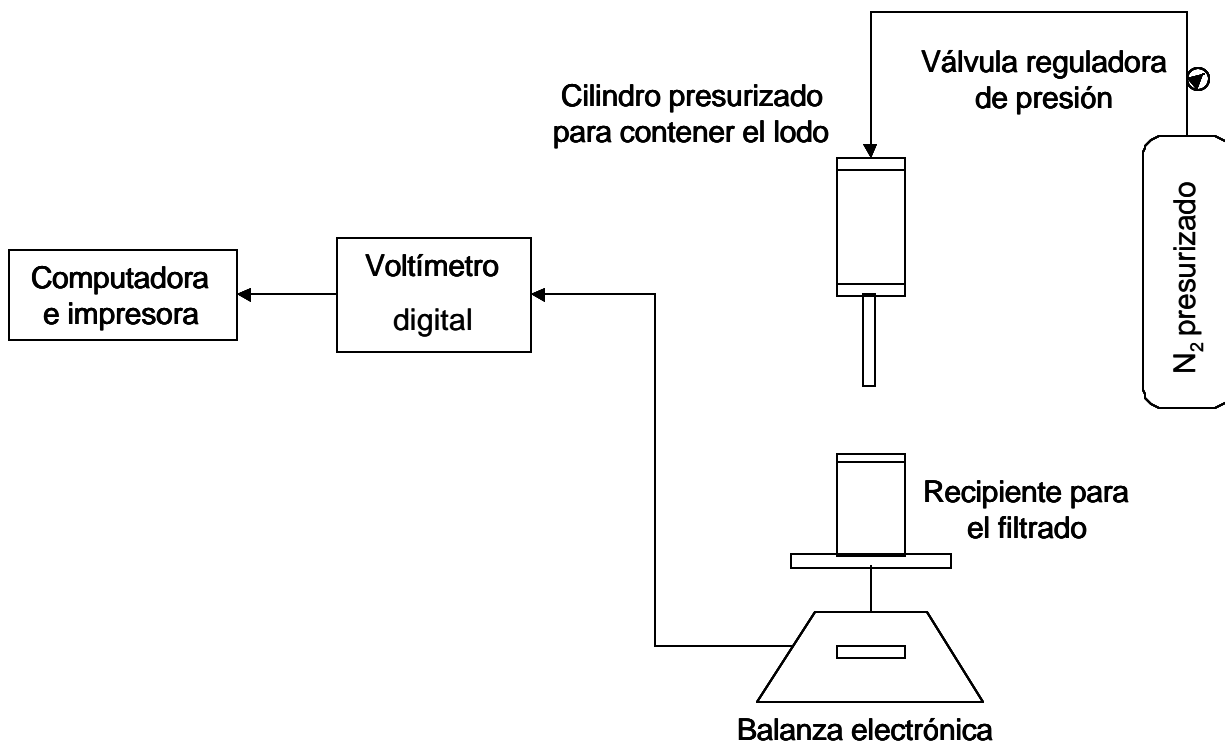
Adaptada de Cornwell *et al.*, 1987.

La Figura 15 presenta un sistema automatizado para determinar la REF, el equipo que lo integra es un cilindro de acero inoxidable de 6.5 cm de diámetro y 16 cm de altura, un



cilindro de nitrógeno presurizado, un regulador de presión, un dispositivo para recibir el filtrado, una balanza electrónica, un voltímetro digital y una computadora de escritorio (Christensen y Dick, 1985/a).

Este sistema lo controla un programa interactivo que permite identificar el ensayo que se realiza y controlar sus condiciones. Al comenzar la prueba el sistema registra cada segundo durante 15 s el volumen filtrado y entonces cambia al intervalo de lectura señalado previamente (de 1 a 30 s) (Christensen y Dick, 1985/a).



**Figura 15. Diagrama esquemático de un sistema para medir la resistencia específica a la filtración.**

Adaptada de Christensen y Dick, 1985/a.

Aunque la prueba de resistencia a la filtración es un parámetro muy útil para el análisis del acondicionamiento y desaguado de los lodos, su valor se ve disminuido por la confusión introducida por varios reportes de investigación al presentar sus resultados en sistemas de unidades no consistentes. Algunos investigadores reportan la REF en  $\text{s}^2/\text{g}$ , otros en  $\text{cm}/\text{g}$  y los demás en  $\text{m}/\text{kg}$ . Tal disparidad en la uniformidad de las unidades

provoca confusión y dificulta la difusión de los resultados. Por ejemplo, un lodo de origen biológico sin tratamiento puede tener una REF de  $10^{14}$  m/kg y el mismo lodo, bien acondicionado, tendría una REF de  $10^{11}$  m/kg. Por otra parte, el mismo lodo biológico sin tratamiento tendría una REF de  $10^{10}$  s<sup>2</sup>/g. El acondicionamiento provee una disminución de dos a tres órdenes de magnitud, mientras que el factor de conversión de s<sup>2</sup>/g a cm/g tiene una magnitud aproximada de tres y, en el caso de s<sup>2</sup>/g a m/kg aproximadamente de cuatro. (La conversión exacta de s<sup>2</sup>/g a cm/g es  $9.81 \times 10^2$  y  $9.81 \times 10^3$  de s<sup>2</sup>/g a m/kg) (Christensen, 1983).

En la Tabla 8 se presentan valores de la REF para varios tipos de lodos y se muestra la sugerencia hecha por Christensen en 1983 para adaptar los Terámetros ( $1 \times 10^{12}$  m) como las unidades más convenientes, el valor de 1 Tm/kg ha sido sugerido como el límite para filtrar económicamente un lodo (Christensen y Dick, 1985/a).

**Tabla 8. Valores típicos de la resistencia específica a la filtración para lodos de potabilizadoras y de aguas residuales.**

Tipo de lodo	(m/kg)	(Tm/kg)
Primario sin tratamiento	$1.5-5.0 \times 10^{14}$	150-500
Lodo activado doméstico	$1.47 \times 10^{13}$	14.7
Lodo activado (petroquímico)	$1.2 \times 10^{14}$	128.0
Lodo primario digerido anaerómicamente y espesado	$1.3 \times 10^{14}$	130.0
Lodo primario bien acondicionado y lodo activado	$2.0 \times 10^{11}$	0.2
Lodo primario acondicionado adecuadamente y lodo activado	$1.1 \times 10^{12}$	1.1
Lodo bien acondicionado y digerido.	$3.0-40.0 \times 10^{11}$	0.3-4.0

Adaptada de Christensen, 1983.

## **4.2. Propiedades químicas de los lodos**

Las características químicas de un lodo definen las necesidades de tratamiento, disposición final y su posible utilización. El mayor interés de uso se relaciona con su valor agronómico. Entre las principales propiedades químicas se encuentran el olor (que determina la aceptabilidad de los lodos para su reúso) y su composición química (que depende básicamente de la composición del agua tratada así como del método de tratamiento).

## **4.3. Propiedades biológicas de los lodos**

El contenido de organismos patógenos de los lodos es una de sus propiedades más importantes para limitar su manejo y disposición pues pueden provocar problemas sanitarios. Los organismos patógenos son aquellos que provocan enfermedades tanto a humanos como a animales y, por lo general, se agrupan en bacterias, virus, protozoarios y helmintos (EPA, 1992). En la Tabla 9 se muestran valores de densidad de algunos organismos patógenos o indicadores característicos en lodos de aguas residuales municipales.

**Tabla 9. Densidad de organismos patógenos en lodos secundarios.**

Organismo	Densidad Organismos / g base seca
Coliformes totales	$7 \times 10^8$
Coliformes fecales	$8.3 \times 10^6$
Streptococos fecales	$1.7 \times 10^6$
<i>Salmonella sp</i>	$8.8 \times 10^2$
<i>Pseudomona aeruginosa</i>	$1.1 \times 10^4$
Virus entéricos	$3.2 \times 10^2$
<i>Ascaris sp</i>	1.36
<i>Trichuris Trichiura</i>	$<1 \times 10^{-2}$
<i>Trichuris Vulpis</i>	$<1 \times 10^{-2}$
<i>Himenolepis diminuta</i>	$2 \times 10^{-2}$
<i>Toxocara sp</i>	$<2.8 \times 10^{-1}$

Adaptada de Metcalf & Eddy, Inc., 1991.

La Tabla 10 muestra una comparación entre el contenido de patógenos en los lodos de Estados Unidos y de México.

**Tabla 10. Comparación de los lodos generados en Estados Unidos y en México en el aspecto microbiológico.**

Parámetro	Orden de magnitud	
	México	Estados Unidos
Coliformes fecales, NMP/g ST	$10^{10}$ - $10^{12}$	$10^8$
Huevos de helmintos (huevos/gST)	59-94	< 1

Adaptada de Lue Hing *et al.*, 1992 y , Barrios *et al.*, 2000/b.

El control de riesgo microbiológico se efectúa con base en las bacterias, virus y huevos de helmintos por su gran resistencia a los factores ambientales (Tabla 11). La densidad

de microorganismos se define como el número de ellos por unidad de masa de los sólidos totales en base seca. Es común expresar los criterios de calidad por 4 g de ST debido a que 100 mL de lodo doméstico contienen aproximadamente esa masa (EPA, 1992).

**Tabla 11. Tiempo de sobrevivencia de patógenos.**

Organismo	Suelo		Vegetación	
	Máximo absoluto	Máximo común	Máximo absoluto	Máximo común
Bacterias	1 año	2 meses	6 meses	1 mes
Virus	1 año	3 meses	2 meses	1 mes
Quistes de protozoarios	10 días	2 días	5 días	2 días
Huevos de helmintos	7 años	2 años	5 meses	1 mes

Nota: los períodos pueden aumentar si hay condiciones climáticas favorables.  
Adaptada de EPA, 1992.

Las formas de exposición a los patógenos de los lodos pueden ser: indirectas (por contacto inconsciente con los lodos, manipulación del suelo o de los lodos durante su aplicación, inhalación de microbios en los aerosoles que se forman durante la aplicación por aspersión o por arrastre de vientos fuertes justo después de la aplicación), o bien, directas (por consumo de cultivos contaminados, leche u otros productos alimenticios que provienen de animales que pastaron en suelos con lodos, agua contaminada por lixiviación o peces que se desarrollan en agua contaminada).

#### 4.4. Normatividad para lodos en México

En México es escasa la normatividad federal y estatal que regula el tratamiento y la disposición de los sólidos provenientes del tratamiento de las aguas residuales. Hoy en día se considera que los lodos que se generan durante el tratamiento secundario de las aguas residuales son residuos peligrosos y en consecuencia deben sujetarse a las

regulaciones que al respecto emite el Instituto Nacional de Ecología (INE). La idea del uso benéfico de los lodos provenientes de aguas residuales domésticas y el empleo del concepto de biosólidos no se aplican aún en el país, a pesar de haber una marcada tendencia internacional para ello (Jiménez *et al.*, 1997), en consecuencia, su manejo se ha limitado a la disposición en lagunas y rellenos sanitarios, pero se espera que la tendencia se enfoque al reúso benéfico con la publicación de la Norma Oficial Mexicana NOM-0004-ECOL-200x que establecerá los límites máximos permisibles de contaminantes para los lodos residuales que sean dispuestos o aprovechados (Barrios *et al.*, 2000/a). Cabe mencionar que actualmente se lleva a cabo una revisión para normar el tratamiento de lodos y favorecer su reúso empleando como base la reglamentación de la EPA con ajustes que toman en cuenta las condiciones del país (Jiménez *et al.*, 1997). En la Tabla 12, se presentan algunos reglamentos y se hace un breve análisis de aspectos relacionados con el manejo y la disposición de lodos provenientes del tratamiento de aguas residuales.

**Tabla 12. Reglamentos ambientales que aplican para sólidos de aguas residuales.**

Reglamento	Descripción
Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Medio Ambiente (1996)	Los lineamientos que pueden ser aplicados para lodos se encuentran en las secciones sobre prevención y control de la contaminación de aguas epicontinentales o marinas y de suelos. La ley señala a las autoridades responsables de otorgar permisos y autorizaciones, de restringir o bien de establecer los parámetros y los criterios limitantes para utilizar a las aguas y suelos nacionales como contenedores finales de diferentes tipos de residuos.
Norma Oficial Mexicana: NOM-052-ECOL-1993, (INE, 1993)	Establece las características de los residuos peligrosos, presenta un listado de los mismos y los límites de toxicidad al ambiente. De acuerdo con esta norma los lodos que provienen del tratamiento de las aguas residuales de las industrias textil, de galvanoplastia, químico-farmacéutica, electroquímica, de la producción de pinturas, entre otras, son residuos peligrosos. Así como los lodos del tratamiento biológico de aguas residuales, cuando se exceden los límites de toxicidad propuestos en el punto 5.5 de la norma.
Norma Oficial Mexicana: NOM-001-ECOL-1996, (SEMARNAP, 1997)	Establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Los lodos se mencionan únicamente en el anexo 1 de esta norma, donde se define la técnica para la determinar huevos de helmintos.

Adaptada de Jiménez *et al.*, 1997.

## 4.5. Normatividad para biosólidos en Estados Unidos de América

La EPA desarrolló el reglamento “Estándares para el uso y disposición de lodos provenientes del tratamiento de agua residual doméstica”, que fue publicado en el Capítulo 40 del Reglamento del Código Federal (CFR) el 19 de febrero de 1993 y que comúnmente se conoce como apartado 503 (EPA, 1994/b). Esta normatividad es de las primeras y más completas del mundo, por lo que será modelo para estructurar la norma mexicana. Básicamente regula:

- las características de los biosólidos, en general.
- los sitios de disposición.
- métodos y formas de transportar, distribuir y comercializar los biosólidos.
- los lineamientos específicos para la aplicación.
- los lineamientos específicos y tecnologías requeridas para llevar a cabo la reducción de organismos patógenos y la atracción de organismos vectores.
- la incineración de los lodos.
- las prácticas de administración y manejo de biosólidos, los estándares de operación y el tipo y frecuencia de monitoreo.

Un concepto de esta norma que está ya siendo usado en el país es la producción de biosólidos clases A y B a partir de lodos. Para que un lodo sea biosólido clase A, (sin restricción de uso), la densidad de patógenos se debe reducir por debajo de los límites de detección que son:

- menos de 3 organismos *Salmonella sp.* por 4 gramos de sólidos secos totales, determinados como Número Más Probable (NMP).



- menos de 1 virus entérico por 4 gramos de sólidos totales.
- menos de 1 huevo de helminto viable por 4 gramos de sólidos totales.
- la densidad de coliformes fecales en el lodo debe ser menor a 1000 NMP por gramo de sólidos totales, o
- la densidad de *Salmonella sp.* debe ser menor a 3 NMP por 4 gramos de sólidos totales.

Los biosólidos clase B son aquellos que tienen:

- una densidad de coliformes fecales menor que 2,000,000 (NMP o unidades formadoras de colonias (UFC)) por gramo de sólidos totales en base seca.

Los biosólidos de clase B se utilizan para aplicación a granel en suelos agrícolas y de pastoreo, bosques, sitios de contacto público y sitios de restauración.

Adicionalmente se consideran los biosólidos de calidad excepcional (*Exceptional Quality Biosolids*, EQ), que son biosólidos clase A pero además tienen una concentración menor a la señalada en la Tabla 13 de ciertos componentes. Los biosólidos de calidad excepcional no tienen restricciones de uso y se pueden incluso emplear en macetas caseras (EPA, 1994/a).

**Tabla 13. Límites de contaminantes.**

Contaminante	Concentraciones tope para todos biosólidos que se apliquen al suelo (mg/kg) <sup>a</sup>	Límites para biosólidos EQ (mg/kg) <sup>a</sup>
Arsénico	75	41
Cadmio	85	39
Cobre	4300	1500
Plomo	840	300
Mercurio	57	17
Molibdeno <sup>b</sup>	75	-
Níquel	420	420
Selenio	100	36
Zinc	7500	2800
Aplica a:	Todos los sólidos que se coloquen sobre terreno.	Biosólidos a granel y empacados <sup>c</sup>

a: Base seca.

b: Enmienda de 1994 al apartado 503.

c: Biosólidos empacados son aquellos que están en bolsas o cualquier otro recipiente.

Adaptada de EPA, 1994/a.

## 4.6. Métodos de tratamiento

En la Tabla 14 se resumen las tecnologías aceptadas para producir biosólidos A o B por la EPA, pero se pueden emplear otras si se demuestra que se cumple con los requerimientos microbiológicos. Es importante notar que la diferencia para que un mismo proceso produzca biosólidos clase A en lugar de B se debe básicamente al empleo de una mayor temperatura.

**Tabla 14. Tecnologías para la obtención de biosólidos clase A y clase B.**

Tecnología	Tipo de biosólidos que se pueden obtener	
	Clase A	Clase B
Digestión aerobia	Termofílica, a 10 días de retención a temperatura de 55°C a 60°C	Entre 40 días a 20°C y 60 días a 15°C
Digestión anaerobia	Sólo termofílica y es considerada muy difícil de operar	Entre 15 días de 35°C a 55°C y 60 días a 20°C
Estabilización alcalina	pH > 12 por 72 horas y una temperatura > 52°C al menos 12 horas con pH > a 12. Sequedad al 50 % de ST	Con pH de 12 durante 2 horas
Elaboración de composta	En contenedor aireado a 55°C por más de 3 días. En "surco" a temperatura $\geq$ 55°C por al menos 15 días, con un mínimo de 5 volteos	En contenedor, pila estática aireada o en surcos a 40°C o más durante 5 días con una temperatura superior a 55°C durante 4 horas.
Secado	Hasta llegar a más de 90% de ST. La temperatura del lodo en bulbo húmedo debe ser superior a 80°C.	Con aire en lechos de secado de arena o celdas durante 3 meses por lo menos. Durante 2 de los 3 meses la temperatura promedio diaria debe ser superior a 0°C
Tratamiento con calor	A temperatura y con un tiempo específico	
Pasteurización	A 70°C por más de 30 minutos	
Irradiación	Para irradiación beta y gamma con 1.0 megarad como mínimo a temperatura ambiente (20°C)	

Adaptada de EPA, 1994/a.

## 4.7. Reducción de la atracción de vectores

Los patógenos en los biosólidos pueden causar enfermedades cuando entran en contacto con los humanos en forma directa o a través de organismos denominados vectores (moscas, mosquitos, aves, roedores, entre otros). Cuando un biosólido de clase A o B va a ser aplicado al suelo o dispuesto de forma superficial, es necesario reducir la atracción de organismos vectores para disminuir el riesgo de transmisión de patógenos. En la Tabla 15 se muestran las 12 opciones reconocidas para ello. Para el caso del tratamiento de residuos de fosas sépticas, la EPA acepta exclusivamente la estabilización a pH 12 o más durante por lo menos 30 minutos sin la adición de más álcali.

**Tabla 15. Requisitos para reducir la atracción de vectores.**

Opción	Más apropiado para:
1. Al menos 38% de reducción de sólidos volátiles totales (SVT).	Biosólidos obtenidos por: <ul style="list-style-type: none"> <li>☞ Digestión anaerobia</li> <li>☞ Digestión aerobia</li> <li>☞ Oxidación química</li> </ul>
2. Digestión anaerobia complementaria.	Sólo para lodo digerido anaerobiamente que no cumple con la opción 1.
3. Digestión aerobia complementaria.	Sólo para lodo digerido aerobiamente, que tenga 2% o menos sólidos que no cumplan la opción 1.
4. Tasa específica de consumo de oxígeno ( <i>Specific Oxygen Uptake Rate</i> , SOUR).	Lodos provenientes de digestión aerobia (no debe usarse para lodos composteados).
5. Proceso aerobio a temperatura elevada.	Composteo de lodo.
6. Adición de álcalis.	Lodo estabilizado químicamente.
7. Reducción de humedad hasta un contenido de 75% de sólidos.	Lodos tratados por procesos aerobios o anaerobios (lodos que no contienen sólidos desestabilizados generados en el tratamiento primario del agua residual).
8. Reducción de humedad hasta un contenido del 90% de sólidos.	Lodos que contienen sólidos desestabilizados producidos durante el tratamiento primario.
9. Inyección de biosólidos al suelo.	Lodo aplicado al suelo o dispuesto superficialmente.
10. Incorporación de biosólidos al suelo.	Lodo aplicado al suelo o dispuesto superficialmente.
11. Recubrimiento.	Lodos dispuestos superficialmente.
12. Tratamiento alcalino para drenados de fosas sépticas.	Residuos de fosas sépticas aplicados a suelo agrícola, bosques, sitios de restauración o dispuestos superficialmente.

Adaptada de EPA, 1992.

## 5. Hipótesis y objetivos

### 5.1. Hipótesis

- Es posible recuperar el sulfato de aluminio, a partir de lodos residuales por vía ácida no selectiva y reusarlo en el proceso de tratamiento del agua.

### 5.2. Objetivo

- Desarrollar un proceso de recuperación y reciclamiento del sulfato de aluminio, por vía ácida no selectiva, a partir de los lodos producidos en un tratamiento primario avanzado de agua residual doméstica.

### 5.3. Objetivos específicos

- Evaluar la factibilidad de extracción del sulfato de aluminio del lodo al ser acidificado con diferentes tiempos de contacto, regímenes de agitación y concentraciones de ácido.
- Analizar los efectos del tiempo de contacto, del gradiente de agitación y de la relación másica ácido/aluminio, en la recuperación del coagulante mediante un análisis de experimentos factorial.
- Determinar la influencia de otros factores experimentales tales como el tipo de agitador y el % de ST en el proceso de recuperación de aluminio.
- Evaluar la influencia de las concentraciones de fondo de aluminio en la disolución del hidróxido de aluminio.

- Determinar la cantidad de  $Al^{3+}$  extractable del lodo al someterlo a lavados sucesivos a pH de 2.0.
- Evaluar las características de coagulación del aluminio recuperado mediante parámetros tales como turbiedad, conductividad, sólidos suspendidos y pH en pruebas de jarras.
- Evaluar el impacto de reutilizar el aluminio recuperado en repetidas ocasiones como coagulante.
- Evaluar el efecto del ácido sulfúrico sobre los organismos patógenos del lodo (estabilización ácida), así como el de la intensidad de agitación.
- Describir las propiedades de desaguado del lodo acidificado.

## 6. Metodología

### 6.1. Caracterización de los lodos (Etapa 1)

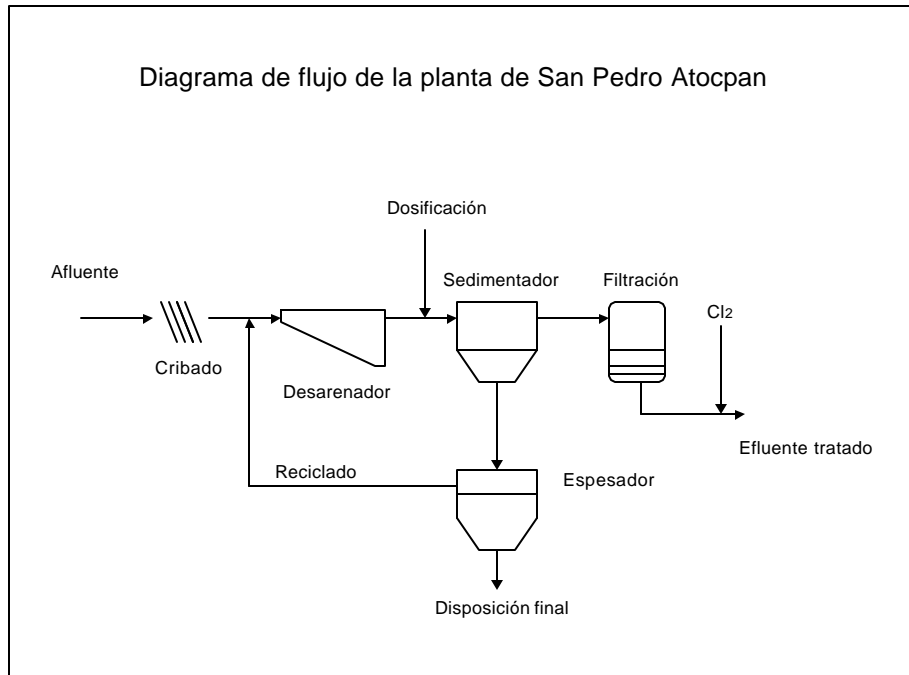
Los lodos utilizados en los estudios preliminares de extracción de aluminio, durante el diseño de experimentos para evaluar otros factores experimentales, así como, en el transcurso de los estudios destinados a determinar la cantidad de aluminio que es posible extraer sucesivamente del lodo, fueron de tipo fisicoquímico y provinieron de una planta que emplea un tratamiento primario avanzado, de la cual se presentan los datos de operación en la Tabla 16. Esta planta se localiza cerca de la población de San Pedro Atocpan (SPA), al sur de la Ciudad de México en la delegación Milpa Alta, y recibe el agua residual de los poblados de San Pedro Atocpan y San Gregorio, aproximadamente 15,200 habitantes, con un caudal de 35 L/s, y una dosificación de sulfato de aluminio de 66 mg/L (como sal anhidrida). Por las condiciones del lugar se considera que el agua es fundamentalmente de carácter doméstico.

**Tabla 16. Datos de operación de la planta de San Pedro Atocpan.**

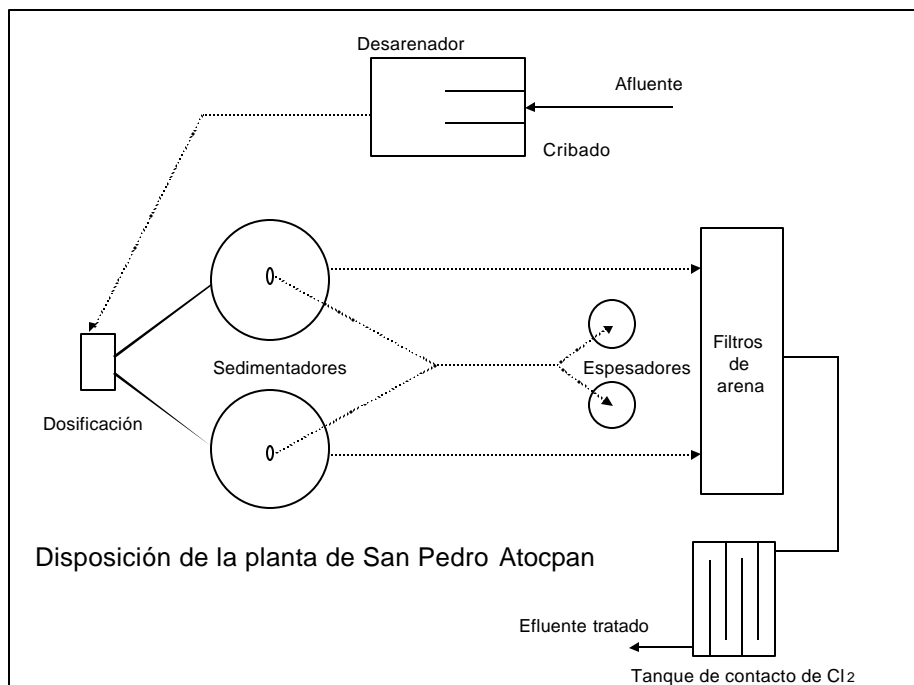
Tratamiento	Características
Tratamiento Primario Avanzado	Coagulante: sulfato de aluminio Dosis estimada: 66 mg/L, como sal anhidrida Caudal: 35 L/s Dos unidades en paralelo. Tratamiento de lodos: espesamiento y traslado a la Planta Cerro de la Estrella para tratamiento posterior

En la Figura 16 se muestran el diagrama de flujo del proceso de la planta y en la Figura 17 la distribución.





**Figura 16. Diagrama de flujo de la planta de San Pedro Atocpan.**



**Figura 17. Disposición de la planta de San Pedro Atocpan.**

## 6.2. Extracción preliminar del aluminio (Etapa 2)

### 6.2.1. Efecto del tiempo de contacto, régimen de agitación y concentración del ácido

Para esta etapa se realizaron diversas pruebas en jarras, ensayando tiempos de contacto de 20 y 40 minutos. Cuando se usaron 20 minutos se utilizó un régimen de agitación de 300 rpm y diferentes concentraciones de ácido sulfúrico. En los ensayos de 40 minutos se emplearon velocidades de 300 y 150 rpm. Se trataron muestras de 500 mL de lodo con ácido y se agitaron durante los tiempos y a las velocidades señaladas. A continuación, las muestras fueron centrifugadas durante 3 minutos a 3000 rpm para recuperar el sobrenadante. Las características de esta etapa se resumen en la Tabla 17.

**Tabla 17. Condiciones empleadas para evaluar la factibilidad de extraer el aluminio (Etapa 2).**

Tiempo de contacto (min)	Régimen de agitación (rpm)	Concentración del ácido sulfúrico (% en volumen)	Volumen de ácido sulfúrico añadido (mL)
20	300	2, 4, 6, 8, 10, 15 y 20	100
40	150	0.5, 1, 2 y 3	100
	300	0.5, 1, 2 y 3	100

En total se realizaron 15 experimentos en las cuales se determinó la cantidad de aluminio presente en el sobrenadante y el pH tanto del sedimento como del sobrenadante.

### 6.2.2. Efecto del ácido y de la agitación en la estabilización del lodo

Con el propósito de evaluar la estabilización de los lodos por medio ácido se llevaron a cabo pruebas de acidulación en jarras, en muestras de 500 mL con ácido sulfúrico para tiempos de contacto de 20 y 40 minutos, regímenes de agitación de 150 y 300 rpm y concentraciones de ácido de 0.5 y 10 % en volumen. En la Tabla 18 se resume la manera en que se realizaron estas pruebas.

**Tabla 18. Efecto del ácido sulfúrico y de la agitación en la estabilización del lodo (Etapa 2).**

Tiempo de contacto (min)	Ácido utilizado	Régimen de agitación (rpm)	Concentración del ácido (% v/v)
20	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	300	10
40	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	150	0.5
40	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	300	0.5

En total se realizaron cuatro pruebas, teniendo el cuidado de contar con dos muestras testigo. Los análisis realizados se resumen en la Tabla 19.

**Tabla 19. Análisis realizados durante la estabilización ácida del lodo (Etapa 2).**

Parámetro	Tipo de muestra analizada
pH	Lodo acidificado
Sólidos totales, % en peso	Lodo crudo
Huevos de helmintos, HH / g de sólidos totales	Lodo acidificado
Coliformes fecales, NMP / g de sólidos totales	Lodo acidificado

### 6.3. Diseño de experimentos (Etapa 3)

En esta etapa se efectuó un diseño de experimentos seleccionando los parámetros y sus niveles a partir de la literatura. Las variables fueron el tiempo de contacto, el gradiente de agitación y la relación másica ácido/aluminio, pues se estimó que éstas eran determinantes para la recuperación del aluminio.

En el caso de la evaluación del tiempo de agitación se recomendó un estudio de punto medio, es decir, tomar tres tiempos de agitación que equidistan de los parámetros considerados como los mejores del estudio anterior (15 a 45 minutos). Un análisis similar se aplicó al estudio del régimen de agitación para el intervalo de 141 a 480  $s^{-1}$ . Para la relación másica se definieron tres valores: 5.0, 7.0 y 9.0, manteniendo la concentración del ácido constante (6% en volumen). Este esquema se ajusta a un diseño factorial  $3^3$ , para el cual se necesitan 27 experimentos en tres niveles con las condiciones mostradas en la Tabla 20 (Montgomery, 1991).

**Tabla 20. Condiciones de los experimentos para el diseño factorial  $3^3$  (Etapa 3).**

Parámetro	Niveles		
	0	1	2
Tiempo de contacto en minutos	15	30	45
Gradiente de agitación $s^{-1}$	141	311	480
Relación másica ácido/aluminio	5	7	9

El tiempo programado de experimentación fue de tres semanas con un total de 31 muestras. Además, se consideró la presencia de un testigo. Los análisis realizados se reportan en la Tabla 21 y el planteamiento de los experimentos en la Tabla 22.

**Tabla 21. Análisis realizados durante el diseño de experimentos 3<sup>3</sup> (Etapa 3).**

Parámetro	Número de ensayos
pH	1 para el testigo y 31 para el sobrenadante
Sólidos totales, % en peso	1 para el testigo
Aluminio total, g/g de ST	1 para el testigo
Aluminio total, mg/L	1 para el testigo y 31 para el sobrenadante
Aluminio total, mg/kg	1 para el testigo y 31 para el sedimento
Hierro, mg/L	1 para el testigo y 31 para el sobrenadante
Calcio, mg/L	1 para el testigo y 31 para el sobrenadante
Magnesio, mg/L	1 para el testigo y 31 para el sobrenadante
Coliformes fecales, NMP/g de sólidos totales	1 para el testigo y 31 para el sedimento

**Tabla 22. Condiciones de operación del diseño de experimentos 3<sup>3</sup> (Etapa 3).**

Experimento	Tiempo de contacto min	Gradiente s <sup>-1</sup>	Relación másica g de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /g de Al
1	15	141	5.0
2	15	141	7.0
3	15	141	9.0
4	30	141	5.0
5	30	141	7.0
5'	30	141	7.0
6	30	141	9.0
7	45	141	5.0
8	45	141	7.0
9	45	141	9.0
10	15	311	5.0
11	15	311	7.0
12	15	311	9.0
13	30	311	5.0
14	30	311	7.0
14'	30	311	7.0
15	30	311	9.0
16	45	311	5.0
17	45	311	7.0
18	45	311	9.0
19	15	480	5.0
20	15	480	7.0
21	15	480	9.0
22	30	480	5.0
23	30	480	7.0
23'	30	480	7.0
24	30	480	9.0
24'	30	480	9.0
25	45	480	5.0
26	45	480	7.0
27	45	480	9.0

<sup>1</sup> Repeticiones

Las pruebas fueron realizadas con un litro de lodo crudo, tratado de acuerdo con el diseño de experimentos elaborado. Al concluir el período de mezclado, a la muestra, previa homogenización, le fue retirado un volumen de 200 mL para analizar el contenido de coliformes fecales y huevos de helmintos. Los 800 mL restantes fueron

centrifugados durante 3 minutos a 3000 rpm. El sobrenadante y el sedimento fueron analizados y se determinó la concentración de aluminio en ambas fases, y la concentración de calcio, de hierro y de magnesio en el sobrenadante.

#### 6.4. Otros factores (Etapa 4)

Como resultado del diseño de experimentos se determinó la posible existencia de otros factores que influirían en la extracción. Para investigarlos se analizó la importancia de la concentración de los sólidos totales y de la intensidad de agitación. En el primer caso se manejaron concentraciones de ST de 3, 5 y 7% y, para lograrlas, se diluyó el lodo con agua del afluente de la planta.

En cuanto a la intensidad de mezclado se emplearon dos tipos de agitadores: el primero plano de tipo “paleta” utilizado en el equipo de prueba de jarras, y el segundo de “hélice” con 3 aspas. Con el agitador tipo “paleta” se utilizaron velocidades de agitación de 200, 400, 600 y 800 rpm, en tanto que con el tipo “hélice” fueron de 600, 800, 1200 y 1500; la concentración del ácido sulfúrico fue de 5% en volumen y el tiempo de contacto de 30 minutos, en todos los casos. En total se realizaron 20 ensayos en tres series (Tabla 23).

**Tabla 23. Condiciones de operación para determinar la influencia de otros factores en la extracción (Etapa 4).**

Sólidos totales (% en peso)	rpm		Relación g de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> / de g Al	Análisis efectuado		Número de Ensayos
	Paleta	Hélice		Lodo crudo	Sobrenadante	
6.70	200, 400, 600, 800	600, 800, 1200, 1500	3.4	Aluminio total	Aluminio total, pH	8
4.93	200, 400, 600, 800	600, 800, 1200, 1500	10	Aluminio total	Aluminio total, pH	8
2.94	200, 400, 600, 800	600, 800, 1200, 1500	13.7	Aluminio total	Aluminio total, pH	4

En la Tabla 24 se presentan las técnicas analíticas usadas durante las etapas ya descritas.

**Tabla 24. Técnicas analíticas empleadas en las etapas 1, 2, 3 y 4.**

Parámetro	Etapas	Método analítico
Por ciento de sólidos totales	1, 2, 3 y 4	Método 2540 G.* Sólidos totales en muestras sólidas y semisólidas
Aluminio	1, 2, 3 y 4	Absorción atómica. Métodos de digestión por horno de microondas SW 846-3015 y SW 846-3051**
Coliformes totales	1 y 2	Método 9221.* Técnica del número más probable
Huevos de helmintos	1 y 2	NOM-001-ECOL96 Técnica para la determinación y cuantificación de huevos de helminto

\*APHA, AWWA, WEF, 1995.

\*\*CEM, 1991; EPA 2000.

## 6.5. Concentraciones de fondo (Etapa 5)

Para determinar la existencia de concentraciones de fondo se estudió la disolución del hidróxido de aluminio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) de lodos fisicoquímicos preparados en el laboratorio a partir de agua residual de la Ciudad de México obtenida del Emisor Central.

En una tolva de fondo cónico de 1250 L con agua residual se agregaron 59 mg/L de sulfato de aluminio anhidro en condiciones de mezcla rápida durante 30 segundos, posteriormente se agregó 1 mg/L de floculante en condiciones de mezcla lenta (cinco minutos). Concluidas las etapas de coagulación-floculación se permitió la sedimentación de los lodos por una hora, después de la cual se retiró la mayor cantidad posible de lodo de la tolva.



El lodo obtenido fue acidificado a diferentes valores de pH (1.5, 2.0, 2.5) con ácido sulfúrico 1N, por 15 minutos en jarras de 1 L por triplicado. A continuación, una porción de cada jarra fue centrifugada por diez minutos a 3500 rpm; posteriormente el sobrenadante centrifugado fue filtrado a través de una membrana de 0.45  $\mu\text{m}$  y analizado sin digestión por absorción atómica para determinar  $\text{Al}^{3+}$  soluble (aluminio soluble, según el método 3000 (APHA, AWWA, WEF, 1995)).

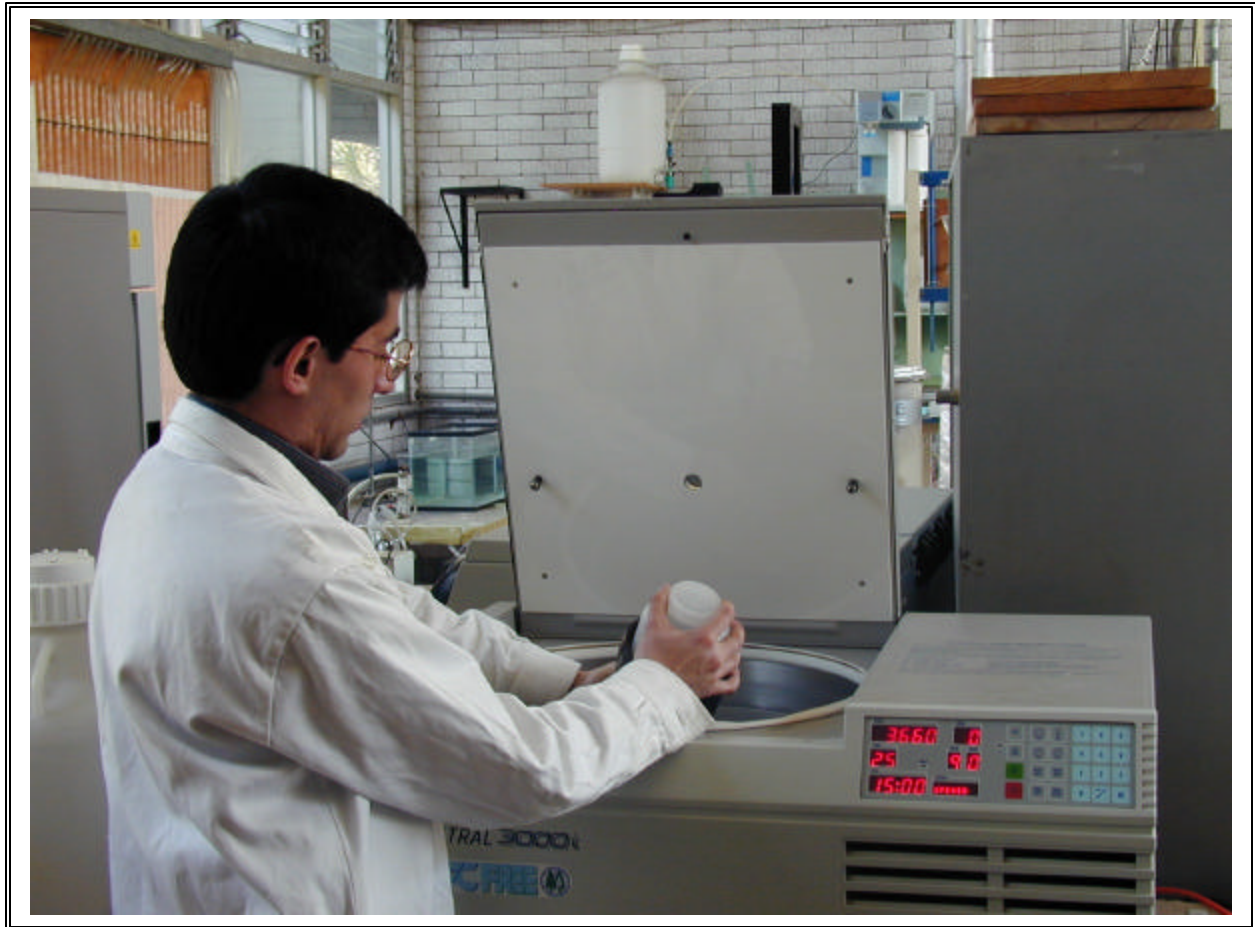
En las muestras de agua residual cruda, lodo crudo y efluente se analizaron tanto la parte soluble del  $\text{Al}^{3+}$  (filtración de la muestra a 0.45  $\mu\text{m}$  sin digestión) como el  $\text{Al}^{3+}$  total (con digestión de la muestra por horno de microondas, método SW 846-3051 (CEM, 1991; EPA, 2000)).

## **6.6. Reciclado del aluminio recuperado a diferentes pH (Etapa 6)**

Con la finalidad de evaluar el desempeño como coagulante del aluminio recuperado a diferentes valores de pH, en la tolva de fondo cónico se trataron 1200 L de agua residual, agregando 61.5 mg/L de sulfato de aluminio anhidro en condiciones de mezcla rápida durante 30 segundos, posteriormente 1 mg/L de floculante en condiciones de mezcla lenta (cinco minutos) (Chávez y Jiménez, 2000). Concluida la etapa de coagulación-floculación se permitió la sedimentación de los lodos por una hora, después de la cual se retiró la mayor cantidad posible de lodo de la tolva.

El lodo obtenido fue acidificado hasta valores de pH de 2.0, 3.0 y 4.0 por triplicado con ácido sulfúrico 1N, durante 15 minutos. Los volúmenes utilizados para cada experiencia se muestran en la Tabla 25. A continuación el contenido de la jarra fue centrifugado por diez minutos a 3500 rpm (en la Figura 18 se muestra una foto de la centrífuga utilizada); posteriormente el sobrenadante centrifugado fue filtrado a través de una membrana de

0.45  $\mu\text{m}$  y analizado por absorción atómica para determinar  $\text{Al}^{3+}$  sin digestión. Concluido el análisis de metales se volvió a registrar el pH de cada muestra.



**Figura 18. Centrifuga Sanyo, modelo MSE Mistral 3000i.**

**Tabla 25. Volúmenes de lodo utilizados en la extracción de aluminio para reciclado (Etapa 6).**

pH de la prueba	Volumen (mL)
2.0	1, 800
3.0	1, 900
4.0	1, 900

El aluminio recuperado por este método fue reutilizado en pruebas de coagulación utilizando agua de la Planta de Tratamiento de SPA, simultáneamente se realizó la misma prueba con sulfato de aluminio grado reactivo. Se agregaron 7.8 mg/L de  $\text{Al}^{3+}$

(50 mg/L de sulfato de aluminio anhidro) en forma de aluminio recuperado o de sulfato de aluminio grado reactivo, según el caso. Las condiciones de agitación fueron 300 rpm para la mezcla rápida durante 30 s y, 84 rpm durante 5 minutos para la mezcla lenta. Los análisis efectuados al agua residual cruda y al agua tratada se muestran en la Tabla 26, mientras que en la Figura 19 se aprecia una foto del equipo de jarras utilizado.

**Tabla 26. Técnicas analíticas empleadas durante la Etapa 6.**

Parámetro	Método analítico	Tipo de muestras analizado
Aluminio soluble	Método 3000.* Metales. Absorción atómica	Sobrenadante del lodo centrifugado
Conductividad	Método 2510.* Conductividad	Agua cruda y tratada
pH	Método 4500-H <sup>+</sup> .* Valor de pH	Agua cruda, tratada y lodo generado
Turbiedad	Método 2130.* Turbiedad	Agua cruda y tratada
Sólidos suspendidos totales	Método 2540 D.* Sólidos suspendidos totales secados a 103-105 °C	Agua cruda y tratada
Por ciento de sólidos totales	Método 2540 G.* Sólidos totales en muestras sólidas y semisólidas	Lodos generados

\*APHA, AWWA, WEF, 1995.

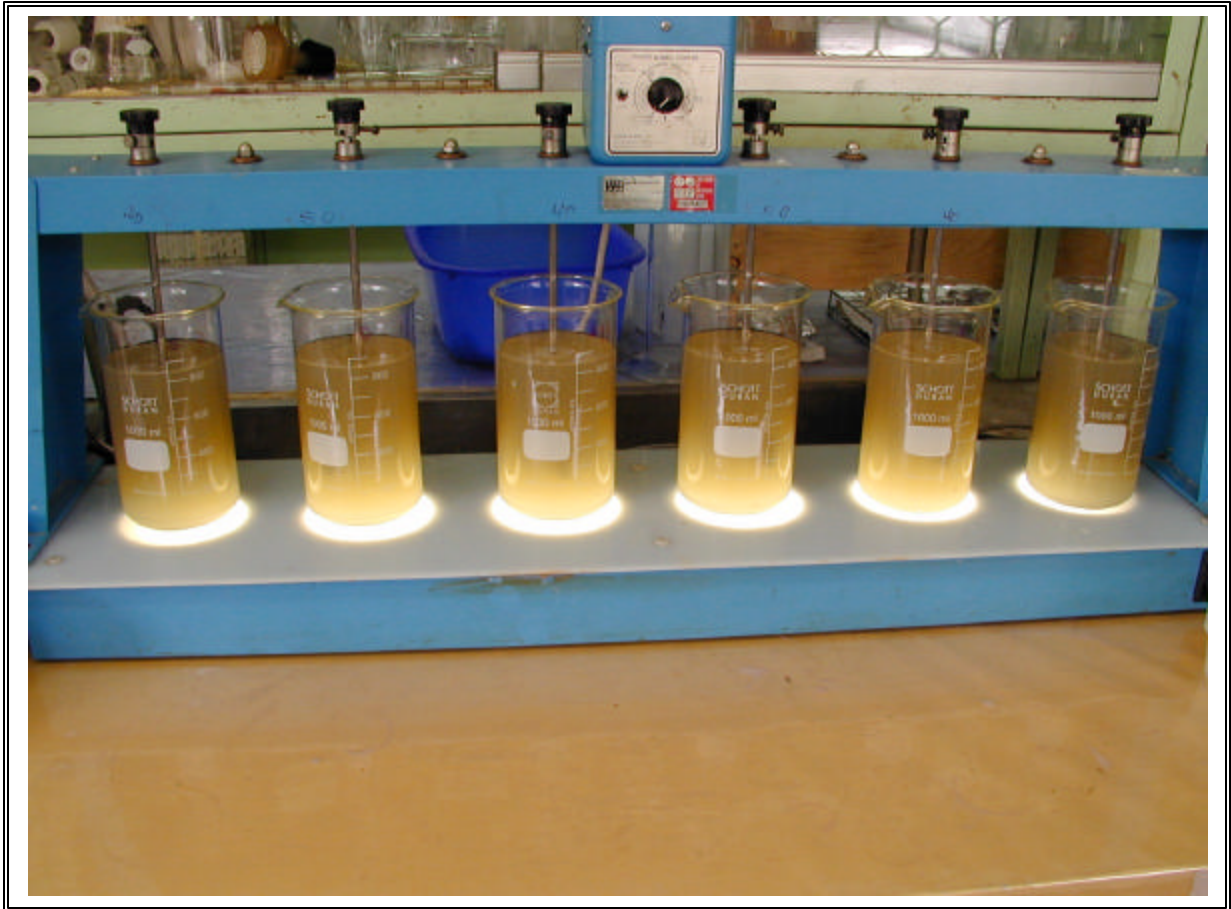


Figura 19. Equipo de jarras Phipps & Bird, modelo 7790-400.

## 6.7. Extracción del aluminio a diferentes concentraciones de ST (Etapa 7)

Como resultado de la investigación de otros factores adicionales al diseño de experimentos se determinó precisar la influencia de la concentración de ST en la extracción del aluminio. Un volumen de 8L de lodo de la planta de SPA fue concentrado por centrifugación a 3660 rpm durante 20 min hasta obtener una concentración de 6.9% de ST. A partir de esta concentración de ST se obtuvieron concentraciones de lodo de

5.8 y 4.1% al diluir el lodo con agua destilada. Una concentración adicional de 1.6% de ST se obtuvo al diluir el lodo sin centrifugar con agua destilada.

Las muestras de lodo a diferentes concentraciones de ST fueron aciduladas en jarras de un litro por 15 minutos, por triplicado. Posteriormente, el lodo fue centrifugado por 20 minutos a 3660 rpm y filtrado a través de una membrana de 0.45 µm para ser analizado por absorción atómica para Al<sup>3+</sup> sin digestión (parte soluble) y los metales que se muestran en la Tabla 27.

**Tabla 27. Metales analizados durante la etapa 7.**

Metal	Método
Arsénico total	Métodos 3500-As*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Cadmio total	Método 3500-Cd*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Cromo total	Método 3500-Cr*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Plomo total	Método 3500-Pb*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Níquel total	Método 3500-Ni*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Zinc total	Método 3500-Zn*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Hierro total	Método 3500-Fe*, SW 846**. Metales. Absorción atómica
Calcio total	Método 3500-Ca*, SW 846**. Metales. Absorción atómica

\*APHA, AWWA, WEF, 1995. \*\*CEM, 1991; EPA 2000.

## 6.8. Extracciones sucesivas de Al<sup>3+</sup> (Etapa 8)

Para determinar la eficiencia en la extracción de aluminio con ácido sulfúrico se realizaron extracciones sucesivas a partir de la misma matriz y así determinar la cantidad de aluminio remanente en el lodo.

Se utilizó lodo de la Planta de Tratamiento de SPA, el cual fue acidificado por 15 minutos por triplicado con ácido hasta un pH de 2.0 en jarras de 1 L, posteriormente se centrifugó por 20 minutos a 3660 rpm, se filtró el sobrenadante a través de una membrana de 0.45  $\mu\text{m}$  y se analizó por absorción atómica para  $\text{Al}^{3+}$  sin digestión. Al sedimento del centrifugado se le resuspendió en agua destilada a pH de 2.0 y se repitió el procedimiento cuatro veces más. Adicionalmente, se realizó la prueba de resistencia específica a la filtración para determinar las condiciones de desaguado del lodo.

### **6.9. Impacto del reciclado del $\text{Al}^{3+}$ recuperado (Etapa 9)**

Con la finalidad de evaluar el impacto del aluminio al reusarlo como coagulante se caracterizó agua residual de SPA en lo referente a los parámetros que se muestran en la Tabla 28, posteriormente a 10L de agua se les agregó una dosis de 50 mg/L de sulfato de aluminio como sal anhidra y 1 mg/L de polímero aniónico Prosifloc A-252 de alto peso molecular. Las condiciones de agitación de las pruebas de jarras fueron 300 rpm para la mezcla rápida durante 30 s, 84 rpm durante 5 minutos para la mezcla lenta y 10 minutos de tiempo de sedimentación (Chávez y Jiménez, 2000). Al final de la prueba se caracterizó el sobrenadante con los parámetros mostrados en la Tabla 29. El lodo obtenido fue acidificado con ácido sulfúrico a pH de 2.0 y centrifugado a 3660 rpm durante 15 minutos, posteriormente se determinó el volumen del sobrenadante recuperado.

Para reusar el sobrenadante obtenido como coagulante se consideró con base en los resultados de la etapa anterior, que la eficiencia de recuperación fue del 70%, en consecuencia, el volumen de sobrenadante fue dosificado proporcionalmente al agua residual de la planta de SPA, a la vez que el 30% de sulfato de aluminio faltante por cada litro de agua tratada fue compensado con sulfato de aluminio grado reactivo.

**Tabla 28. Caracterización del afluente de la Planta de SPA (Etapa 9).**

Parámetro	Método
Demanda química de oxígeno	Método 8000.* Demanda química de oxígeno
Fósforo total	Método 4500-P.** Fósforo total
Metales	Métodos 3500-As, 3500-Cd, 3500-Cr, 3500-Pb, 3500-Hg, 3500-Ni, 3500-Zn**, SW 846*** Metales. Absorción atómica
Nitrógeno total	Método 4500-N.** Nitrógeno
Sólidos suspendidos totales	Método 2540 D.** Sólidos suspendidos totales secados a 103-105 °C
Turbiedad	Método 2130.** Turbiedad

\*HACH, 1996.

\*\*APHA, AWWA, WEF, 1995.

\*\*CEM, 1991; EPA 2000.

**Tabla 29. Caracterización del efluente y de los lodos (Etapa 9).**

Parámetro	Método
Demanda química de oxígeno	Método 5220.* Demanda química de oxígeno
Fósforo total	Método 4500-P.** Fósforo total
Metales	Métodos 3500-As, 3500-Cd, 3500-Cr, 3500-Pb, 3500-Hg, 3500-Ni, 3500-Zn**, SW 846*** Metales. Absorción atómica
Nitrógeno total	Método 4500-N.** Nitrógeno total
Sólidos suspendidos totales	Método 2540 D.** Sólidos suspendidos totales secados a 103-105 °C
Turbiedad	Método 2130.** Turbiedad

\*HACH, 1996.

\*\*APHA, AWWA, WEF, 1995.

\*\*CEM, 1991; EPA 2000.

## 6.10. Materiales y equipos

Los equipos y materiales utilizados durante todas las etapas del estudio se enlistan en la Tabla 30.

**Tabla 30. Materiales y equipos utilizados.**

Material	Marca o modelo
Ácido sulfúrico	J. T. Baker, 9681-02
Balanza analítica	Mettler AE240
Bomba centrífuga	1.5 HP
Bomba de vacío	Gast, modelo DOA P104 AA
Centrífuga	Sanyo, modelo MSE Mistral 3000i
Conductímetro	YSI, modelo 33
Contador de partículas	Coulter Counter, modelo 230L
Cristalería de laboratorio	
Electrodo para pH	Instrulab, modelo 5732511
Equipo de absorción atómica	Perkin Elmer, modelo 1100B
Horno de microondas	CEM-MDS 2000
Equipo para prueba de jarras	Phipps & Bird, modelo 7790-400.
Espectrofotómetro lectura directa	HACH, modelo DR/200
Estufa	MAPSA, modelo HDP-867
Medidor de pH	Cole Palmer, modelo 5943-00
Medidor de pH	Orion, modelo No. 520 A
Membranas	Milipore, HAWP04700 de 0.45 $\mu\text{m}$
Mufla	Felisa, modelo 350 D
Mufla	Lindberg, modelo 51848
Prefiltros	Milipore, AP4004705
Soluciones amortiguadoras de pH 4.0 y 7.0	Sigma
Sulfato de aluminio 18·H <sub>2</sub> O	J. T. Baker, 0564-01



## 7. Resultados y discusión

### 7.1. Caracterización de los lodos empleados

Los resultados de la caracterización de los lodos se reportan en la Tabla 31, y son un promedio de las características de los lodos de la planta de SPA empleados durante todo el proyecto.

**Tabla 31. Caracterización de los lodos utilizados (Etapa 1).**

Parámetro	Número de datos	Valor promedio	Desviación estándar
Sólidos Totales (% en peso)	24	6	1
Aluminio total en el lodo crudo (mg/g ST)	17	40	16
Coliformes fecales (NMP/g de ST) en el lodo crudo*	9	$10^7$	10
Huevos de helmintos en el lodo crudo (HH/g de ST)	9	106	55

\* Promedio y desviación estándar geométricos.

La concentración promedio de sólidos totales de los lodos es de  $6 \pm 1$  por ciento en peso, concentración típica para este tipo de lodos pues está en el intervalo de 4.0 a 10.0 % en peso (Metcalf & Eddy, Inc., 1991).

La concentración promedio de aluminio fue de  $40 \pm 16$  mg/g. Es importante destacar que esta cantidad no necesariamente corresponde al aluminio proveniente del sulfato de aluminio añadido. Por ejemplo, Umita *et al.*, (1999) reportaron una concentración de

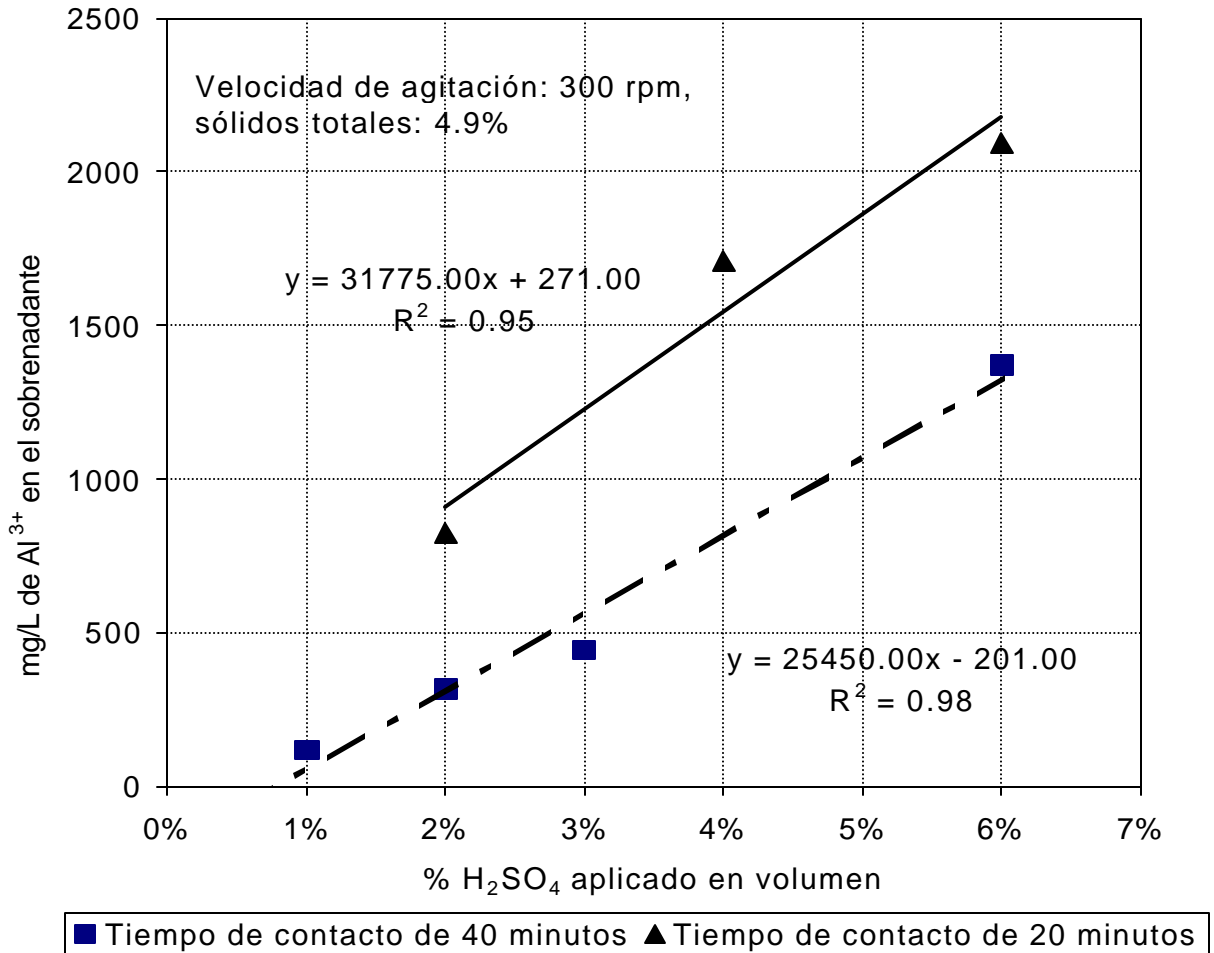
26.3 y 19.7 mg/g en lodos generados durante un proceso convencional de lodos activados, sin adición de sulfato de aluminio, lo cual indica que el efluente de una planta de tratamiento puede contener cantidades apreciables de alúmina u otra forma de aluminio insoluble. Esta situación afecta la cuantificación del sulfato de aluminio realmente utilizado en un proceso a partir de los lodos generados.

La cantidad de coliformes fecales fue de  $10^6$  a  $10^7$  NMP/g ST, que es cercana a la típica de un lodo generado en México ( $1 \times 10^7$  a  $1 \times 10^{12}$  NMP/g de ST), y el contenido de huevos de helmintos estuvo dentro del intervalo típico de 59 a 94 HH/g de ST (Barrios *et al.*, 2000/b).

## **7.2. Extracción preliminar del aluminio (Etapa 2)**

### **7.2.1. Efecto del tiempo de contacto**

En la Figura 20 se reporta la concentración de aluminio extraído con tiempos de contacto de 20 y 40 minutos, contra la cantidad de ácido sulfúrico utilizado; con una velocidad de agitación de 300 rpm y un contenido de sólidos de 4.9%. Con el tiempo de contacto de 20 minutos se lograron extracciones 16% superiores respecto a la línea de tendencia del tiempo de contacto de 40 minutos.



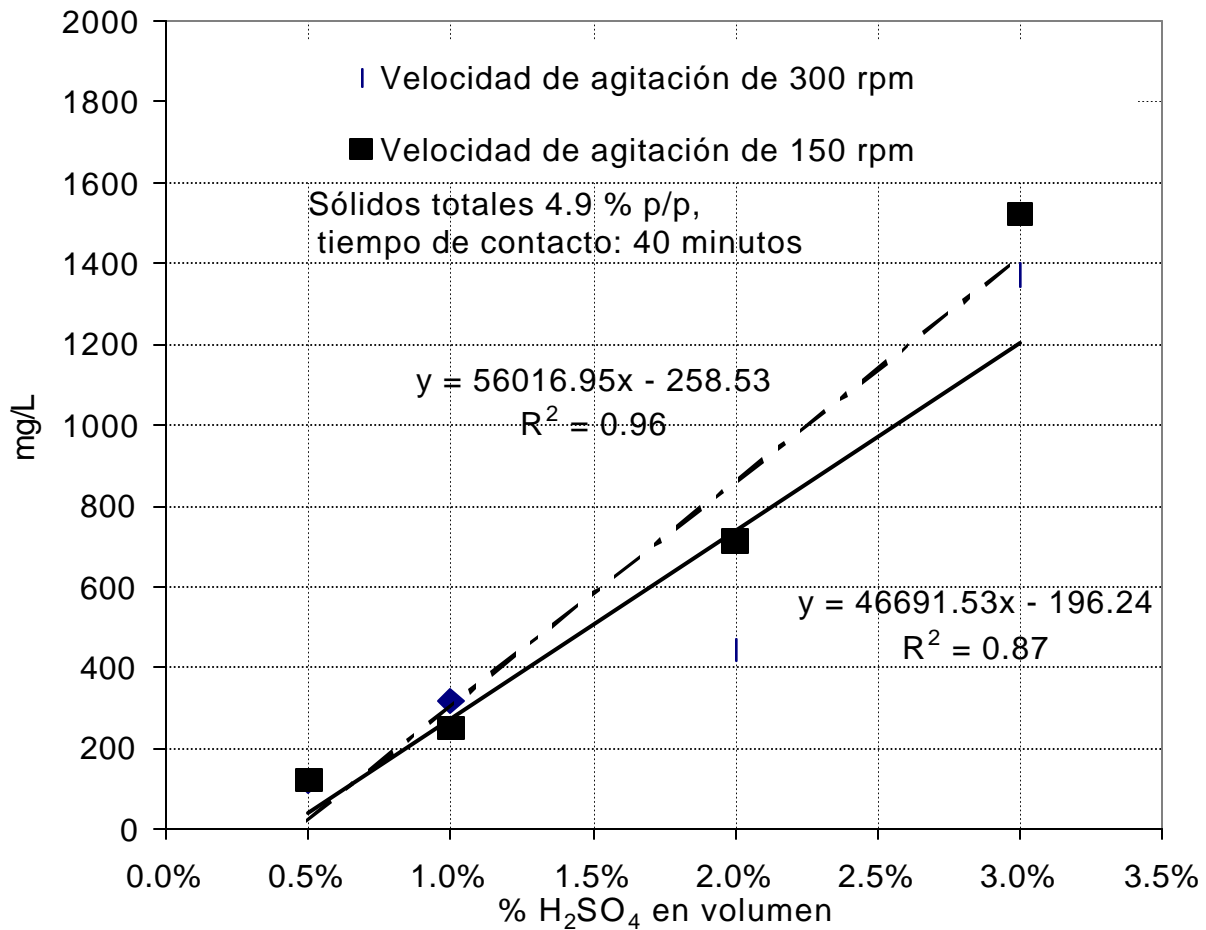
**Figura 20. Aluminio extraído a tiempos de contacto de 20 y 40 minutos (Etapa 2).**

La máxima concentración de Al<sup>3+</sup> alcanzada fue de 2095 mg/L con el tiempo de contacto de 20 minutos, la cual está muy cercana a la reportada por Cornwell y Zoltek, (1977) de 2100 mg/L obtenida a partir de lodos generados en la eliminación de fósforo de un efluente secundario. Ambos valores fueron conseguidos con un valor de pH cercano a 2.

### 7.2.2. Efecto de la agitación

La Figura 21 describe la extracción lograda al utilizar velocidades de agitación de 150 y 300 rpm, y un tiempo de contacto de 40 minutos con distintas cantidades de ácido. Por

lo que respecta a las curvas de ajuste de cada velocidad es posible apreciar una tendencia a separarse una de la otra al aumentar la cantidad de ácido añadido. La pendiente de la curva de tendencia (56017) para la velocidad de 150 rpm, fue mayor que la de la curva de 300 rpm (46692). En general las extracciones logradas fueron muy similares destacándose ligeramente la velocidad de 150 rpm sobre la de 300 rpm (de un 11 a un 18%).



**Figura 21. Aluminio extraído con velocidades de 150 y 300 rpm (Etapa 2).**

Las curvas de tendencia de las extracciones logradas con las velocidades de 150 y 300 rpm tienen una diferencia máxima entre ellas de 20%, tal diferencia se acrecenta

conforme se aumenta la cantidad de ácido. En general con la velocidad de 150 rpm se consiguieron mejores extracciones que con la de 300 rpm.

### **7.2.3. Efecto de la cantidad de ácido**

La Figura 22 representa el comportamiento de la extracción de aluminio con respecto a la cantidad de aluminio añadido con un tiempo de contacto de 20 minutos y una velocidad de agitación de 300 rpm. La menor extracción de aluminio se obtuvo a una concentración de 824 mg/L al dosificar ácido al 2% en volumen, mientras que la máxima concentración fue de 2095 mg/L lograda con una concentración de ácido del 6%, a un pH de 2.05, sin embargo la concentración de extracción bajó hasta 1345 mg/L al usar el ácido a 10%, mientras que con una concentración de ácido de 20% la extracción volvió a subir hasta 1608 mg/L. Por lo que la cantidad de aluminio que se recupera fue afectada por la cantidad de ácido que se utilizó, ya que al usar la concentración de 6% de ácido la cantidad de aluminio recuperada fue 2.5 veces mayor que la alcanzada con la concentración de 2%.

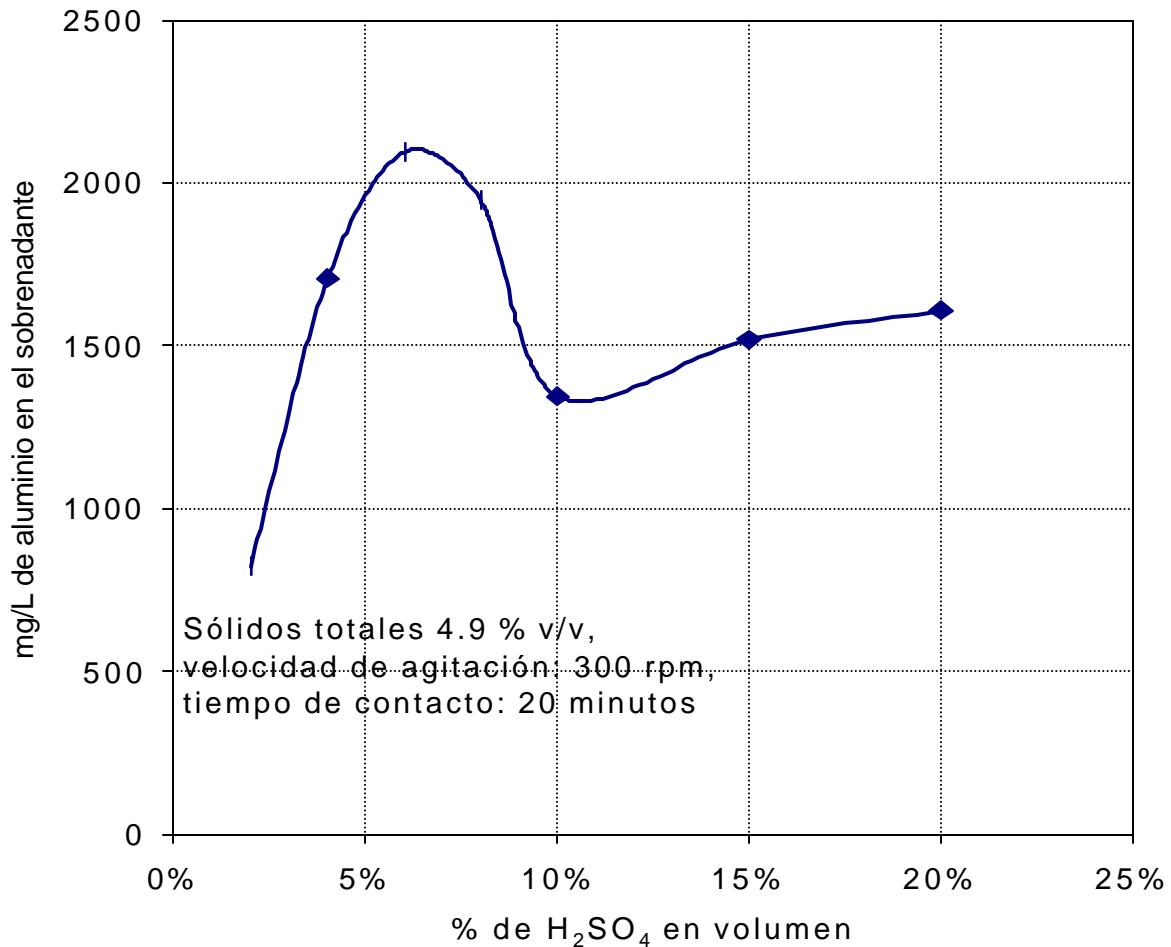


Figura 22. Aluminio extraído con respecto a la cantidad de ácido (Etapa 2).

#### 7.2.4. Estabilización ácida del lodo

Al utilizar 100 mL de ácido sulfúrico en una concentración de 10% v/v se alcanzaron eficiencias de destrucción de coliformes fecales de tres unidades logarítmicas.

En el caso de los huevos de helmintos se consiguió disminuir los porcentajes de viabilidad hasta un  $44\% \pm 10$  y alcanzar una destrucción de huevos de helmintos de hasta el 82%.

Durante estos primeros ensayos la velocidad de agitación demostró una escasa influencia en la eficiencia de eliminación de coliformes fecales. La máxima eliminación de huevos de helmintos de 79% se logró con la velocidad de 150 rpm, adicionalmente el 55% de ellos fue viable. En la Tabla 32 se presenta el resumen de las experiencias realizadas.

**Tabla 32. Resultados de la estabilización del lodo con ácido sulfúrico (Etapa 2).**

Muestra de lodo	Concentración del ácido (% en volumen)	Agitación rpm	Tiempo de agitación (min)	pH final	Helmintos (HH/g ST)	Viabilidad (%)	Log coliformes fecales (NMP/g de ST)
Lodo crudo					127	100	6.86
Tratado	10%	300	20 min	1.6	23	30	< 3.00
Lodo crudo					148	100	6.66
Tratado	0.5%	150	40 min	4.1	78	46	5.97
Tratado	0.5%	300	40 min	3.8	32	55	6.63

Al utilizar ácido sulfúrico en una concentración de 10% en volumen se logró alcanzar la densidad de menos de 1000 NMP de coliformes fecales por gramo de sólidos totales, necesaria para considerar los lodos tratados como biosólidos de clase A, sin embargo el contenido de menos de un huevo de helminto por 4 gramos de sólidos totales no se obtuvo, por lo que el biosólido producido resultó de clase B (densidad de coliformes fecales inferior a  $2 \times 10^6$  (NMP o UFC) por gramo de sólidos totales en base seca (EPAb, 1994).

Al usar una cantidad de 0.5% en volumen de ácido sulfúrico la calidad microbiológica del lodo generado está muy cercana a la necesaria para ser considerado biosólido clase B.

## 7.3. Resultados de experimentos de la etapa 3

### 7.3.1. Análisis estadístico

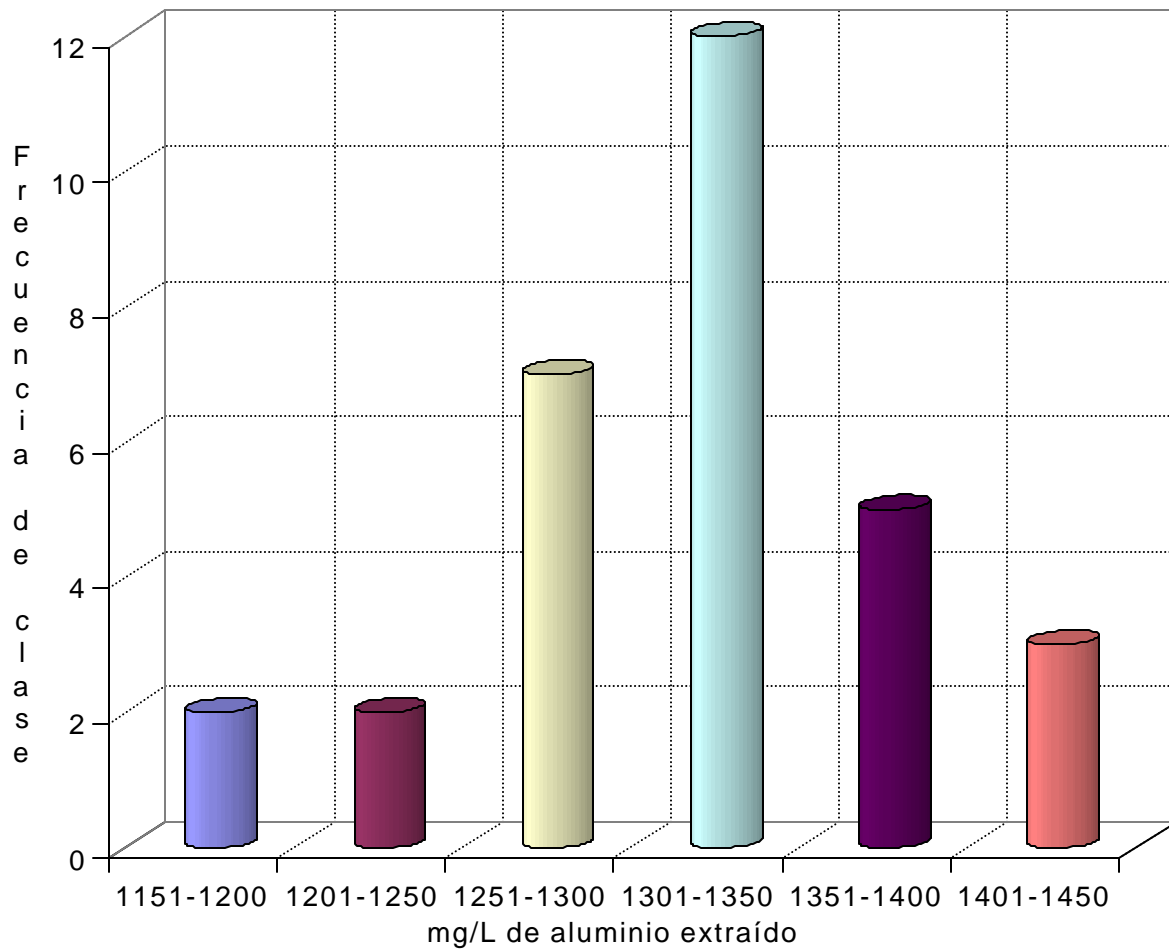
#### 7.3.1.1. Análisis estadístico de datos no agrupados

El análisis estadístico de los datos no agrupados indica que el promedio en la extracción de aluminio fue de  $1312 \pm 65$  mg/L con una mediana de 1313 mg/L, lo que indica que ambas medidas de tendencia pueden ser utilizadas para describir el conjunto de datos. Las concentraciones de aluminio en mg/L extraídas durante esta etapa se presentan en la Figura 23 agrupadas en seis intervalos de clase (Tabla 33). La clase modal, de 1301 a 1350 mg/L, tuvo 12 eventos, es decir el 39% de los datos se concentran en ella.

**Tabla 33. Intervalos de clase: extracción de aluminio (Etapa 3).**

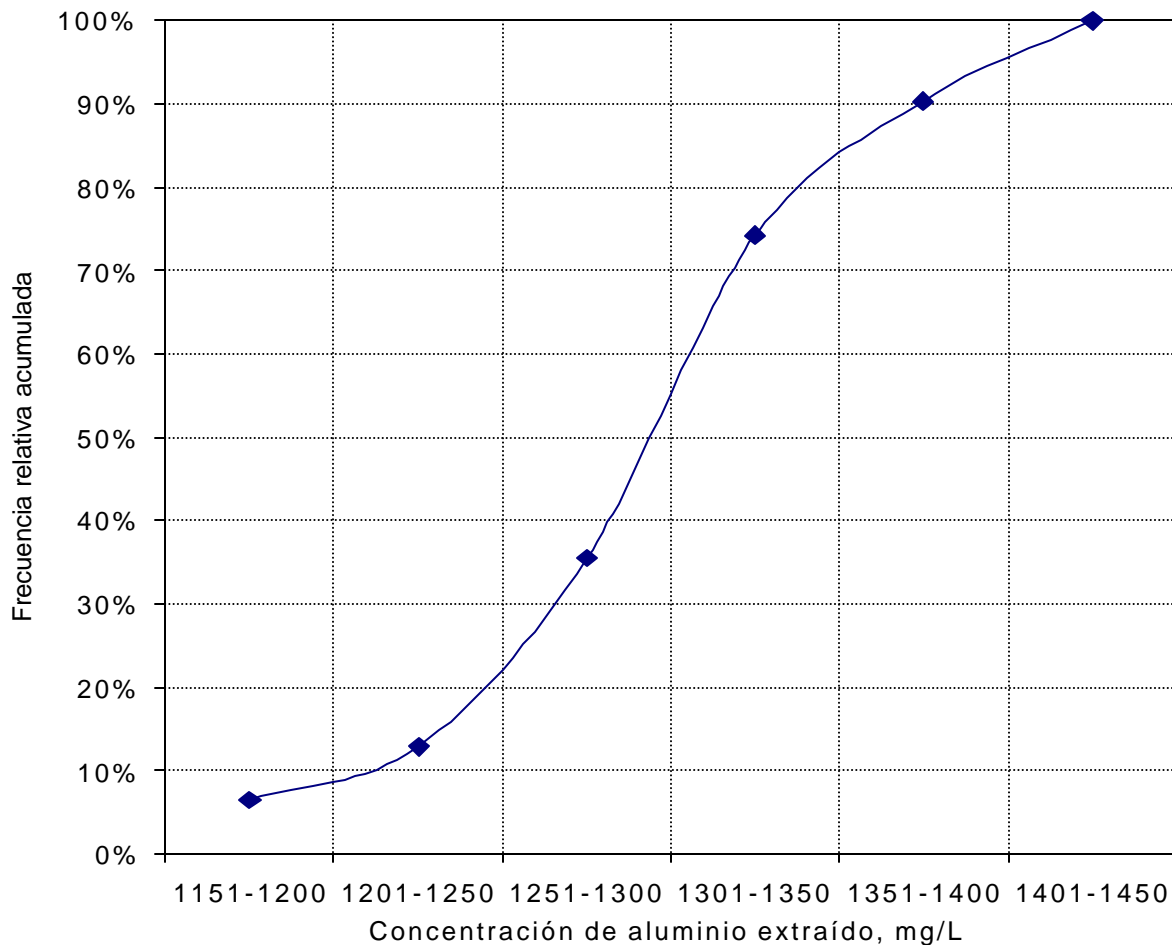
Intervalos de clase
1151-1200
1201-1250
1251-1300
1301-1350
1351-1400
1401-1450





**Figura 23. Frecuencia de clase en la extracción de aluminio (Etapa 3).**

La gráfica de la frecuencia relativa acumulada se presenta en la Figura 24 en la cual, hasta la clase modal, están incluidos el 75% de los datos.



**Figura 24. Frecuencia relativa acumulada de extracción (Etapa 3).**

### 7.3.1.2. Análisis del modelo $3^3$ con una sola réplica

Para realizar el análisis de los resultados se utilizó el método propuesto por Daniel en 1959 por el cual se grafican los contrastes de los efectos en papel de probabilidad normal. Los efectos que son despreciables se distribuyen normalmente, con media cero y variancia  $\sigma^2$ , y tienden a ubicarse a lo largo de una línea recta en esta gráfica, mientras que los efectos significativos tendrán medias distintas a cero y no se ubicarán cerca de la línea recta (Montgomery, 1991). En la Tabla 34 se muestra el diseño de

Yates para estimar los contrastes entre las diferentes fuentes de variación del experimento. Para identificar los distintos niveles de los factores en cada tratamiento se asignó el 0 para el nivel más bajo, 1 para el nivel medio y 2 para el nivel alto. En la columna respuesta se presenta la concentración del aluminio en el sobrenadante en mg/L, las columnas (1) y (2) son parte del proceso para el cálculo de la columna (3) que muestra los totales de cada contraste y en la columna efecto se presentan las diferentes interacciones de los efectos, (donde A es el tiempo de contacto, B corresponde al gradiente de agitación y C a la relación másica), en cada tratamiento (el subíndice L corresponde al nivel 1 del factor y el subíndice Q al nivel 2).

En la Figura 25 se muestra la gráfica de probabilidad normal de los contrastes ordenados. La mayoría de los puntos de la gráfica están razonablemente cerca de la línea de tendencia (que tuvo un ajuste de 0.96), con excepción de los correspondientes a los tratamientos  $ABC_{Q^*Q^*L}$  y  $C_L$ . Los efectos principales brindan poca información, por lo que la interacción  $ABC_{Q^*Q^*L}$  ofrece la mejor información.

**Tabla 34. Diseño de Yates para estimar los contrastes entre los tratamientos.**

Fuente de variación	Respuesta	(1) sumas	(2) sumas	(3) Contrastes	Efecto
000	1248	3916	12075	35283	-
100	1347	4007	11838	381	A <sub>L</sub>
200	1321	4152	11370	-417	A <sub>Q</sub>
010	1344	3952	79	575	B <sub>L</sub>
110	1257	3903	96	22	AB <sub>L</sub> *L
210	1406	3983	206	-298	AB <sub>Q</sub> *L
020	1385	3649	-51	261	B <sub>Q</sub>
120	1438	3764	-414	-306	AB <sub>L</sub> *Q
220	1329	3957	48	-690	AB <sub>Q</sub> *Q
001	1275	73	236	-705	C <sub>L</sub>
101	1373	62	31	127	AC <sub>L</sub> *L
201	1304	-56	308	99	AC <sub>Q</sub> *L
011	1278	29	-129	72	BC <sub>L</sub> *L
111	1313	34	4	276	ABC <sub>L</sub> *L*L
211	1312	33	147	-180	ABC <sub>Q</sub> *L*L
021	1276	-37	-37	24	BC <sub>Q</sub> *L
121	1398	133	-44	-86	ABC <sub>L</sub> *Q*L
221	1309	110	-217	1134	ABC <sub>Q</sub> *Q*L
002	1266	-125	54	-231	C <sub>Q</sub>
102	1154	236	129	93	AC <sub>L</sub> *Q
202	1229	-162	78	825	AC <sub>Q</sub> *Q
012	1170	-167	-107	482	BC <sub>L</sub> *Q
112	1291	-36	-6	10	ABC <sub>L</sub> *L*Q
212	1303	-211	-193	-166	ABC <sub>Q</sub> *L*Q
022	1259	187	-759	-126	BC <sub>Q</sub> *Q
122	1329	-109	-306	-288	ABC <sub>L</sub> *Q*Q
222	1369	-30	375	228	ABC <sub>Q</sub> *Q*Q

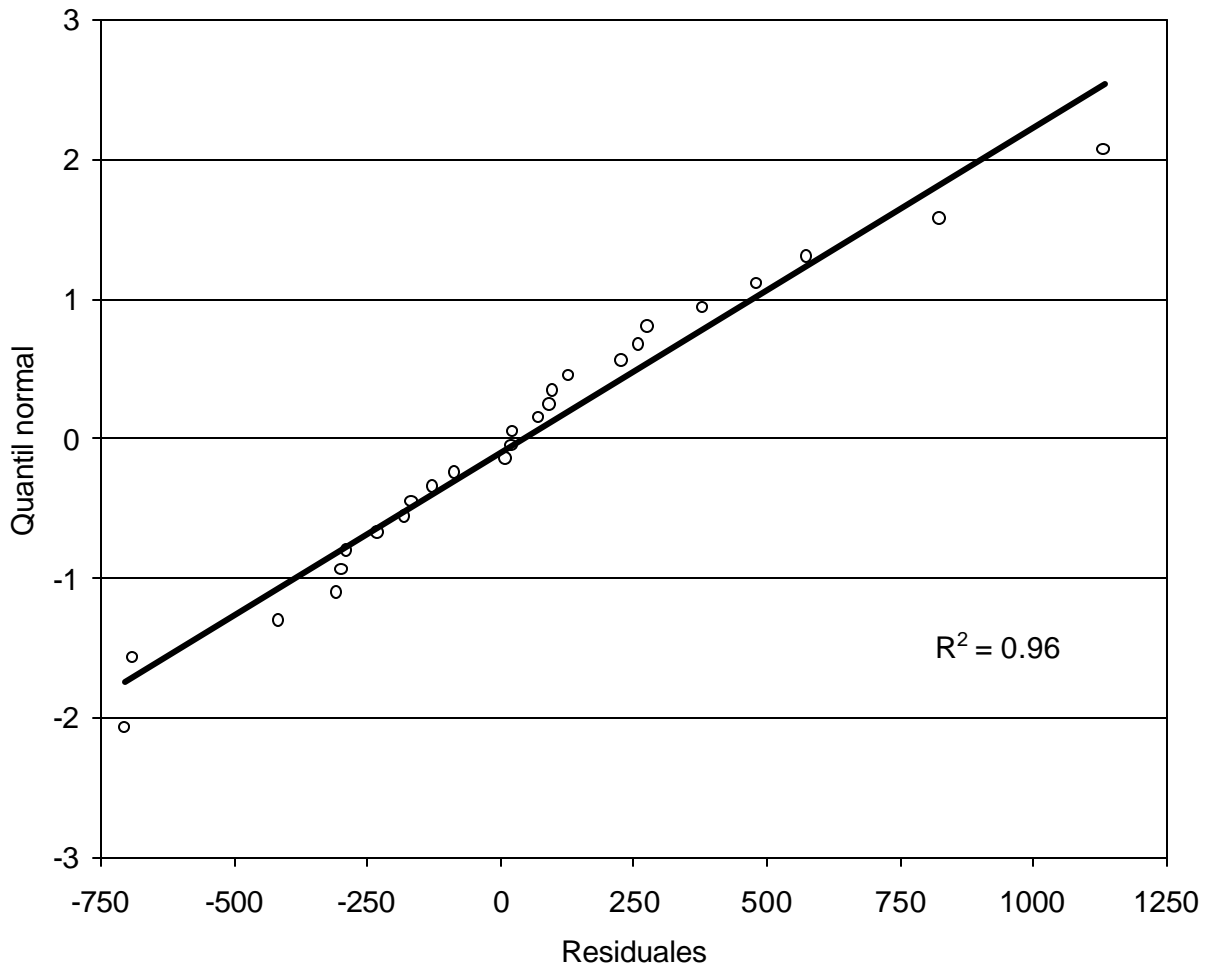
A: tiempo de contacto

B: gradiente de agitación

C: relación másica

L : nivel 1 del factor

Q: nivel 2 del factor



**Figura 25. Gráfica de probabilidad normal de los contrastes ordenados.**

En la Figura 26 se muestra la interacción de los factores ABC al nivel alto de B y en la Figura 27 la misma interacción al nivel bajo de B. El aumento en el nivel del factor C favoreció la extracción, cuando tanto el factor A como el factor B estuvieron en los niveles bajos, y también, el aumento de C con A y B en los niveles altos favoreció la extracción. Es decir, tanto al usar el tratamiento de 15 minutos y  $141 \text{ s}^{-1}$ , como el de 45 minutos y  $480 \text{ s}^{-1}$ , la extracción fue favorecida al aumentar la relación másica, con una diferencia en la respuesta de 8% a favor de los tratamientos de 45 minutos y  $480 \text{ s}^{-1}$ .

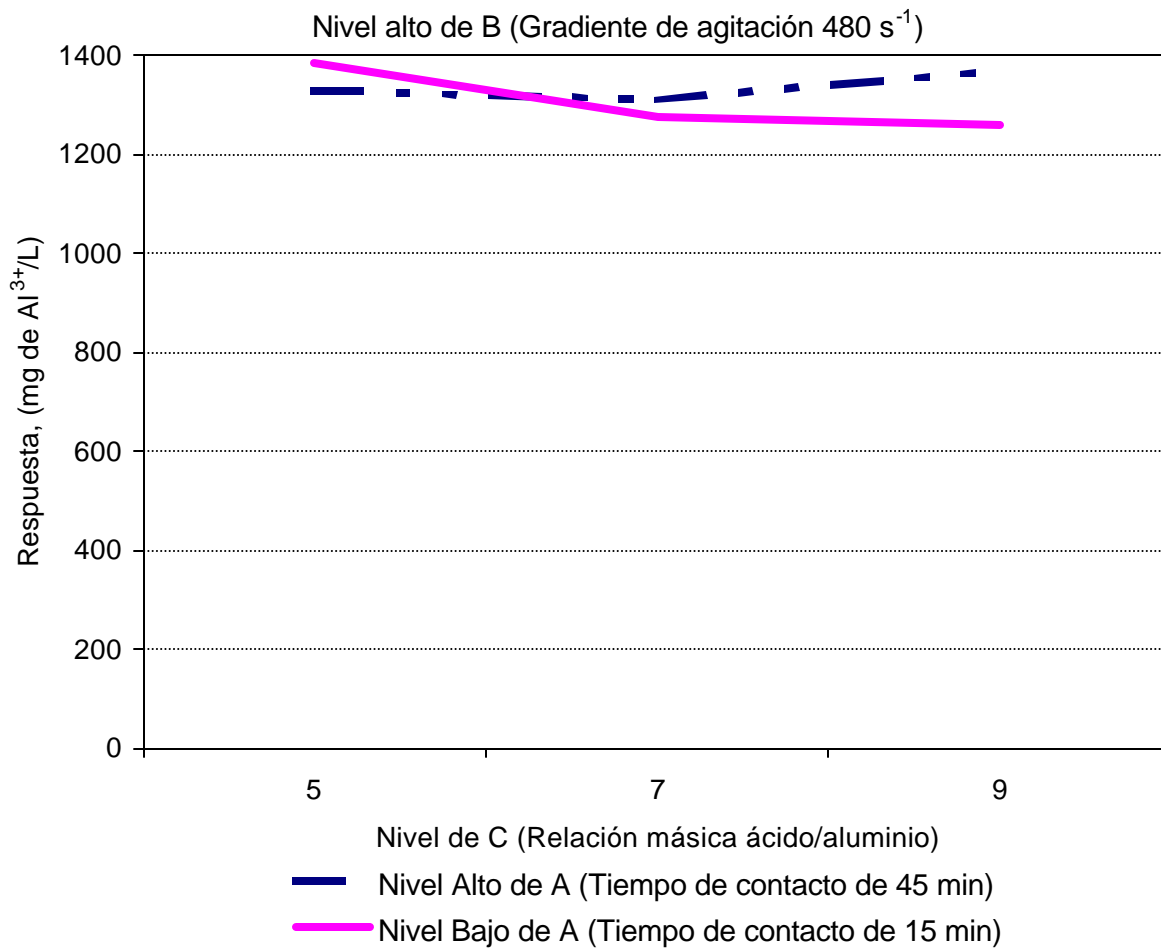
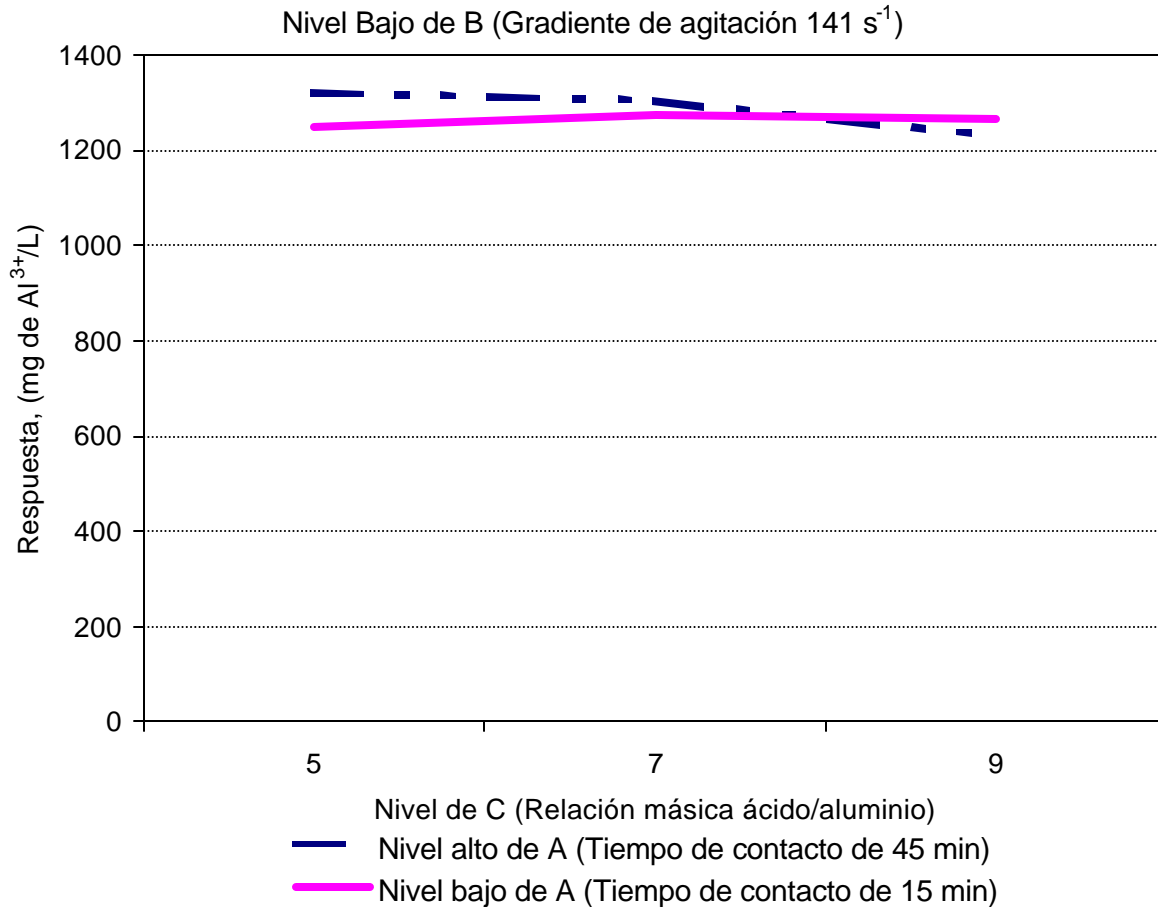


Figura 26. Interacción entre los factores ACB, al nivel alto de B.



**Figura 27. Interacción entre los factores ACB, al nivel bajo de B.**

### 7.3.2. Tiempo de contacto

En la Figura 28 se muestran los resultados de la concentración de aluminio extraído a diferentes tiempos de contacto, en el intervalo estudiado se observó una relación razonablemente lineal entre los datos obtenidos ( $r^2=0.77$ ). Aunque el hecho, es que los promedios son muy similares para todos los tiempos de contacto ( $1278 \pm 60 \text{ mg/L}$  para 15 minutos y  $1320 \pm 48 \text{ mg/L}$  para 45 minutos) y por tanto, el tiempo de extracción de 20 minutos, o menor, es el más recomendable ya que su adopción disminuye el volumen necesario para tratar el lodo sin sacrificar la eficiencia de extracción.

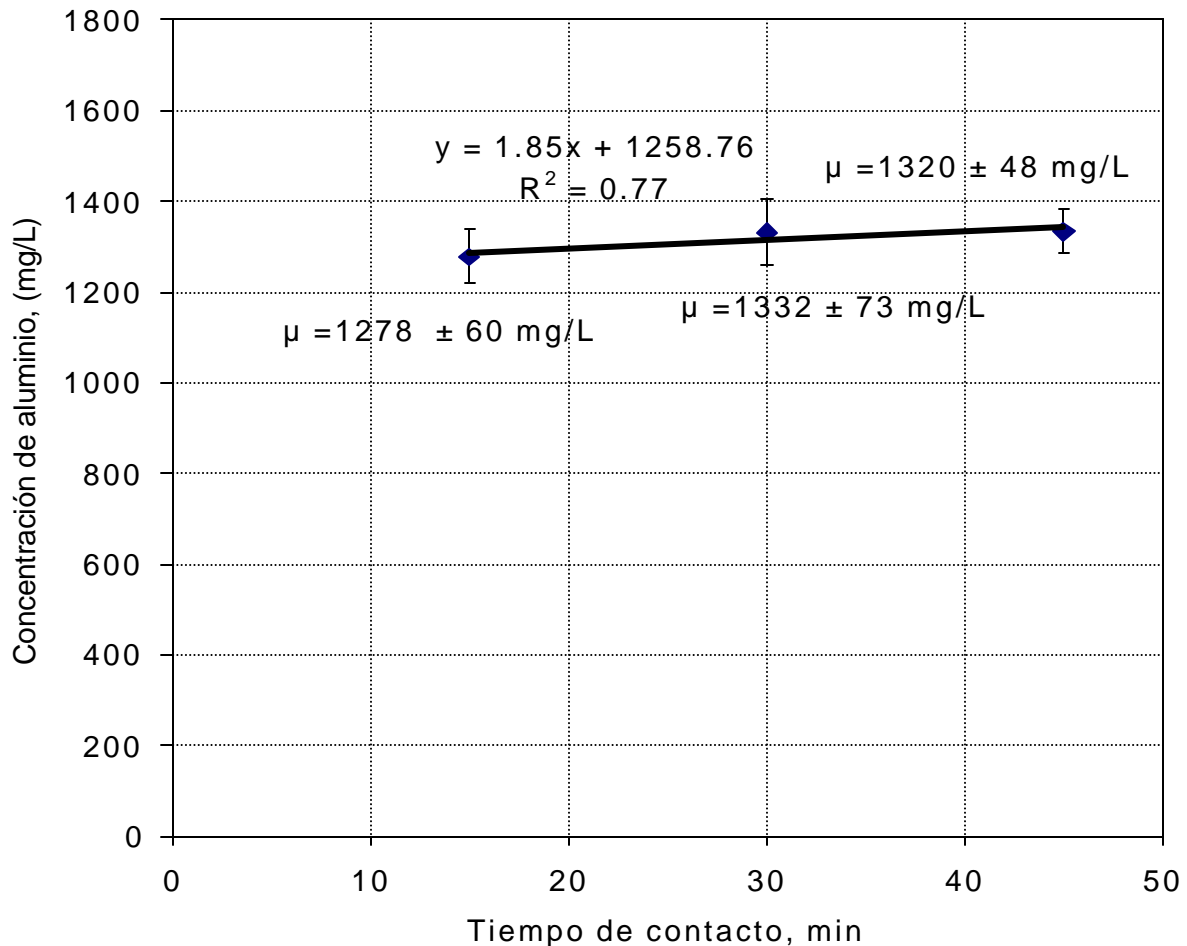


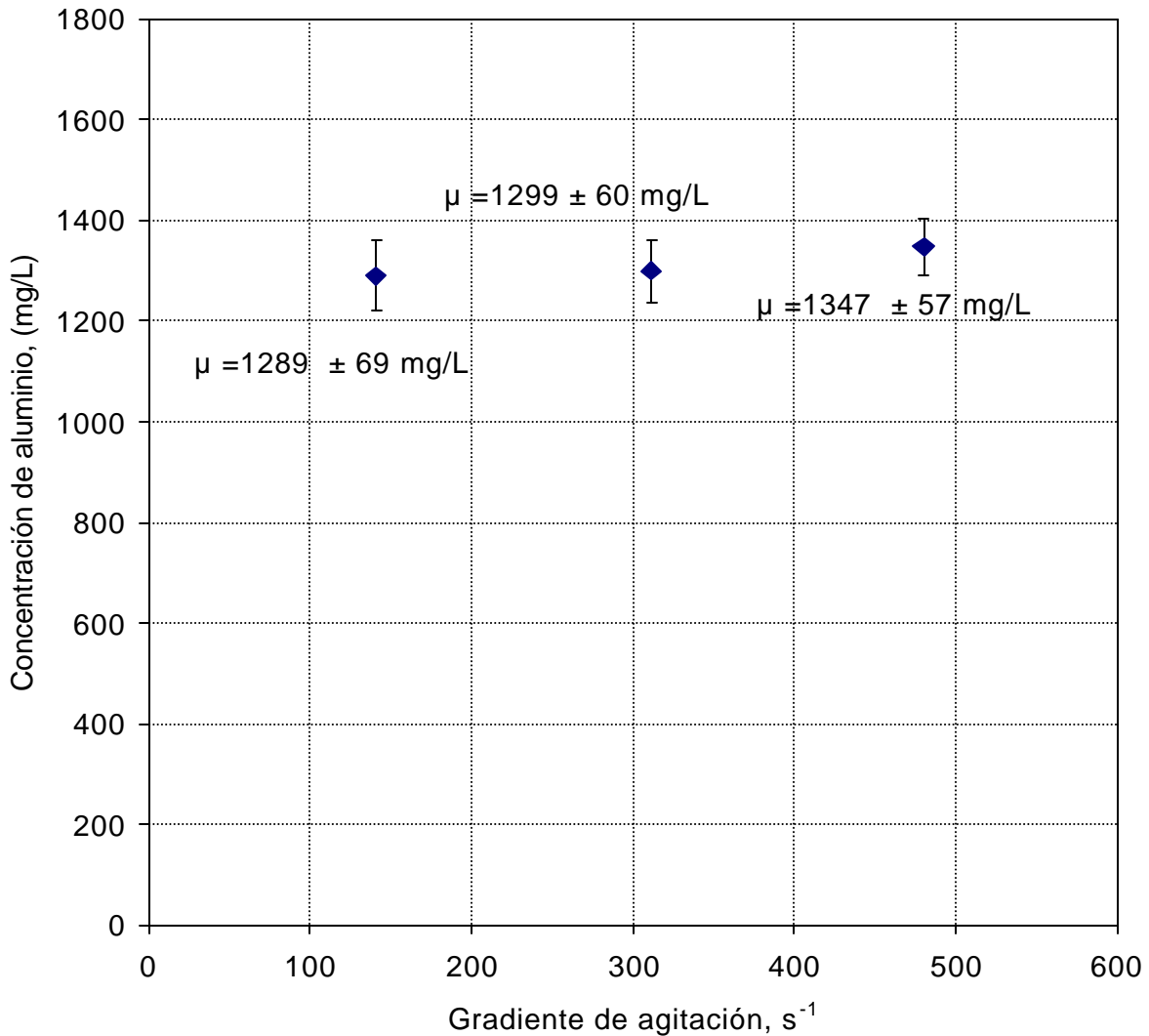
Figura 28. Concentración de  $Al^{3+}$  a diferentes tiempos de contacto (Etapa 3).

### 7.3.3. Gradiente de agitación

En la Figura 29 se reporta la concentración de aluminio extraído con respecto de los gradientes de agitación de 141, 311 y 480  $s^{-1}$ . Se aprecia una tendencia de la concentración del aluminio extraído a incrementar conforme el gradiente de agitación aumenta al pasar de  $1289 \pm 69$  mg/L con el gradiente de 141  $s^{-1}$  a  $1347 \pm 57$  mg/L con el de 480  $s^{-1}$ , que equivale a un 4% de aumento, sin embargo, la potencia suministrada para lograr un gradiente de 480  $s^{-1}$  es claramente mayor que la necesaria para lograr un gradiente de 141  $s^{-1}$ , así en consecuencia el 4% de ganancia en la extracción por



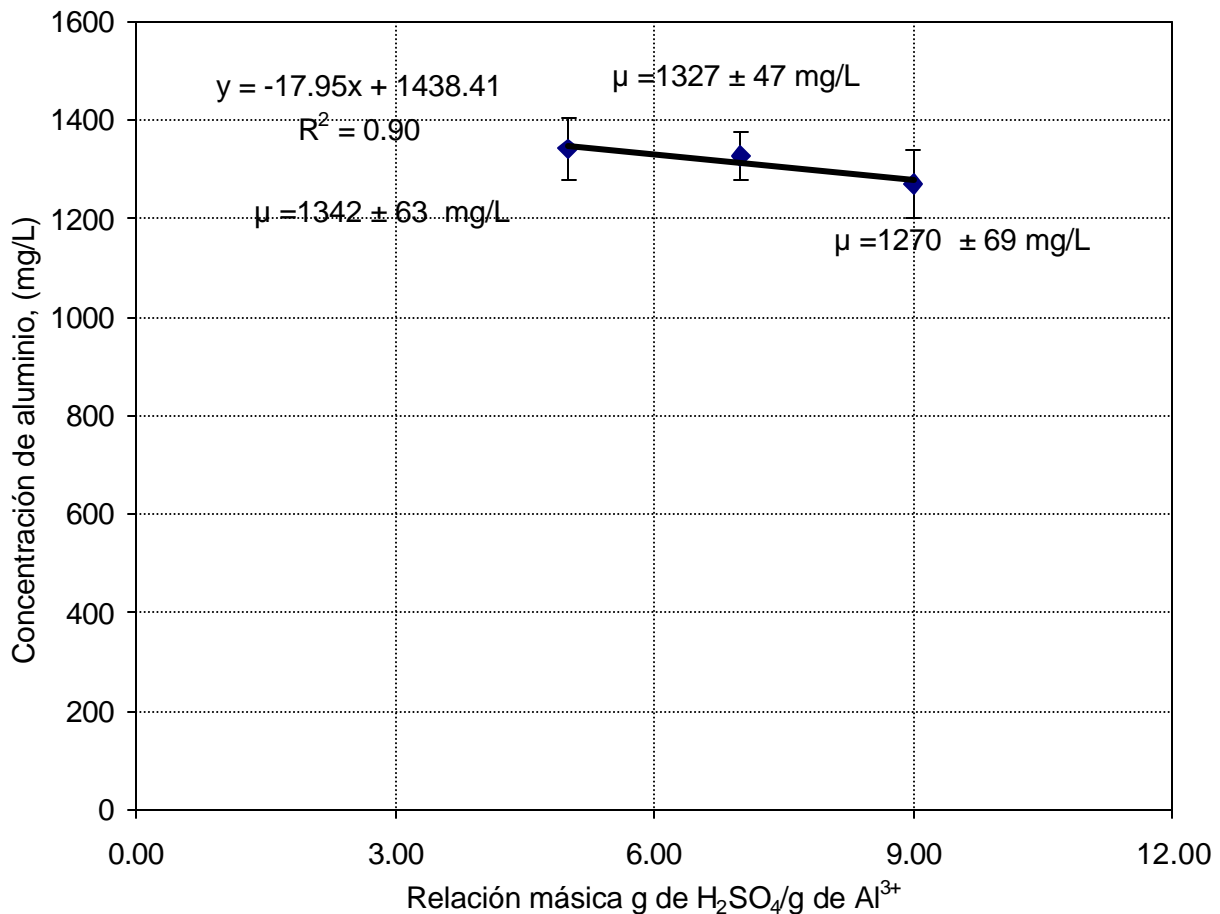
aumentar el gradiente es injustificable desde el punto de vista económico. Es preferible utilizar el gradiente de  $141 \text{ s}^{-1}$ . Al respecto Reynolds y Richards (1996), proponen que la potencia para lograr un gradiente de  $480 \text{ s}^{-1}$  será 13 veces mayor que la necesaria para alcanzar el de  $141 \text{ s}^{-1}$  (Figura 3).



**Figura 29. Concentración de aluminio extraído a diferentes gradientes de agitación (Etapa 3).**

### 7.3.4. Relación másica

En la Figura 30 se reporta la concentración de aluminio extraído a diferentes relaciones másicas de ácido/aluminio (5, 7 y 9 g de ácido/g de Al). Las extracciones alcanzadas no difieren en forma apreciable entre sí y presentan una relación lineal con un coeficiente de correlación de 0.89. La extracción de aluminio con 5 g de ácido/g de Al, fue de  $1342 \pm 63$  mg/L, y con la relación másica de 9 g/g de Al, las concentraciones de extracción descendieron hasta  $1270 \pm 69$  mg/L, que equivale a un 5% de decremento. Así se propone trabajar con relaciones másicas similares a la estequiométrica de 5.44 g de ácido/g de Al, tomando en cuenta que un exceso de ácido no se justificará económicamente.



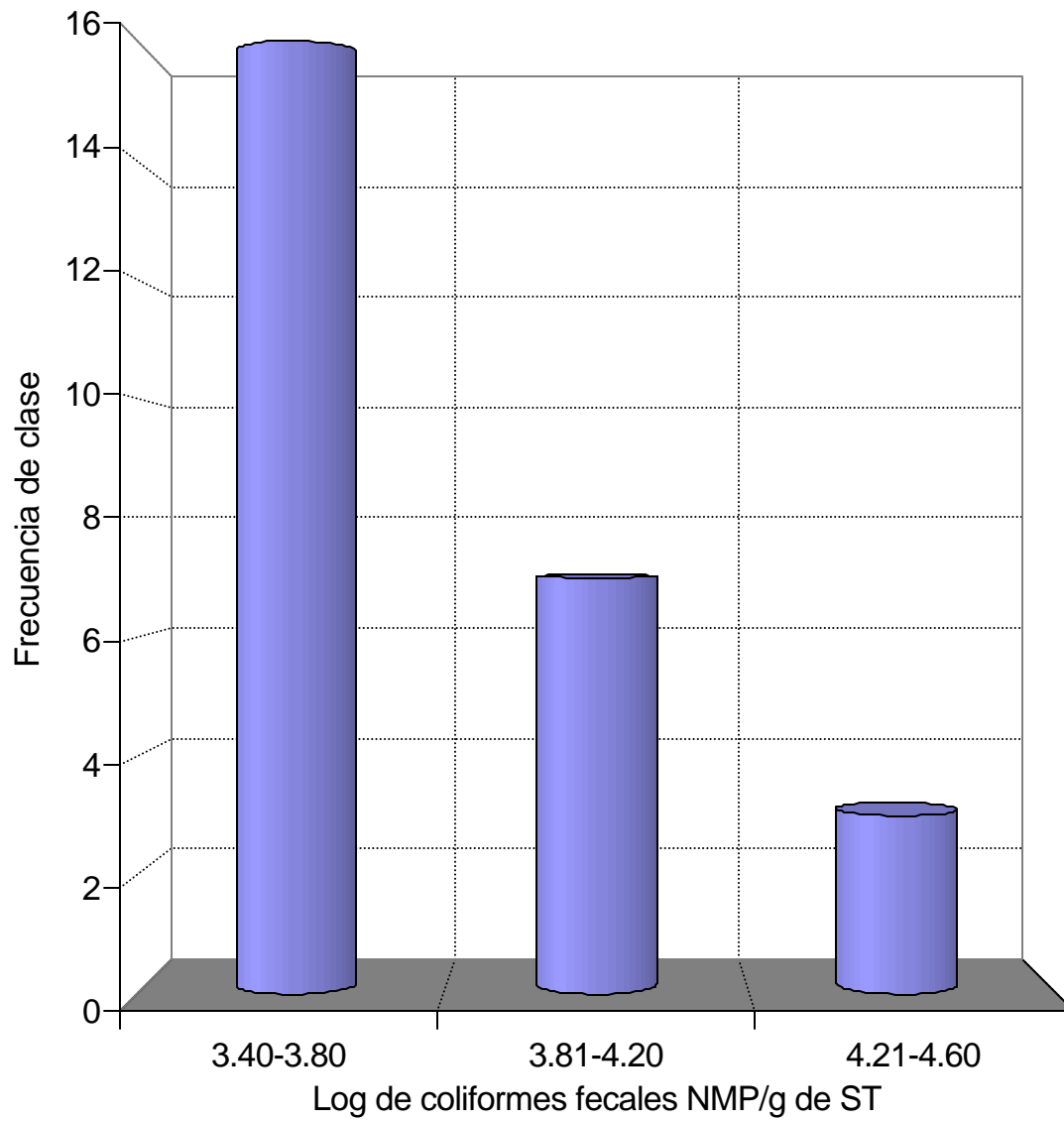
**Figura 30. Concentración de aluminio extraído a diferentes relaciones másicas ácido sulfúrico/aluminio (Etapa 3).**

### 7.3.5. Eliminación de coliformes fecales en función del tiempo de contacto

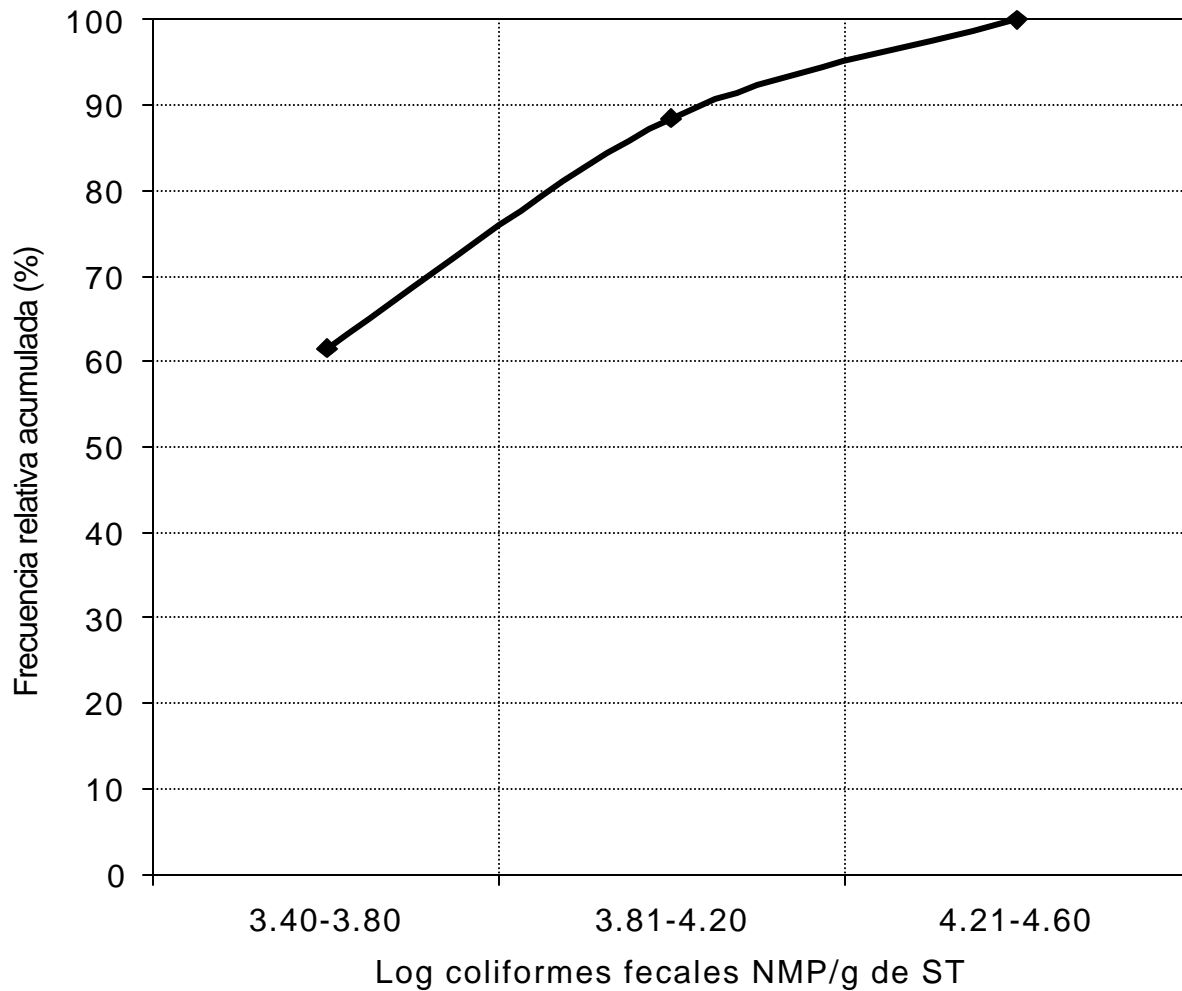
El contenido promedio de coliformes fecales en el lodo acidificado fue de  $3.7 \pm 0.3$  en unidades logarítmicas, con una moda y mediana de 3.5 unidades logarítmicas. En la Figura 31 se han agrupado los datos en intervalos de clase, (reportados en la Tabla 35) en función del log de coliformes fecales NMP/g de ST, y en la Figura 32 se aprecia como en el intervalo de clase de 3.41 a 3.60 se concentró el 62% de los datos. En la totalidad de los ensayos se logró una eficiencia de eliminación de tres unidades logarítmicas.

**Tabla 35. Intervalos de clase en la eliminación de coliformes fecales (Etapa 3).**

Intervalos de clase (unidades logarítmicas)
3.41-3.60
3.61-3.80
3.81-4.00
4.01-4.20
4.21-4.40



**Figura 31. Frecuencia de clase en la eliminación de coliformes fecales (Etapa 3).**



**Figura 32. Frecuencia relativa acumulada de eliminación de coliformes fecales (Etapa 3).**

La eliminación de coliformes fecales de los lodos, por la adición de ácido sulfúrico, es efectiva para alcanzar la clasificación de biosólido clase B, y se acerca en un log a los requerimientos establecidos para clasificarlos como biosólidos clase A.

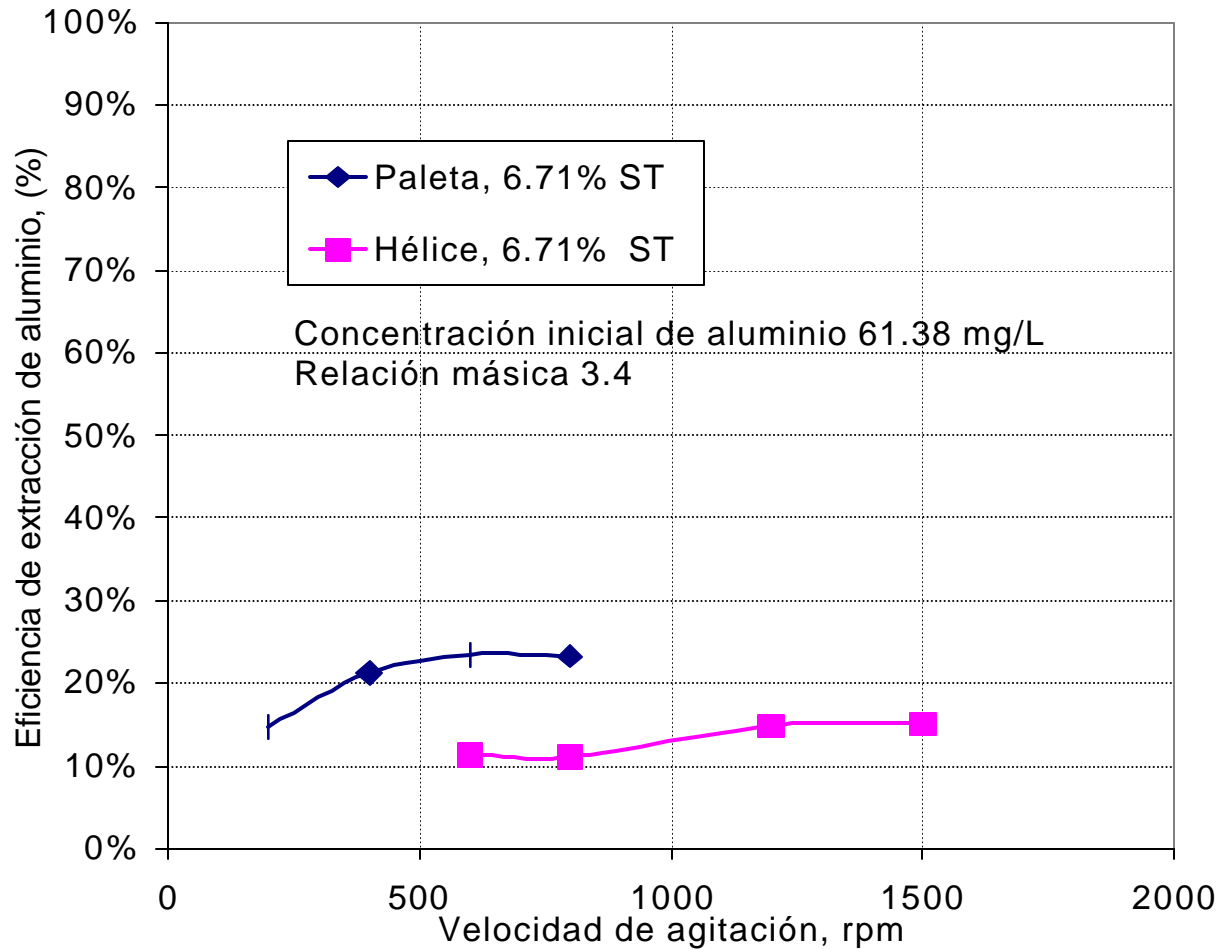
## 7.4. Otros factores (Etapa 4)

Se estudió la posible influencia del tipo de agitador y del contenido de sólidos totales en la extracción del aluminio de los lodos.

Durante esta etapa la concentración del ácido sulfúrico utilizada fue 5% v/v y el tiempo de contacto de 30 minutos.

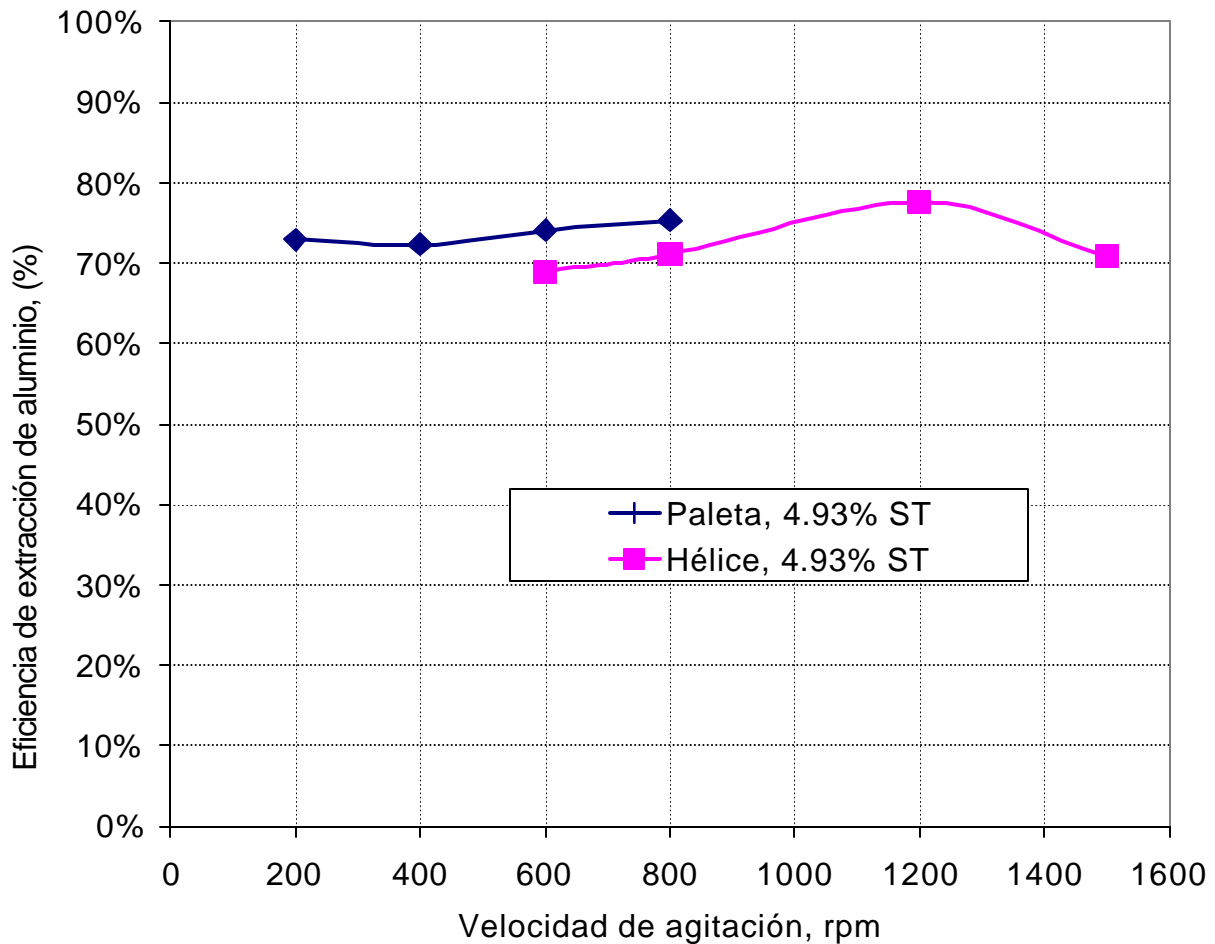
### 7.4.1. Tipo de agitador

En la Figura 33 se reporta la eficiencia de extracción con respecto a la velocidad de agitación, para una concentración de ST de 6.7%, una relación másica de 3.4, y una concentración inicial de aluminio de 61.4 mg/g ST. La eficiencia promedio de extracción fue de  $21 \pm 4.1\%$ , utilizando el agitador de paleta, y  $13 \pm 2.2\%$  con el de hélice. La eficiencia con el agitador de paleta varió del 15%, con una velocidad de 200 rpm, a un 23% con una velocidad de 800 rpm, lo que representa un aumento del 59% en términos de eficiencia y fue logrado con un 300% de aumento en la velocidad de agitación. Con respecto al agitador de hélice la eficiencia varió de un 12 a un 15%, en el intervalo de velocidades de 600 a 1500 rpm, lo que representa un 33% de aumento en la eficiencia con un 250% de incremento en la velocidad de agitación. En consecuencia, el incremento de la eficiencia de extracción no es justificable ante el desmedido aumento en la velocidad de agitación, pues se incrementaría mucho la energía. Y como tipo de agitador el de paleta resulta más adecuado.



**Figura 33. Eficiencia de extracción de aluminio en función de la velocidad de agitación, 6.71% de ST (Etapa 4).**

La Figura 34 reporta la eficiencia de extracción con respecto a la velocidad de agitación, con una concentración de ST de 4.93%, una relación másica de 10, y una concentración inicial de aluminio 20.08 mg/g ST. La eficiencia promedio de extracción fue de  $74 \pm 1.3\%$ , utilizando el agitador de paleta, y  $72 \pm 3.8\%$  con la de hélice. Al disminuir la cantidad de sólidos el aumento en la eficiencia de extracción para el mismo tipo de agitador fue de 3%, por lo que de nueva cuenta el uso de velocidades de agitación altas no fue económicamente recomendable. Por otra parte la diferencia entre los valores de eficiencia alcanzados por cada uno de los tipos de agitador disminuyó a 2%, si se compara con la alcanzada con una cantidad de sólidos de 6.71%.



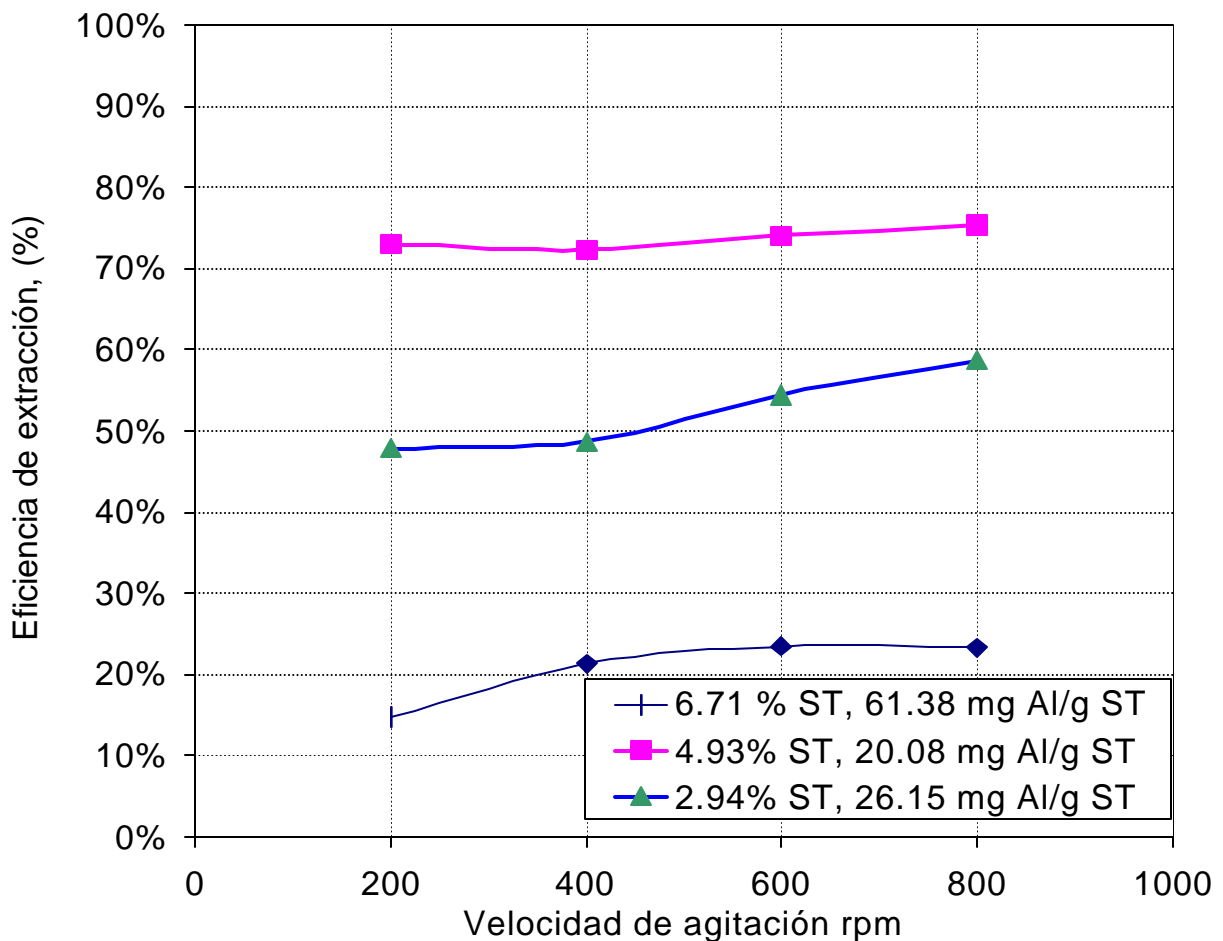
**Figura 34. Eficiencia de extracción de aluminio contra velocidad de agitación, 4.93% de ST (Etapa 4).**

#### 7.4.2. Contenido de sólidos totales

La Figura 35 reporta la eficiencia de extracción con respecto a la velocidad de agitación, para distintas concentraciones de ST (2.94%, 4.93% y 6.71%). Con la concentración de 4.93%, se lograron eficiencias muy superiores (del 69 al 75%) a las alcanzadas con la concentración de sólidos de 6.71% (del 11 al 24%), sin embargo al disminuir la concentración de ST a 2.94% no se alcanzaron niveles mayores de extracción, sino que por el contrario, la eficiencia bajó de nueva cuenta (del 48 al 59%), situación que sugiere la posibilidad de que exista un valor óptimo en la concentración de sólidos que



maximice la extracción. Sin embargo se debe resaltar que la concentración inicial de aluminio no fue la misma para cada una de las tres series de datos, lo cual puede deberse al contenido inherente de aluminio que el agua residual cruda de la Planta aportó al proceso de tratamiento. Por tanto, se considera importante la conveniencia de evaluar las posibles aportaciones de las concentraciones de fondo debidas al aluminio que pueda estar presente en el agua residual.

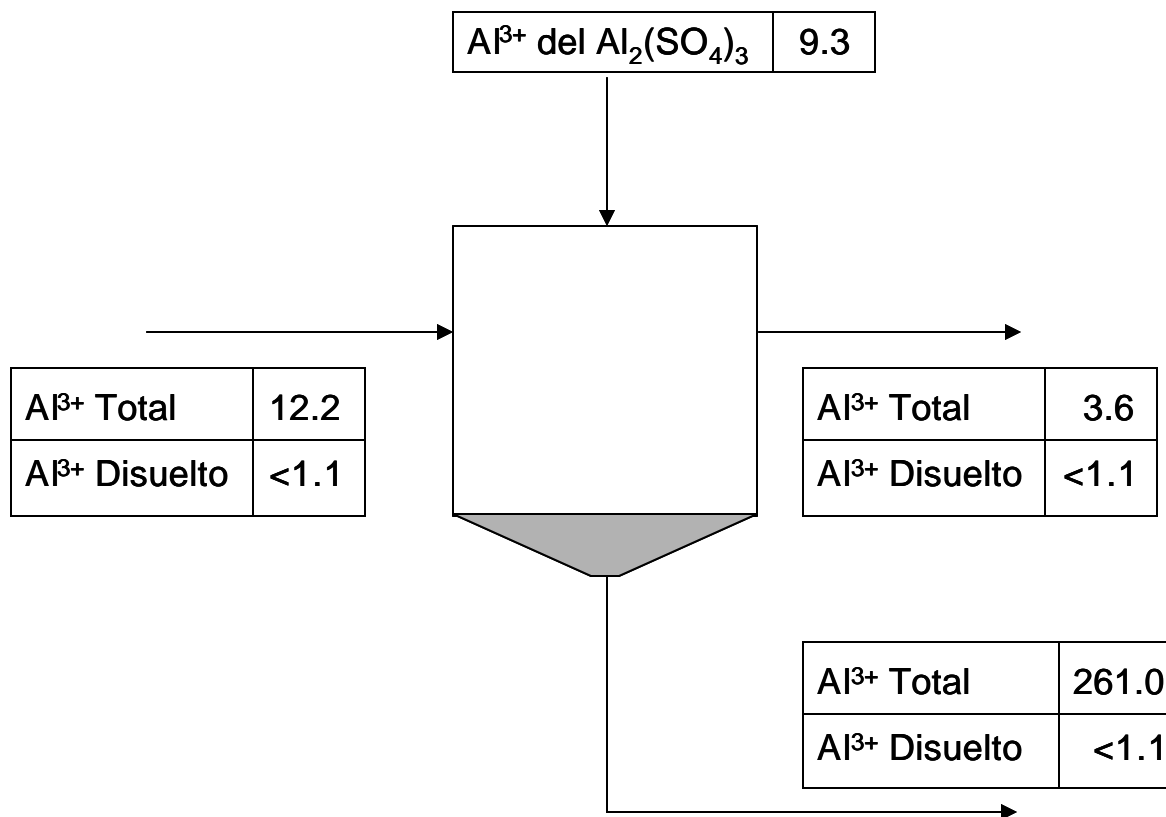


**Figura 35. Eficiencia de extracción de aluminio contra velocidad de agitación, 2.94, 4.93 y 6.71% de ST(Etapa 4).**

## 7.5. Concentraciones de fondo (Etapa 5)

Se obtuvieron 50 L de lodo fisicoquímico con un contenido de 0.5% (peso/peso) de sólidos totales, tal concentración se explica por la deficiente compactación del lodo dentro de la tolva, que también provoca problemas para recuperar la totalidad del lodo producido pues una cantidad apreciable se detiene en las paredes y fondo de la tolva.

El contenido de  $\text{Al}^{3+}$  en el agua residual cruda, en el efluente tratado, en el lodo recuperado y la cantidad adicionada como sulfato de aluminio se presenta en la Figura 36, donde se distingue que el agua residual cruda contenía 12.2 mg/L, el efluente tratado 3.6 mg/L y 261 mg/L el lodo, (medidos todos como  $\text{Al}^{3+}$  total). La cantidad de  $\text{Al}^{3+}$  disuelto en todas las corrientes analizadas fue inferior al límite de detección (1 mg/L), por tanto la naturaleza del aluminio total puede atribuirse de manera única a la parte suspendida y no a la soluble. Es importante destacar que la cantidad de  $\text{Al}^{3+}$  agregada como sulfato de aluminio fue de 9.3 mg/L y si se supone que todo el aluminio agregado precipita en el lodo se tiene que el 48% del aluminio en él debe su origen al aluminio suspendido presente en el agua residual cruda, es decir 136 mg/L.



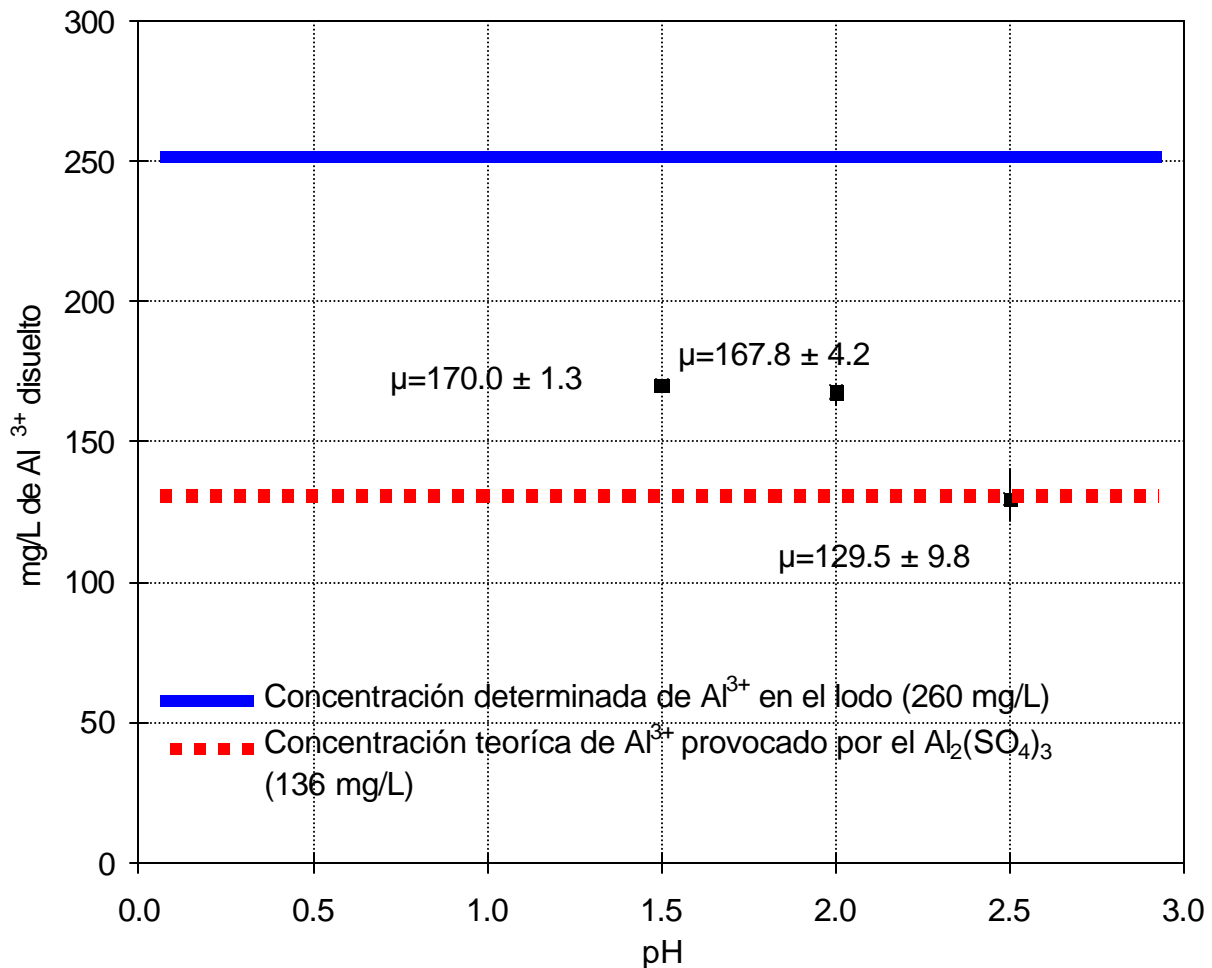
**Figura 36. Concentración de Aluminio en las diferentes corrientes del TPA en mg/L (Etapa 5).**

La cantidad promedio de ácido sulfúrico necesaria para bajar el pH del lodo se muestra en la Tabla 36, en ella es evidente la gran diferencia en consumo de ácido que presenta el lodo para variar su pH de 2.5 (42 mL  $\pm$  2.9 al 15% volumen/volumen (v/v)) a 1.5 (5 mL  $\pm$  0.5 al 15% v/v).

**Tabla 36. Cantidad de ácido utilizada (Etapa 5).**

pH	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> agregados (mL al 15% v/v)
1.5	42 $\pm$ 2.9
2.0	10 $\pm$ 0
2.5	5 $\pm$ 0.5

La disolución del aluminio con respecto al pH medida como mg de  $\text{Al}^{3+}$ /L se presenta como el promedio de las tres repeticiones en la Figura 37. La máxima disolución se alcanzó al pH de 1.5 y fue de  $170 \text{ mg/L} \pm 1.2$ , sin embargo al pH de 2.0 la disolución del aluminio es muy similar  $167.8 \text{ mg/L} \pm 4.2$ , tan sólo un 1.3% de diferencia y tiene la ventaja de requerir menos ácido (ocho veces menos).



**Figura 37. Disolución de aluminio con respecto al pH (Etapa 5).**

En la Tabla 37 se muestra la disolución del aluminio en 50 L de lodo. A un valor de pH de 1.5 se logró una disolución del 73% del aluminio y de 72% para el pH de 2.0, de haberse tratado la totalidad de lodo producido.

**Tabla 37. Disolución del aluminio en 50 L de lodo (Etapa 5).**

pH	mg/L de Al <sup>3+</sup> disuelto*	% de disolución**
1.5	8458	73
2.0	8348	72
2.5	6443	55

\*Teórico en 50 L de lodo

\*\*Con respecto a 11, 625 mg de Al<sup>3+</sup> provenientes del sulfato de aluminio

En la Tabla 38 se muestra el porcentaje de disolución del aluminio con respecto de la cantidad inicial de aluminio en el lodo (261 mg/L). La disolución al pH de 1.5 fue del 65%, para el pH de 2.0 fue del 64% y aún para el pH de 2.5 del 50%. La cantidad de aluminio disuelta es alrededor del 13% superior a la esperada de 52% en los valores de pH de 1.5 y 2.0, lo que abre la posibilidad de que ciertas especies de aluminio presentes en el lodo, no atribuibles al sulfato de aluminio, puedan ser disueltas por la acción del ácido sulfúrico. Aunque Sengupta *et al.* (1997) determinaron que el aporte de la kaolinita (Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>) es despreciable (inferior a 3 mg/L al intentar disolver 4,180.8 mg/L de Al<sup>3+</sup> como kaolinita a un pH de 2.0 durante 8 días) en comparación con las cantidades de aluminio del lodo, se indagó precisamente con este material por ser identificado como un componente importante del suelo y ser los lodos investigados de una potabilizadora.

**Tabla 38. Disolución respecto a la cantidad de aluminio inicial (Etapa 5).**

pH	mg/L de Al <sup>3+</sup>	% de disolución***	% de diferencia
1.5	170 ± 1.3	65	13
2.0	168 ± 4.2	64	12
2.5	130 ± 9.8	50	-2

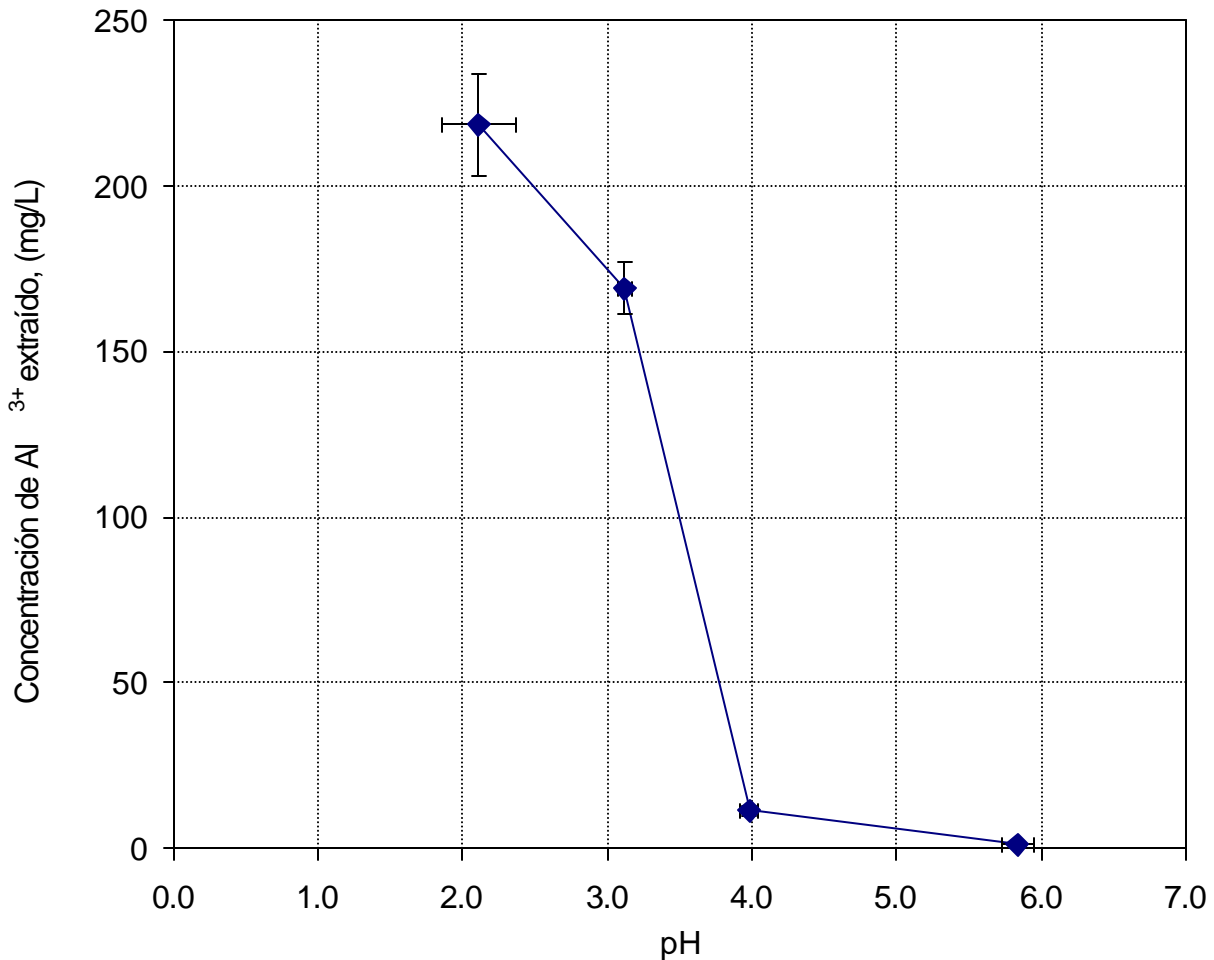
\*\*\*Con respecto a 261 mg/L

Por lo tanto las concentraciones de aluminio de fondo del agua residual impactan de manera significativa en la cuantificación de la eficiencia de extracción y el problema es que estas variaron según la naturaleza de la matriz.

## **7.6. Reciclado del aluminio recuperado a diferentes valores de pH (Etapa 6)**

### **7.6.1. Reciclado del aluminio recuperado a diferentes valores de pH**

Las concentraciones de aluminio en mg/L obtenidas durante esta etapa se presentan en la Figura 38, graficadas en función del pH de extracción. La mayor concentración se obtuvo al trabajar en un pH de  $2.11 \pm 0.26$ , hecho que coincidió con las extracciones de la etapa anterior, y fue de  $218 \pm 15.40$  mg/L. Para el pH de  $3.12 \pm 0.05$  las concentraciones disminuyeron hasta  $169 \pm 8.00$  mg/L, para caer hasta  $11 \pm 1.63$  mg/L con el pH de  $3.98 \pm 0.06$  y  $1 \pm 0.06$  mg/L con el pH en  $5.84 \pm 0.11$ . Tal comportamiento se ajusta bastante bien al predicho por la curva de solubilidad teórica propuesta por Snoeyink y Jenkins (1999), en la que se señala que a un pH de 2.0 la solubilidad del  $\text{Al}(\text{OH})_3$  es elevada y decrece gradualmente conforme aumenta el pH, hasta volverse excesivamente baja.



**Figura 38. Concentración de Al<sup>3+</sup> en función del pH durante la etapa 6.**

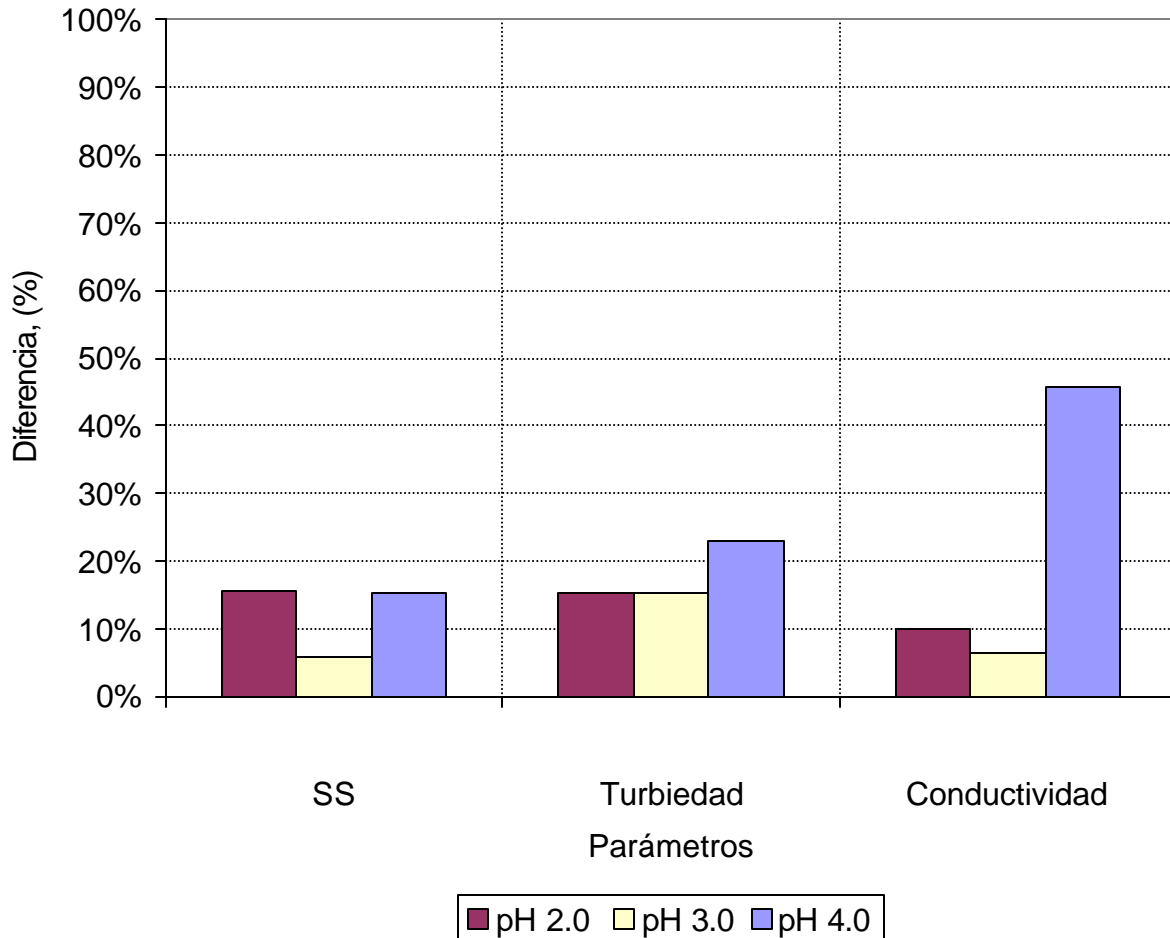
Las diferencias obtenidas al tratar el agua residual con aluminio recuperado a distintos valores de pH no son muy significativas, más importante resulta el volumen de coagulante recuperado que requiere para dosificar la cantidad de aluminio necesaria para alcanzar un tratamiento adecuado del agua residual, en especial al comparar el volumen entre los pH de 2.0 y 3.0 contra el de 4.0. En la Tabla 39 se resumen las pruebas realizadas durante esta etapa, Ahí se observa que al pH de 4.0 se requirió de un volumen casi 20 veces mayor que el usado con los coagulantes obtenidos a pH de 2.0 y 3.0.

**Tabla 39. Porcentajes de diferencias alcanzados al reusar el aluminio como coagulante en la etapa 6 (resumen).**

pH de tratamiento	Parámetros analizados			Volumen de coagulante utilizado (mL/L)
	SST (%)	Turbiedad (%)	Conductividad (%)	
pH 2.0	15	15	10	36 ± 2
pH 3.0	6	15	6	46 ± 1
pH 4.0	15	23	46	658 ± 91

En la Figura 39 se muestra la calidad de agua obtenida al reusar el aluminio extraído como coagulante, si se compara contra la calidad alcanzada al usar sulfato de aluminio grado reactivo. En el caso de los sólidos suspendidos totales la menor diferencia se obtuvo al utilizar el aluminio recuperado a un pH de 3.0 y fue de 6% con respecto a la cantidad de SST lograda al usar el sulfato de aluminio grado reactivo. Mientras que la diferencia lograda con el pH de 2.0 y con el pH de 4.0 fue de 15%.





**Figura 39. Porcentajes de diferencias alcanzados al reusar el aluminio como coagulante en la etapa 6.**

En lo que se refiere a la turbiedad se cuantificaron las mayores diferencias entre el uso del sulfato de aluminio grado reactivo y el recuperado, al presentarse un 23% de diferencia al usar el aluminio recuperado a un pH de 4.0, mientras que el aluminio recuperado a valores de pH de 3.0 y 2.0 tuvo diferencias de 15%.

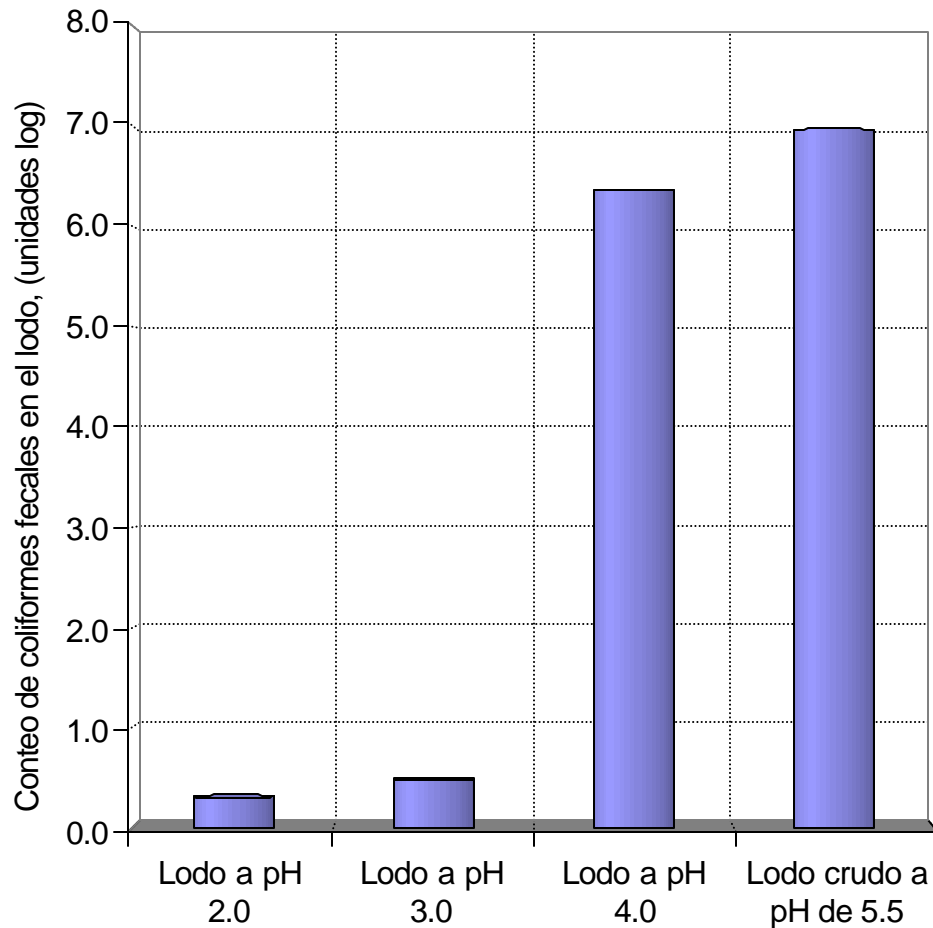
Con respecto a la conductividad, el uso del aluminio recuperado a un pH de 4.0 provocó una conductividad en el efluente 46% superior a la generada por el sulfato de aluminio grado reactivo, debido a que la solución de coagulante recuperado tiene una elevada conductividad (5033  $\mu\text{S}/\text{cm}$  para el pH de 2.0, 3226  $\mu\text{S}/\text{cm}$  con el pH 3.0 y 2580  $\mu\text{S}/\text{cm}$

para el pH de 4.0). Aunado a esto, a un valor de pH de 4.0 fue necesario agregar 0.6 litros de coagulante recuperado por litro de agua residual a tratar, por tanto, la conductividad del efluente se incrementó. Por lo que respecta a los demás valores de pH de extracción la diferencia entre usar el aluminio grado reactivo y el recuperado no pasó del 10%, al requerirse tan sólo de 0.036 a 0.046 litros de coagulante recuperado por litro de agua residual a tratar.

### **7.6.2. Eliminación de coliformes fecales del lodo acidificado**

En la Figura 40 se muestran los resultados de la eliminación de coliformes fecales en unidades log en función del pH a que se aciduló el lodo. La cantidad de coliformes fecales en el lodo crudo fue de  $9.3 \times 10^6$  NMP/4g de ST, la cual fue una orden de magnitud inferior a la típica de los lodos en México ( $1 \times 10^7$  a  $1 \times 10^{12}$  NMP/g de ST), (Barrios *et al.*, 2000/b). Es posible apreciar que en los valores de pH de 2.0 y 3.0 la destrucción de coliformes fue muy efectiva (menos de 0.5 unidades log), no así para el caso del pH 4.0 donde no se logró ni un log de destrucción.

Se podría afirmar que adicionar ácido sulfúrico al lodo permite eliminar coliformes fecales hasta el límite precisado por la EPA para este parámetro dentro de la clasificación de biosólido clase A, sí se consiguen valores de pH cercanos a 2.0.

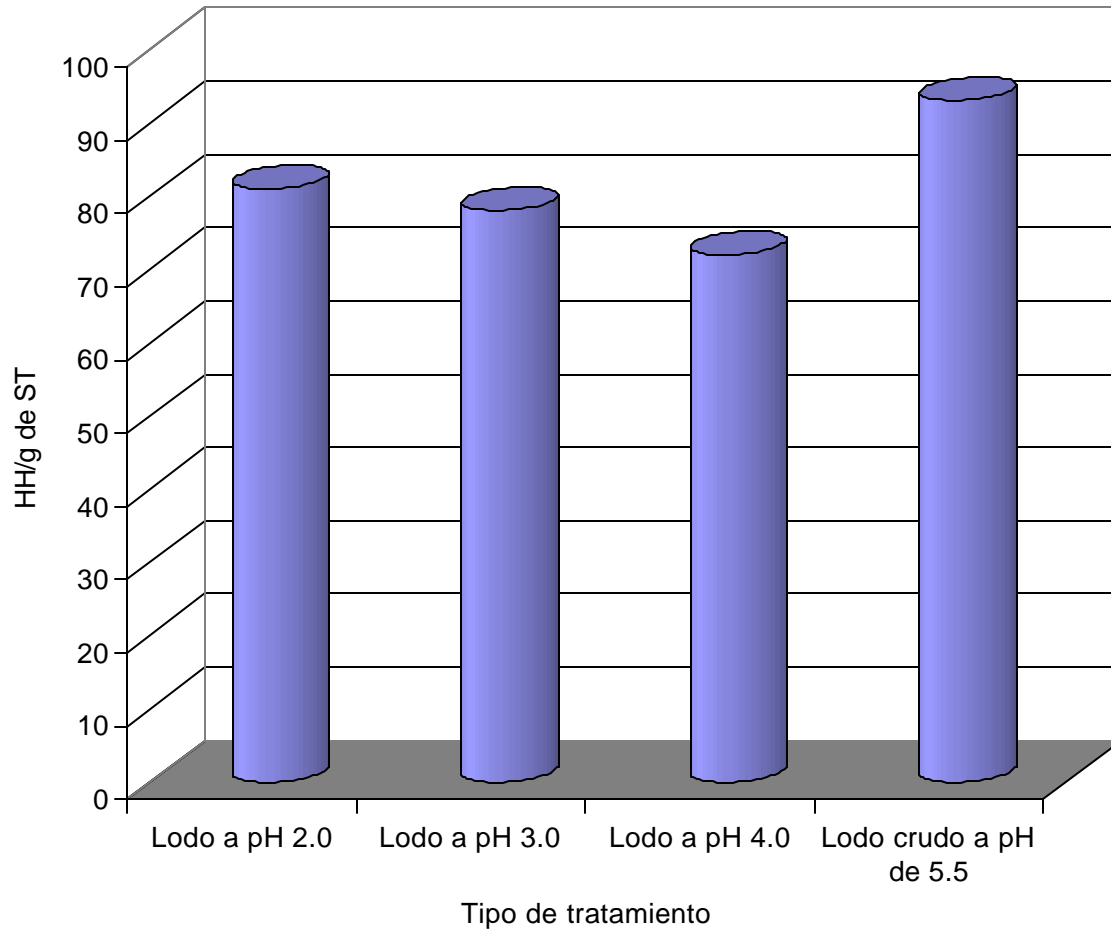


**Figura 40. Eliminación de coliformes fecales (Etapa 6).**

### 7.6.3. Eliminación de huevos de helmintos del lodo acidificado

En la Figura 41 se muestra la eliminación de huevos de helmintos, en HH/g de ST, con respecto al pH de extracción de aluminio. Los huevos de helmintos en el lodo crudo fueron 93 HH/g de ST, mientras que al pH de extracción de 2.0 fueron 81 HH/g de ST, 78 HH/g de ST con el pH de extracción de 3.0 y 72 HH/g de ST a un pH de 4.0, es decir, que la eliminación de los huevos de helmintos es poco significativa y estos resultados indican que el lodo residual acidificado debe ser tratado adicionalmente para alcanzar la clasificación de biosólido clase A indicada por la EPA, e incluso este

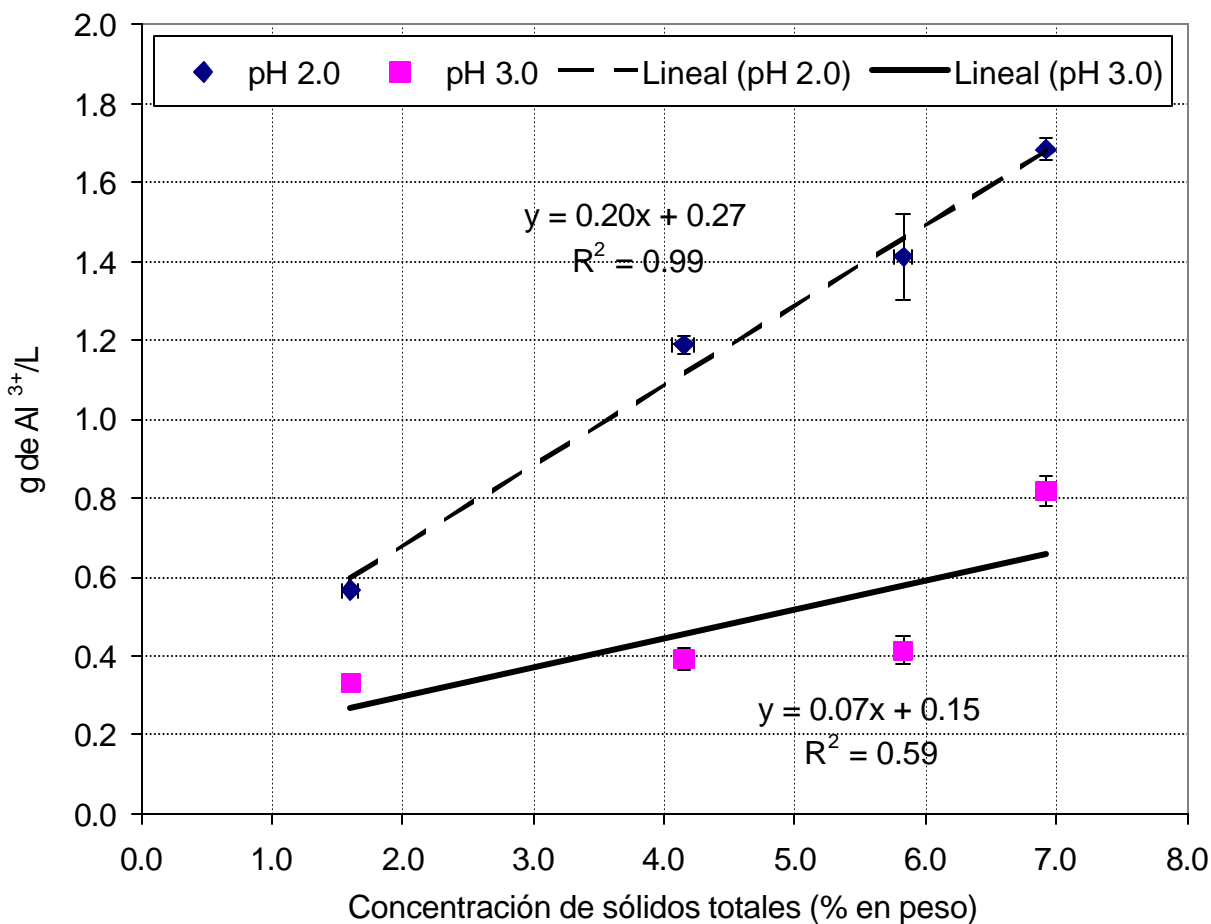
tratamiento adicional de desinfección es ampliamente recomendado para evitar los riesgos asociados al manejo de este material altamente infeccioso.



**Figura 41. Destrucción de huevos de helmintos a diferentes valores de pH.**

## 7.7. Extracción del aluminio a diferentes concentraciones de ST (Etapa 7)

Las cantidades de  $\text{Al}^{3+}$  extraídas en gramos por cada litro de agua tratada a diferentes concentraciones de ST se muestran en la Figura 42, en la cual es posible apreciar una relación lineal entre la cantidad de aluminio extraído y la concentración de sólidos para los dos valores de pH estudiados. Para el valor de pH de 2.0 la relación lineal fue bastante buena (con un coeficiente de correlación de 0.98), y, se alcanzó la mayor extracción de aluminio que fue de  $1.7 \pm 0.03$  g/L a una concentración de 6.9% de ST, mientras que la menor cantidad de aluminio conseguida a este valor de pH fue de  $0.6 \pm 0.01$  g/L a la concentración de 1.6 % de ST. Por otra parte, a la concentración de sólidos de 4.2% la cantidad de aluminio recuperado fue de  $1.2 \pm 0.02$  g/L y finalmente para la concentración de 5.8% de ST de  $1.4 \pm 0.11$  g/L.



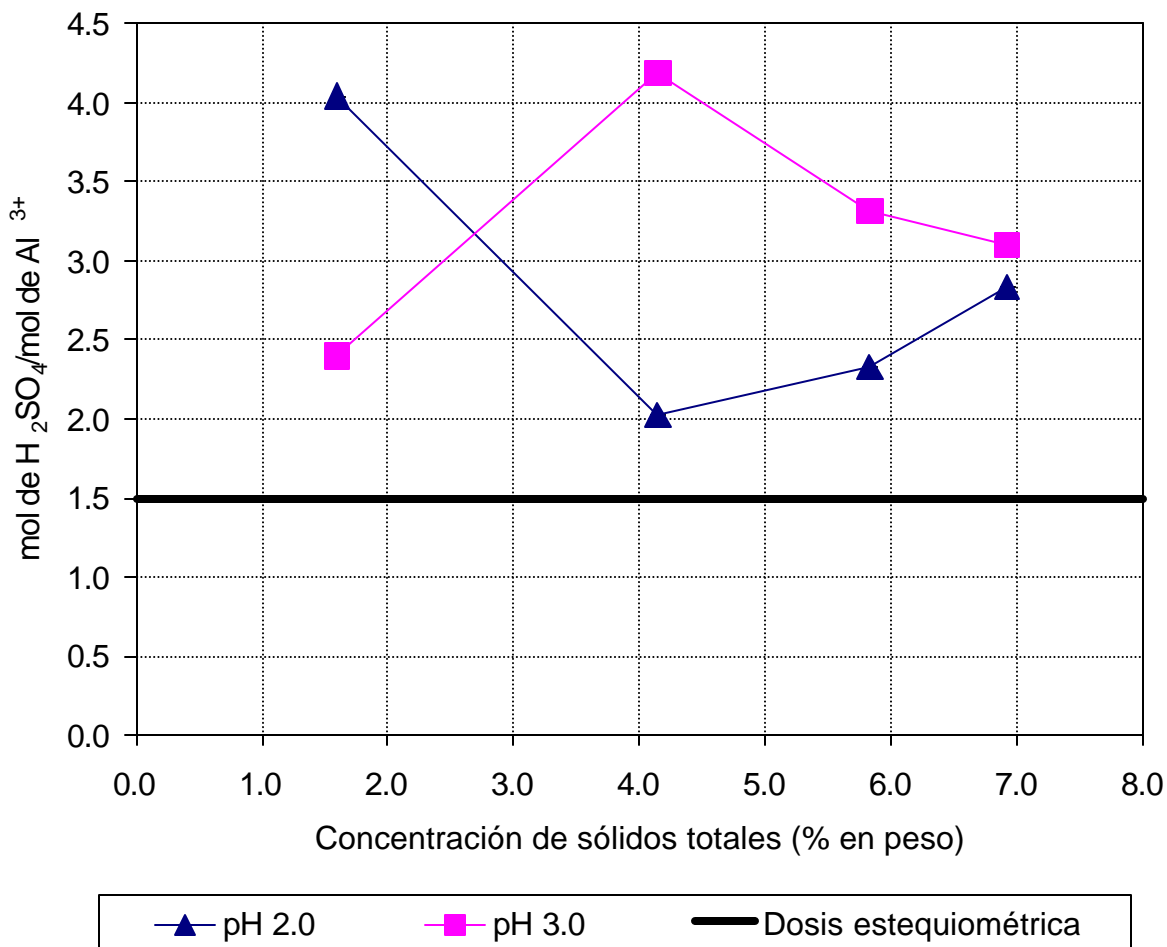
**Figura 42. Al<sup>3+</sup> extraído a diferentes concentraciones de ST (Etapa 7).**

Para la condición de pH de 3.0 las cantidades de aluminio alcanzadas fueron menores que al valor de pH de 2.0; la mayor extracción se logró al ensayar con la concentración de 6.9% de ST y fue de  $0.8 \pm 0.04$  g/L, mientras que la menor se alcanzó con la concentración de 1.6% de ST al obtenerse una cantidad de 0.3 g/L. Por lo que se refiere a la concentración de sólidos de 4.2% la cantidad de aluminio recuperada fue de  $0.4 \pm 0.03$  g/L y coincidió con la obtenida con la concentración de 5.8% al lograrse también una concentración de  $0.4 \pm 0.04$  g/L; la razón de este hecho se debe a que con la concentración de 4.2% de ST se lograron recuperar  $101 \pm 1.4$  mL más de sobrenadante que con la concentración de sólidos de 5.8%, lo que permitió que las cantidades extraídas de Al<sup>3+</sup> a estas dos distintas concentraciones de sólidos fueran

iguales, aunque la concentración de aluminio disuelto fuera distinta ( $557 \pm 40$  mg/L para 4.2% de ST y  $684 \pm 62$  mg/L para la concentración de sólidos de 5.8%). En consecuencia, claramente se observa que el volumen de líquido separado del lodo durante el proceso es de gran importancia para la eficiencia de recuperación del aluminio.

Adicionalmente, las cantidades de aluminio extraídas durante esta etapa siguieron la tendencia de las experiencias de la etapa 6, comportándose como lo predice Snoeyink y Jenkins (1999), y aumentando conforme aumentó la concentración de ST en la muestra de lodo.

La evaluación de la eficiencia de extracción del aluminio con respecto a distintas concentraciones de ST se presenta en la Figura 43 en donde se graficó el cociente de los moles de ácido sulfúrico utilizados entre los moles de aluminio recuperados contra la concentración de ST, para valores de pH de 2.0 y 3.0. La relación molar más baja fue de 2.0 y se presentó al usar un pH de 2.0 y una concentración de sólidos de 4.2%, tal relación molar es equivalente a la reportada por Cornwell y Zoltek (1977) de 2.0, aunque en ese estudio no se mencionó la concentración de sólidos en del lodo. A esta misma concentración de sólidos se presentó la mayor relación molar de 4.2% al utilizar el pH de extracción de 3.0.



**Figura 43. Relación molar  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{Al}^{3+}$  extraídos contra el % de ST (etapa 7).**

Esta situación de una demanda alta de ácido con respecto a la cantidad de  $\text{Al}^{3+}$  extraído se mantiene para las extracciones realizadas a un pH de 3.0, al registrar relaciones molares de 3.3 para la concentración de ST de 5.8% y 3.1 para la de 6.9%, mientras que en contra parte, para las extracciones realizadas al pH de 2.0, a la concentración de 5.8% se obtuvo una relación de 2.3, y de 2.8 a la concentración de 6.9% de ST.

Mientras que para las concentraciones de ST de 1.6% la situación se invierte al registrarse una alta demanda en el consumo de ácido por parte del lodo de 4.0 moles

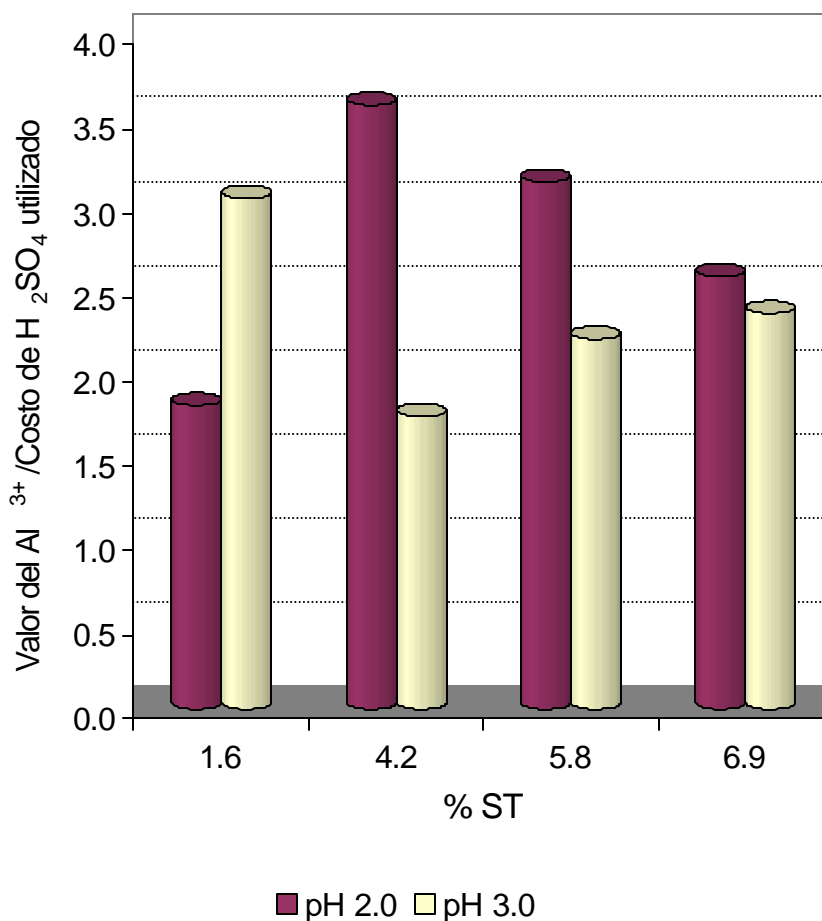


de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ / mol de  $\text{Al}^{3+}$  extraído para el pH de 2.0 y por el contrario, para el pH de 3.0 esta relación fue de 2.4.

Al traducir las relaciones presentadas en la Figura 43 en términos económicos<sup>1</sup> se obtiene la gráfica mostrada en la Figura 44 que relaciona el valor del  $\text{Al}^{3+}$  extraídos/costo del  $\text{H}_2\text{SO}_4$  utilizado, en pesos mexicanos, en función de la concentración de ST del lodo. Esta gráfica muestra las bondades del proceso, pues en la totalidad de los ensayos se alcanzó la recuperación del costo del reactivo utilizado, e incluso se consiguieron beneficios.

---

<sup>1</sup> Con base en los precios del sulfato de aluminio comercial al 17% de alumina a \$2090.00/ton y del ácido sulfúrico al 98% de pureza a \$870.00/ton, durante el segundo semestre del año 2000 (Vitro).



**Figura 44. Valor del Al<sup>3+</sup> recuperado/Costo del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> utilizado en función de la concentración de ST del lodo (Etapa 7).**

Con el pH que se lograron las mejores tasas de beneficio/costo fue con el de 2.0, al lograr hasta 3.6 pesos de Al<sup>3+</sup> por cada peso de ácido utilizado a la concentración de ST de 4.2%, mientras que para la concentración de 1.6% de ST la tasa de beneficio/costo fue de \$1.8 de Al<sup>3+</sup>/\$ de ácido, con la concentración de 5.8% de ST se obtuvo una tasa de \$3.1 de Al<sup>3+</sup>/\$ de ácido y \$2.6 de Al<sup>3+</sup>/\$ de ácido para la concentración de 6.9% de ST.

Para el caso del pH de 3.0 el beneficio no fue tan atractivo, sin embargo, no es despreciable, pues se obtuvieron tasas de beneficio/costo de hasta \$3.0 de Al<sup>3+</sup>/\$ de

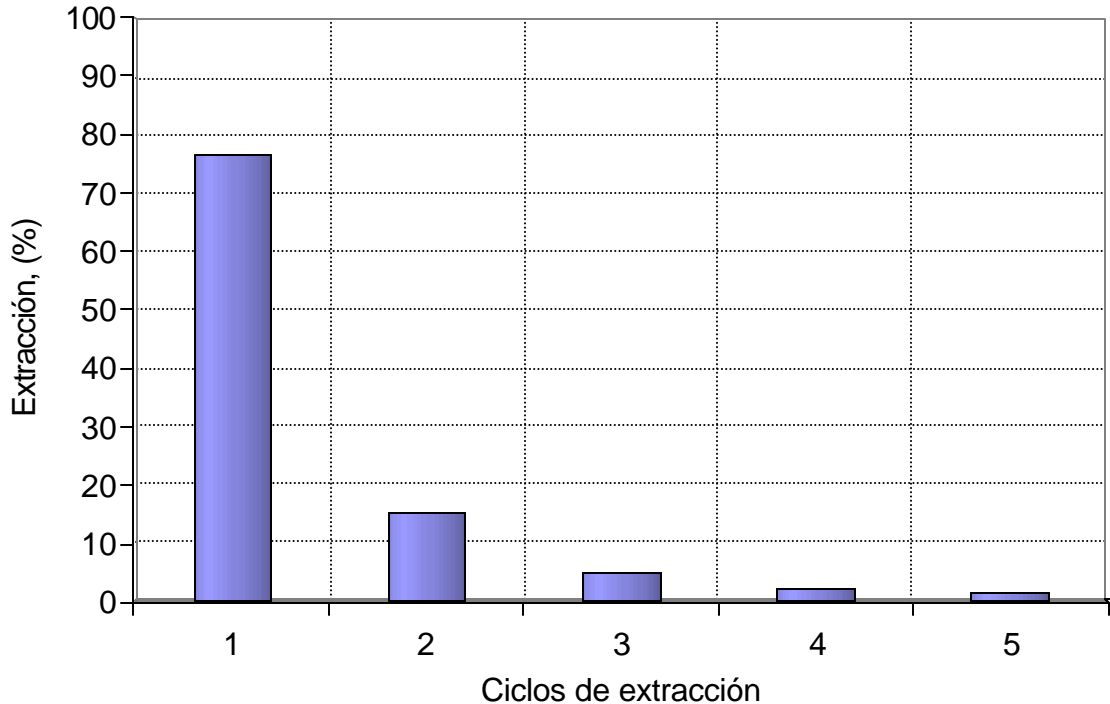
ácido para el contenido de sólidos de 1.6%. Dicha tasa descendió hasta su valor más bajo de \$1.74 de  $\text{Al}^{3+}/\text{\$}$  de ácido a un contenido de sólidos de 4.2%, a partir de esta concentración el beneficio económico vuelve a aumentar a \$2.20 de  $\text{Al}^{3+}/\text{\$}$  de ácido con un contenido de sólidos de 5.8 y de \$2.35 de  $\text{Al}^{3+}/\text{\$}$  de ácido para la concentración de 6.9% de ST.

De esta forma la mejor opción para extraer el aluminio del lodo será a una concentración de sólidos similar a 4.0% , y, así eficientar el consumo de ácido.

## **7.8. Extracciones sucesivas de $\text{Al}^{3+}$ y resistencia a la filtración (Etapa 8)**

### **7.8.1. Extracciones sucesivas de $\text{Al}^{3+}$**

En la Figura 45 se muestran los resultados de extraer en forma secuencial el aluminio del lodo con un contenido de sólidos de 3.4%, en una gráfica del porcentaje de recuperación en función de los ciclos de extracción. En la primera extracción se consiguió obtener hasta un 77% del total del aluminio extractable por el ácido sulfúrico, porcentaje que fue descendiendo en cada ciclo de lavado, para el segundo ciclo la recuperación fue de 15%. Esta tendencia continuó hasta llegar a ser inferior a 1.5% en el quinto ciclo. Sengupta *et al.* (1997), realizaron hasta tres ciclos de extracción secuencial con lodos de potabilizadoras y lograron recuperar hasta un 85% del aluminio en el primero y menos del 10% en el tercero. La cantidad de aluminio conseguida en el segundo ciclo de 15% podría no hacer atractiva, desde el punto de vista económico, la opción de volver a tratar los lodos residuales del proceso de recuperación de aluminio. Por otra parte el 77% de la primera extracción sirvió de base para la planear la etapa 9.

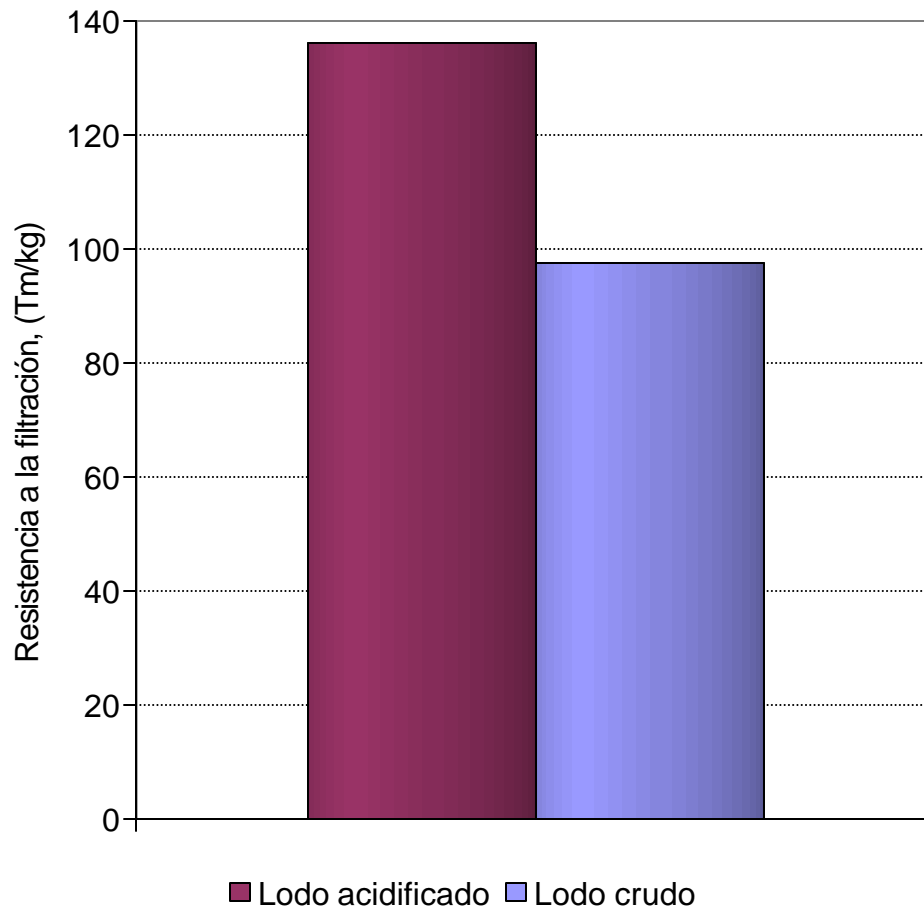


**Figura 45. Ciclos secuenciales para la extracción del aluminio (Etapa 8).**

### 7.8.2. Resistencia a la filtración

En la Figura 46 se muestra la REF del lodo crudo y del lodo acidificado a pH de 2.0 en Tm/kg. El valor de la REF para el lodo acidificado fue de  $139 \pm 19$  Tm/kg, mientras que para el lodo crudo se obtuvo una REF de  $98 \pm 20$  Tm/kg, es decir la REF del lodo acidificado fue 40% superior a la del lodo crudo, por lo que es más difícil desaguarlo. Tales magnitudes de REF son inferiores a las indicadas por Christensen (1983) de 150 a 500 Tm/kg para un lodo primario. El comportamiento de la REF empeoró al acidificar el lodo, lo que se puede deber a un incremento de material suspendido provocado por

la destrucción de los flóculos del lodo. Cheng *et al.* (1976) señalaron que la facilidad para desaguar lodo de potabilizadoras (medida como REF) está en función de la cantidad de aluminio recuperado, y, es en el intervalo del 60 al 80% de aluminio recuperado cuando la REF alcanza generalmente un valor mínimo, pero la REF aumenta hasta niveles cercanos a los del lodo crudo al tener porcentajes de recuperación de aluminio superiores al 80%.

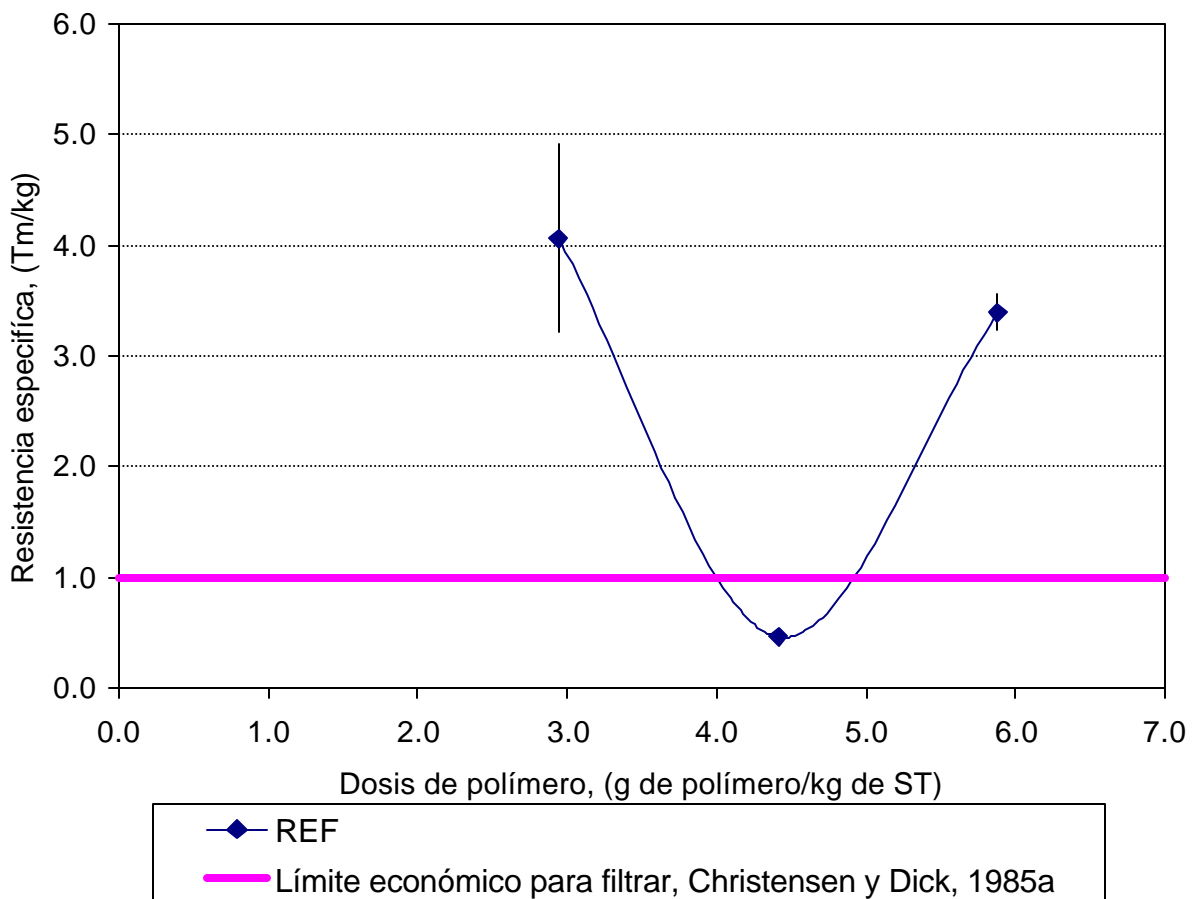


**Figura 46. Resistencia específica a la filtración del lodo crudo y del lodo acidificado.**

En la Figura 47 se muestra la REF del lodo acidificado en Tm/kg en función de la dosis de polímero utilizada en el desaguado como g de polímero/kg de ST. El valor más bajo de la REF se obtuvo con una dosis de 4.4 g de polímero/kg de ST y fue de  $0.5 \pm 0.0$

Tm/kg. Por el contrario con la dosis de 2.9 g de polímero/kg de ST la REF del lodo acidificado fue  $4.1 \pm 0.8$  Tm/kg, un poco menor a este valor fue el que se obtuvo con una dosis de 5.9 g de polímero/kg de ST ( $3.4 \pm 0.2$  Tm/kg).

La menor magnitud de la REF obtenida ( $0.5 \pm 0$  Tm/kg) corresponde al orden de magnitud sugerido para lodos primarios adecuadamente acondicionados cuyo intervalo es de 0.3 a 4.0 Tm/kg (Christensen, 1983) y al reportado por Droste (1997) para un lodo crudo coagulado de 0.3 a 1.0 Tm/kg, e incluso inferior al límite económico para su filtración que es de 1 Tm/kg (Christensen y Dick, 1985/a), a pesar de la extremadamente alta afinidad del  $\text{Al}(\text{OH})_3$  por el agua, que hace muy difícil desaguar los lodos (Wang *et al.*, 1992).

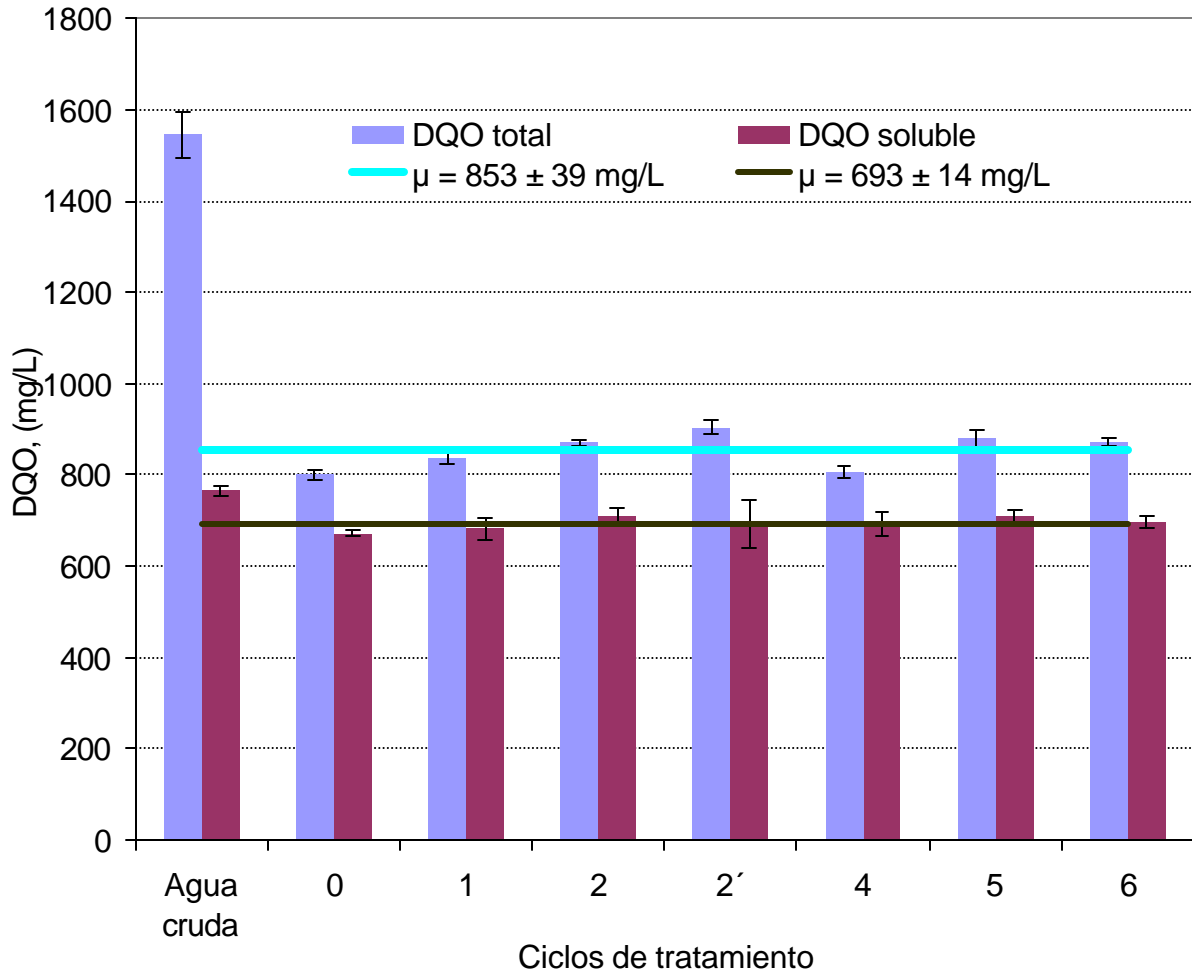


**Figura 47. Resistencia específica a la filtración en función de la dosis de polímero utilizada para el desaguado (Etapa 8).**

## 7.9. Etapa 9

### 7.9.1. Comportamiento de la DQO durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 48 se muestra el comportamiento de la DQO (total y soluble en mg/L) durante el transcurso de los seis ciclos de reciclado. El agua cruda tuvo un valor de DQO total de  $1547 \pm 51$  mg/L y  $765 \pm 12$  mg/L como DQO soluble, valores muy elevados para ser un agua residual doméstica, tales valores son más cercanos a los que se presentan en un desecho industrial. El valor de la DQO total del agua residual después de ser tratada con el sulfato de aluminio grado reactivo, ciclo 0, fue de  $800 \pm 11$  mg/L, y  $672 \pm 7$  mg/L la parte soluble. Al reutilizar el coagulante recuperado, ciclo 1, la DQO total aumentó ligeramente a  $838 \pm 15$  mg/L y a  $683 \pm 23$  mg/L la parte soluble.



**Figura 48. Comportamiento de la DQO (total y soluble) durante seis ciclos de reciclado.**

El valor de la DQO total aumentó para el ciclo 2 hasta  $872 \pm 6$  mg/L, aunque para el caso de la DQO soluble el aumento fue poco significativo al obtenerse una concentración de  $709 \pm 16$  mg/L. Por lo que respecta al uso del coagulante recuperado sin compensarlo con sulfato de aluminio grado reactivo, ciclo 2', el valor de la DQO total fue de  $905 \pm 14$  mg/L, es decir y, de nueva cuenta, el valor de la DQO soluble se mantuvo casi sin variación al ser la concentración de  $691 \pm 53$  mg/L. Sin embargo, para el ciclo 4 el valor de la DQO total fue de  $808 \pm 12$  mg/L, concentración muy similar a la conseguida en el ciclo 0 (en el cual sólo se usó sulfato de aluminio grado reactivo), y para la DQO soluble la concentración fue igual a la del ciclo 2', es decir,  $691 \pm 26$  mg/L.



La DQO volvió a aumentar en los dos últimos ciclos, tanto la total como la soluble, pues en el ciclo 5 la concentración de la DQO total fue de  $879 \pm 19$  mg/L y  $710 \pm 12$  mg/L la parte soluble, mientras que en el ciclo 6 la concentración de la DQO total fue  $872 \pm 10$  mg/L y la soluble de  $697 \pm 12$  mg/L. Por lo tanto, la DQO total presentó un comportamiento constante al transcurso de los diferentes ciclos de reciclado con una media de  $853 \pm 39$  mg/L, al igual que la parte soluble ( $\mu = 693 \pm 14$  mg/L), por lo que las veces que se reúse el coagulante recuperado no interfiere de manera significativa en la remoción de la DQO.

### **7.9.2. Comportamiento del fósforo durante seis ciclos de reciclado**

En la Figura 49 se muestra el comportamiento de la concentración del fósforo total en mg/L durante los seis ciclos de reciclado. La concentración de fósforo total en el agua cruda fue de 9.3 mg/L, que descendió hasta 8.2 mg/L en el ciclo 0, para mantenerse en el intervalo de 7.06 a 7.5 mg/L en los ciclos restantes, con un valor medio de  $7.5 \pm 0.6$  mg/L, por lo que no se existió una diferencia significativa al usar el sulfato de aluminio grado reactivo y el coagulante recuperado.

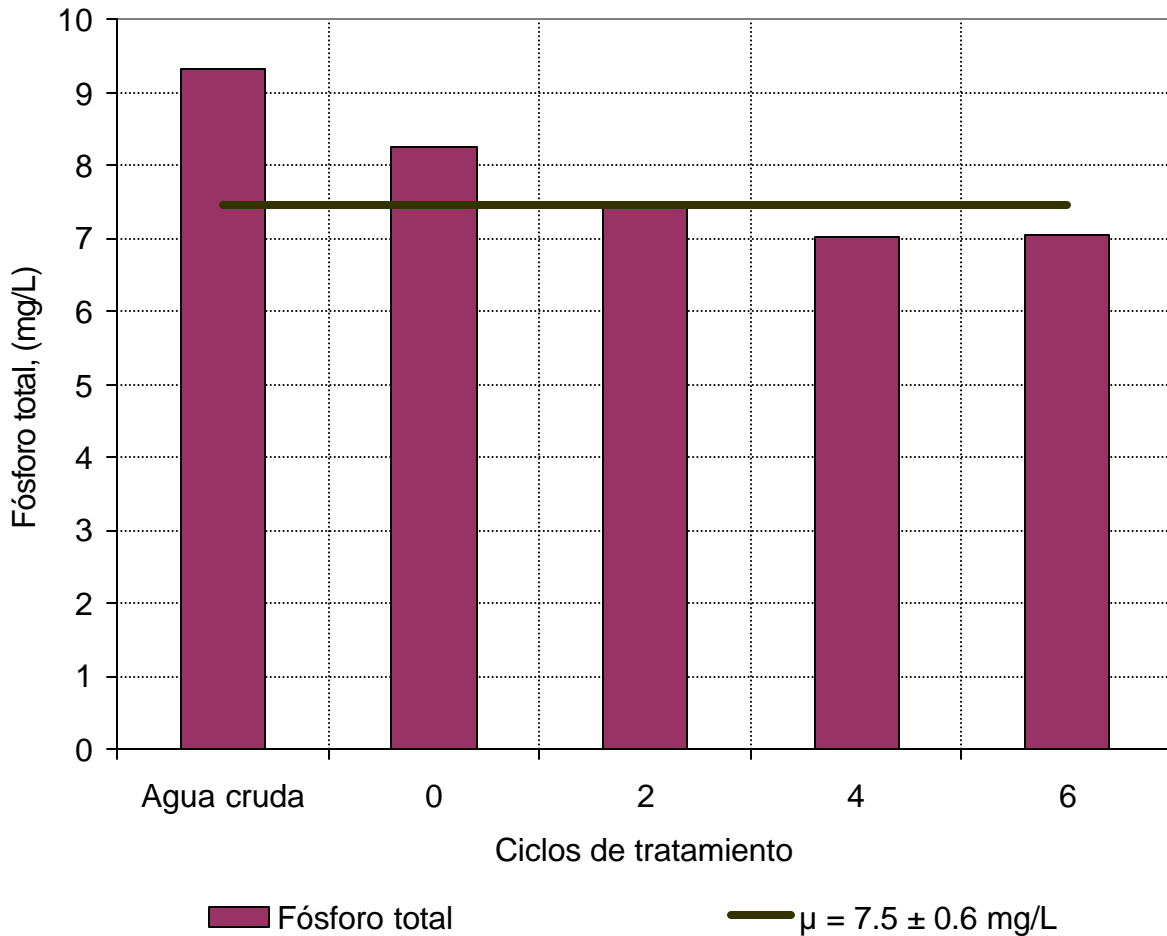


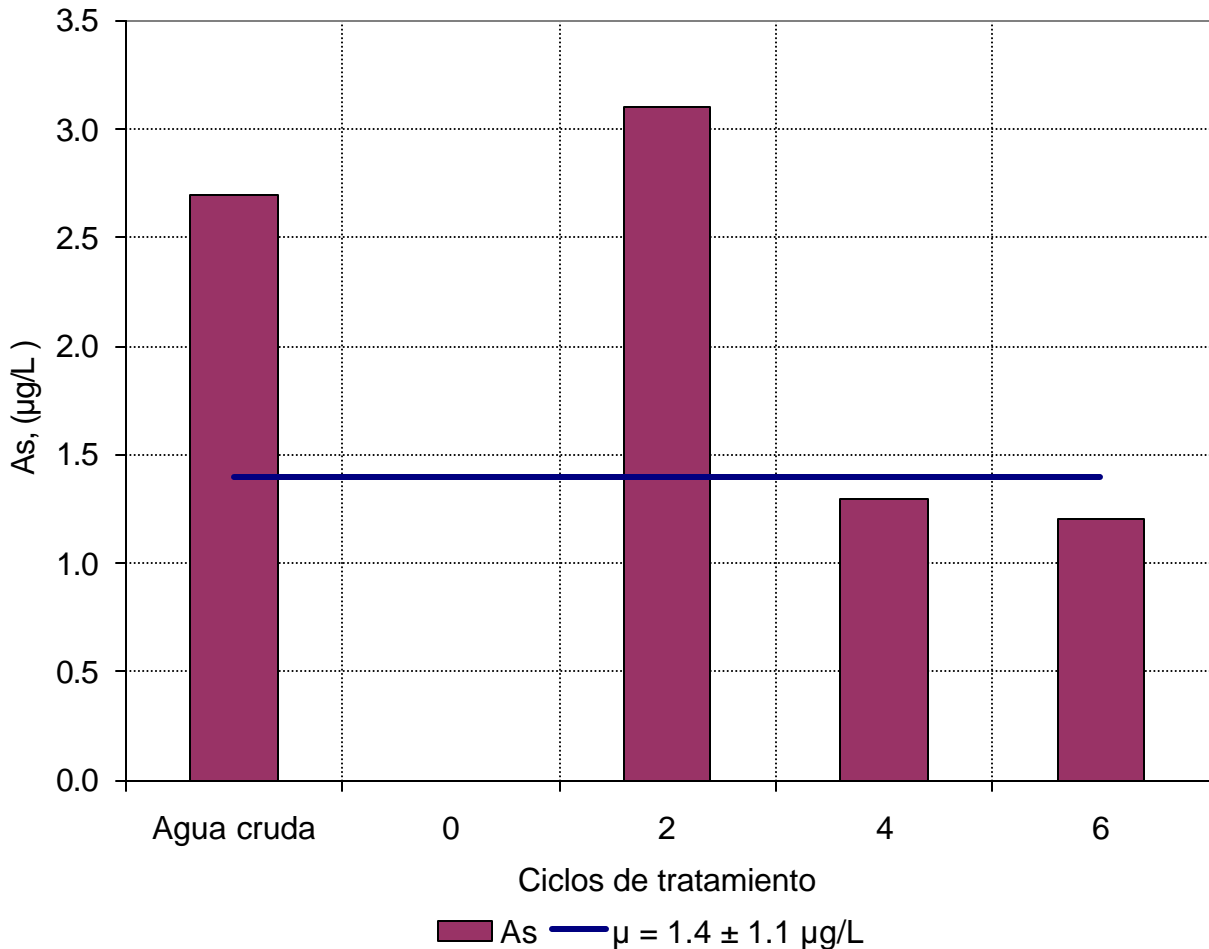
Figura 49. Comportamiento del fósforo total durante seis ciclos de reciclado.

### 7.9.3. Comportamiento de los metales durante seis ciclos de reciclado

#### 7.9.3.1. Comportamiento del arsénico durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 50 se muestra el comportamiento de la concentración del arsénico en  $\mu\text{g/L}$  durante los ciclos de reciclado. La concentración del arsénico en el agua residual cruda fue de  $2.7 \mu\text{g/L}$ , posteriormente, al tratar el agua con el sulfato de aluminio grado reactivo en el ciclo 0 la concentración del arsénico estuvo por debajo del límite de detección. La concentración del metal se elevó a  $3.1 \mu\text{g/L}$  en el ciclo 2, y descendió a

1.3  $\mu\text{g/L}$  en el ciclo 4, para continuar sin un cambio significativo en el ciclo 6 (1.2  $\mu\text{g/L}$ ) la concentración media para los ciclos de reciclado fue de  $1.4 \pm 1.1 \mu\text{g/L}$ . En consecuencia no hubo acumulación de arsénico durante los ciclos de reciclado.

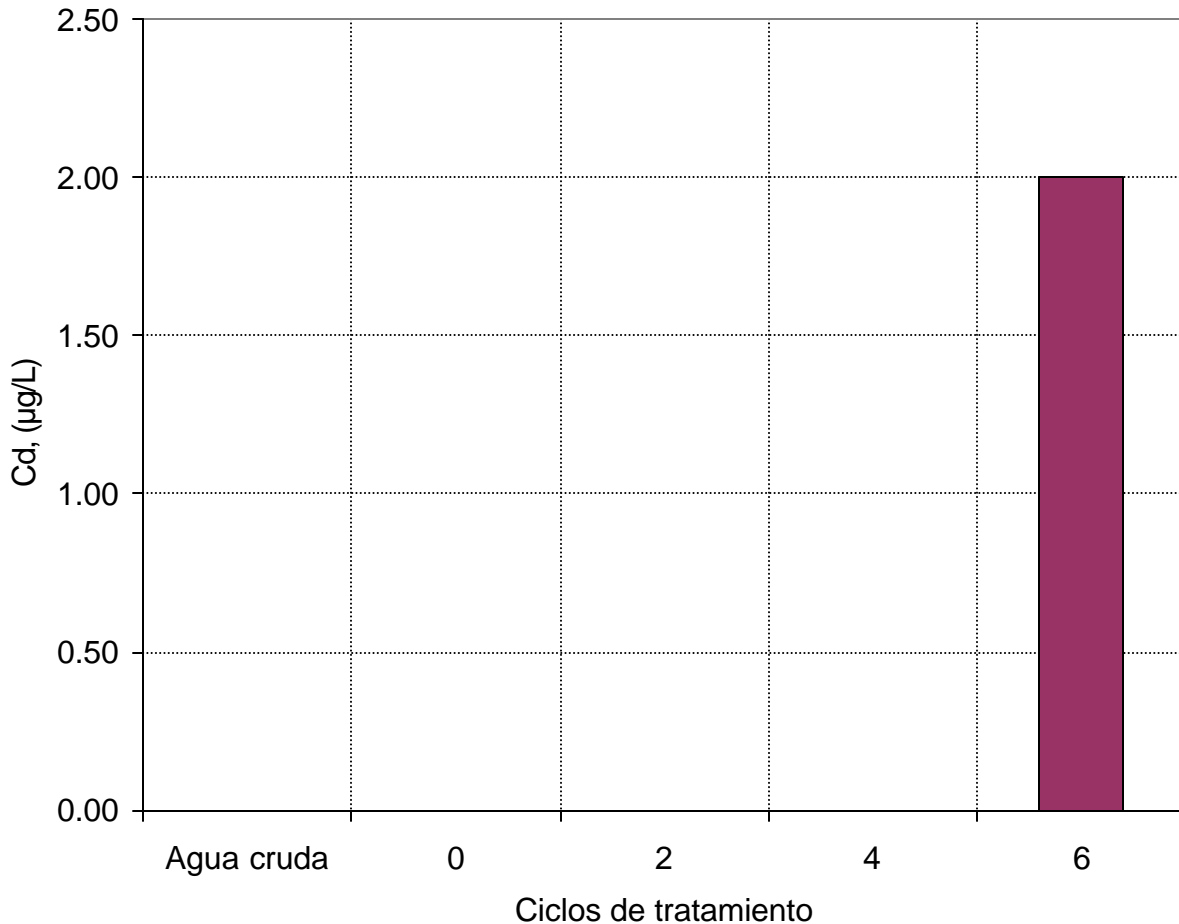


**Figura 50. Comportamiento del arsénico durante seis ciclos de reciclado.**

### 7.9.3.2. Comportamiento del cadmio durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 51 se muestra la concentración del cadmio en  $\mu\text{g/L}$  durante los ciclos de reciclado. La cantidad de cadmio en el efluente estuvo por debajo del límite de detección de 2  $\mu\text{g/L}$  (APHA, AWWA, WEF, 1995), hasta el ciclo 6 en el cual la concentración del metal fue de 2  $\mu\text{g/L}$ . Al estar el cadmio cerca del límite de detección no es posible definir si la magnitud del aumento en su concentración es debida a la

acumulación durante los ciclos de reciclado, o a la cercanía de la concentración del cadmio en el agua residual con respecto al límite de detección.

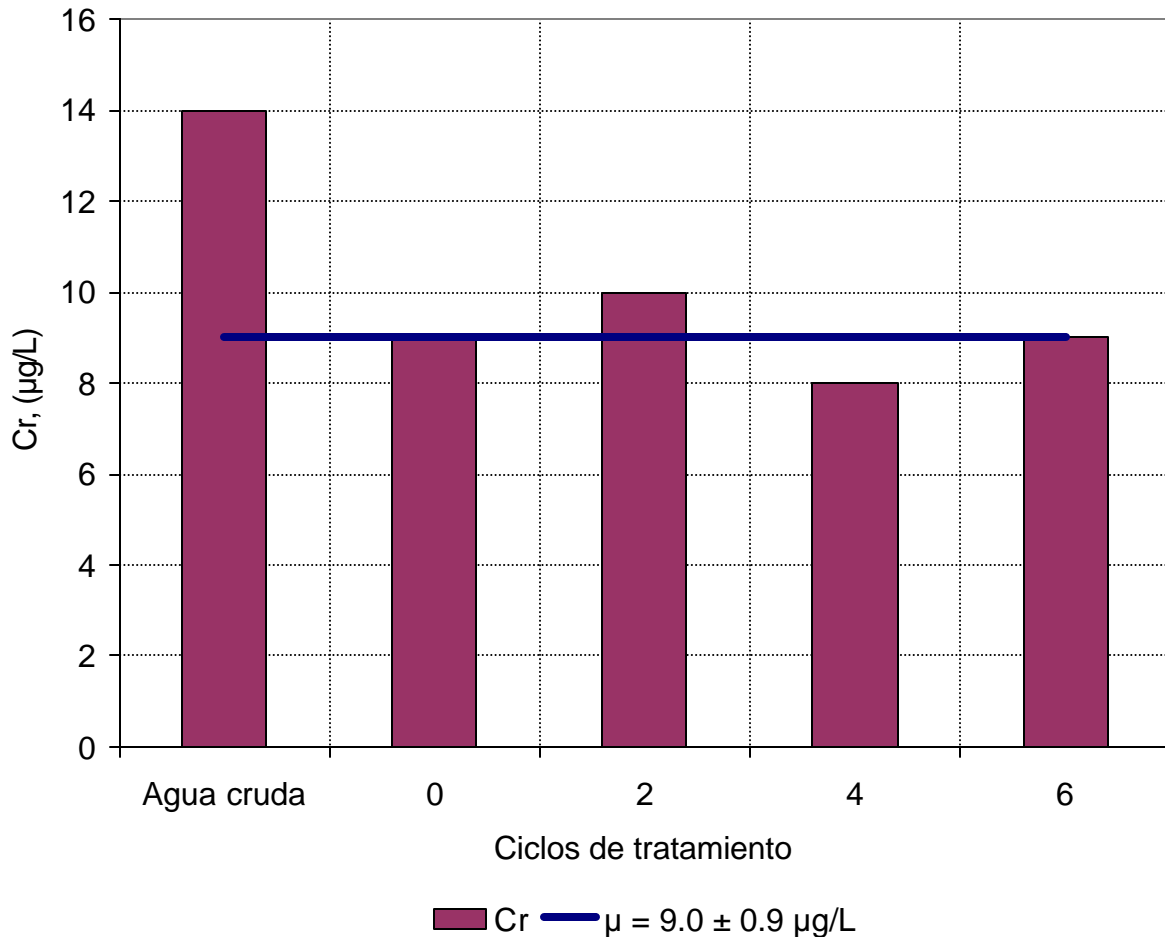


**Figura 51. Comportamiento del cadmio durante seis ciclos de reciclado.**

### 7.9.3.3. Comportamiento del cromo durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 52 se muestra el comportamiento del cromo durante los ciclos de reciclado en µg/L. El agua residual cruda tuvo una concentración de 14 µg/L, mientras que al ser tratada con sulfato de aluminio grado reactivo (ciclo 0) la concentración del metal descendió hasta 9 µg/L, para el caso del reciclado del coagulante recuperado en los ciclos 2, 4 y 6 la concentración del cromo varió en el intervalo de 8 a 10 µg/L, en

consecuencia la concentración promedio del tratamiento fue  $9.0 \pm 0.9 \mu\text{g/L}$ . Por lo que no hubo acumulación del cromo durante el reciclado.

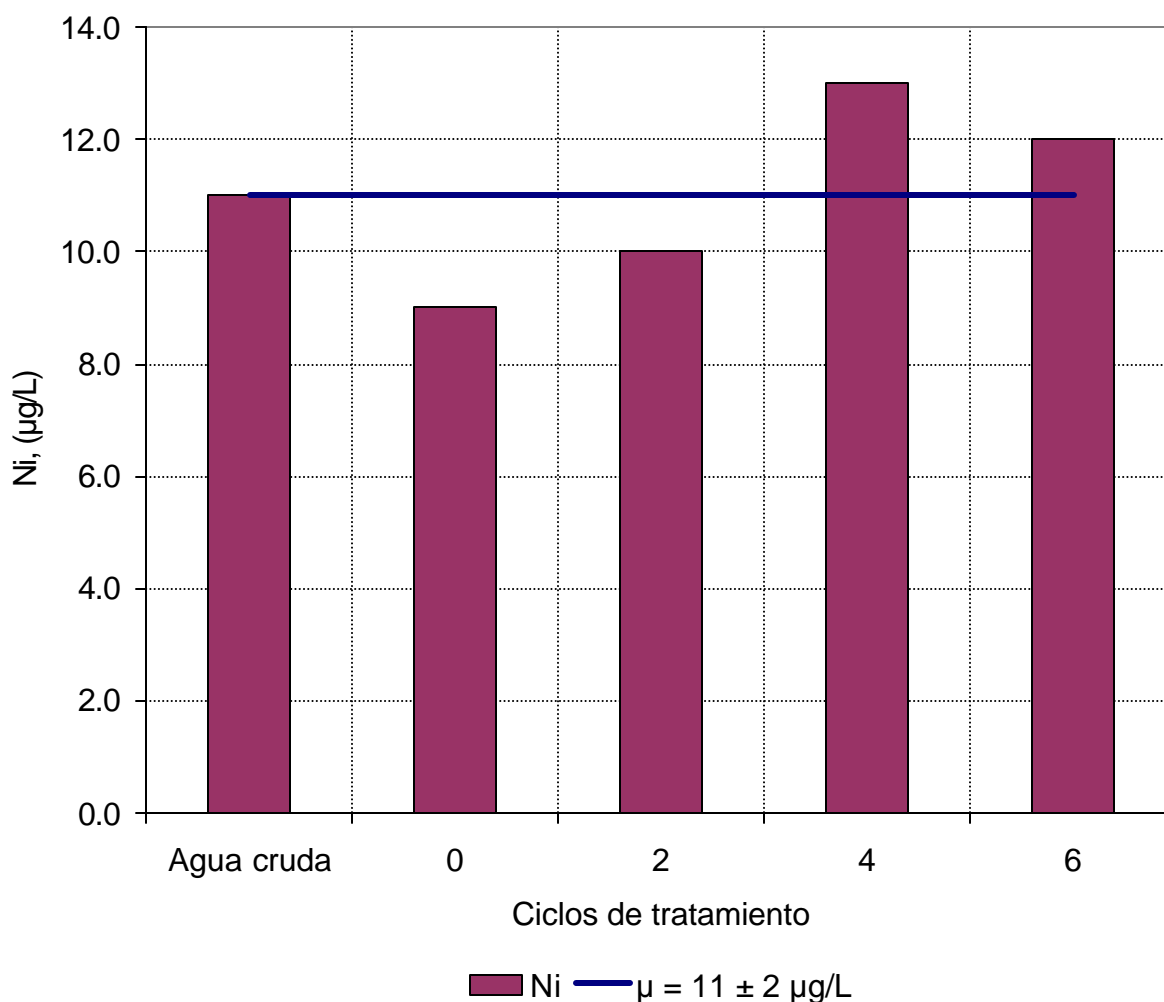


**Figura 52. Comportamiento del cromo durante seis ciclos de reciclado.**

#### 7.9.3.4. Comportamiento del níquel durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 53 se muestra la concentración del níquel en  $\mu\text{g/L}$  para los seis ciclos de reciclado. La concentración del níquel en el agua residual cruda fue de  $11 \mu\text{g/L}$ , bajó hasta  $9 \mu\text{g/L}$  durante el ciclo 0, y se fue incrementando a través de los ciclos de reciclado hasta el valor de  $13 \mu\text{g/L}$  durante el ciclo 4, y  $12 \mu\text{g/L}$  para el ciclo 6. A pesar del incremento del níquel conforme aumentan los ciclos de reciclado, la cantidad en la que aumenta es del orden de  $3 \mu\text{g/L}$ , mientras que la concentración media del

tratamiento fue de  $11 \pm 2 \mu\text{g/L}$ . El aumento de  $3 \mu\text{g/L}$  al final de 6 ciclos de reciclado es despreciable, pero indica que el níquel aumenta su concentración durante el reciclado, así que una concentración mayor del níquel en el agua residual cruda representaría un problema para el proceso.

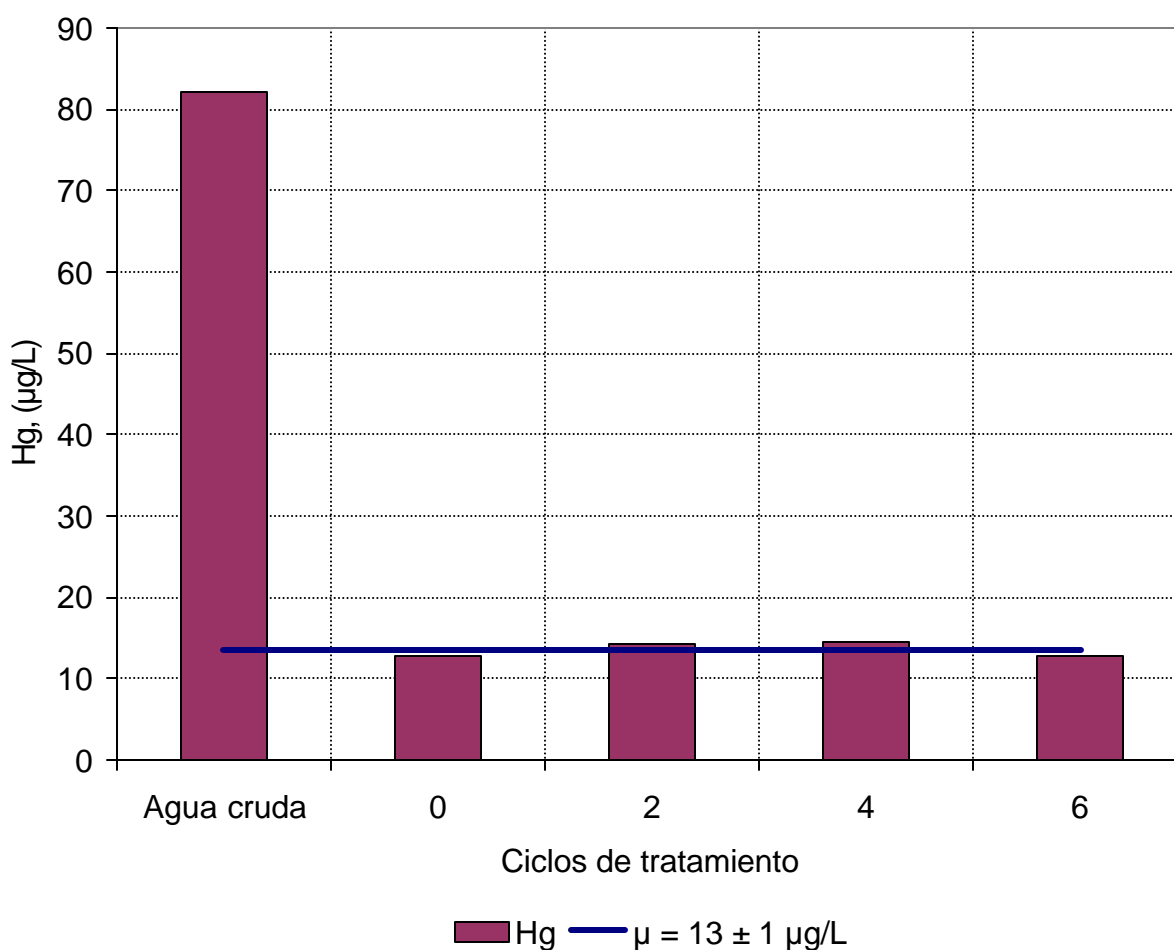


**Figura 53. Comportamiento del níquel durante seis ciclos de reciclado.**

#### 7.9.3.5. Comportamiento del mercurio durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 54 se muestra la concentración del mercurio en  $\mu\text{g/L}$  durante los ciclos de reciclado. La concentración del mercurio en el agua residual fue de  $82.2 \mu\text{g/L}$  que

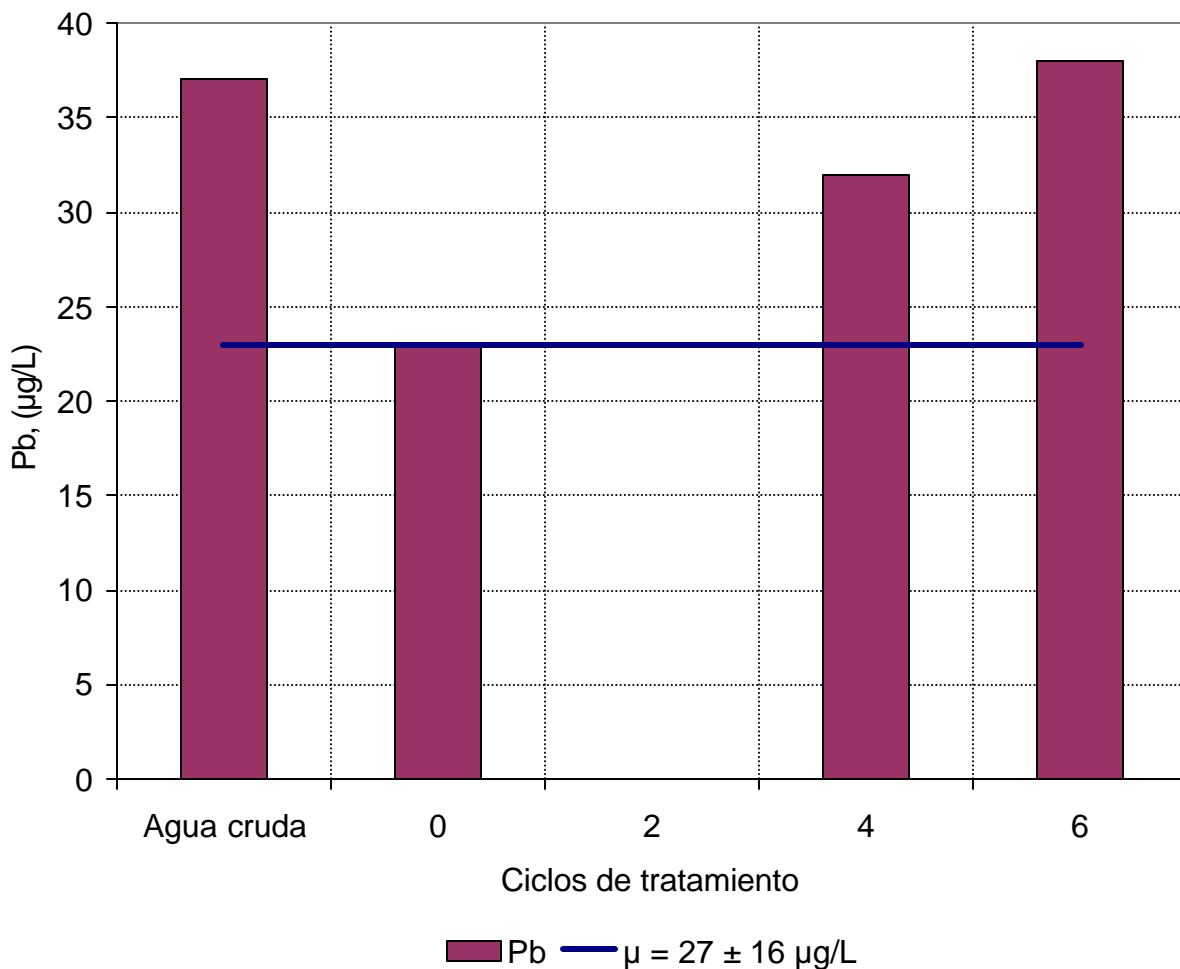
supera por mucho al 0.001 mg/L (1 µg/L) prescrito como límite máximo permisible en su modalidad de promedio diario en la NOM-001-ECOL-1996 que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales. Al ser tratada el agua residual con el sulfato de aluminio grado reactivo durante el ciclo 0 la concentración del metal en el efluente fue de 13 µg/L y no rebasó los 14 µg/L en los ciclos restantes, por lo tanto el impacto del reciclado del coagulante recuperado no fue significativo, pues la concentración promedio del mercurio en el efluente fue de  $13 \pm 1$  µg/L .



**Figura 54. Comportamiento del mercurio durante seis ciclos de reciclado.**

### 7.9.3.6. Comportamiento del plomo durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 55 se muestra el comportamiento de la concentración del plomo en  $\mu\text{g/L}$  durante los ciclos de reciclado. La concentración del plomo en el agua residual cruda fue de  $37 \mu\text{g/L}$ , concentración que permaneció sin cambio para el ciclo 0, a la vez que para el ciclo 2 la concentración del metal estuvo por debajo del límite de detección, mientras que durante el ciclo 4 la concentración fue de  $32 \mu\text{g/L}$  y  $38 \mu\text{g/L}$  en el ciclo 6. En consecuencia, la concentración promedio del plomo en el efluente tratado fue de  $27 \pm 16 \mu\text{g/L}$ . Por tanto, el plomo se acumula durante los ciclos de reúso, hasta igualar la concentración del efluente, lo cual es una desventaja para el proceso de recuperación.

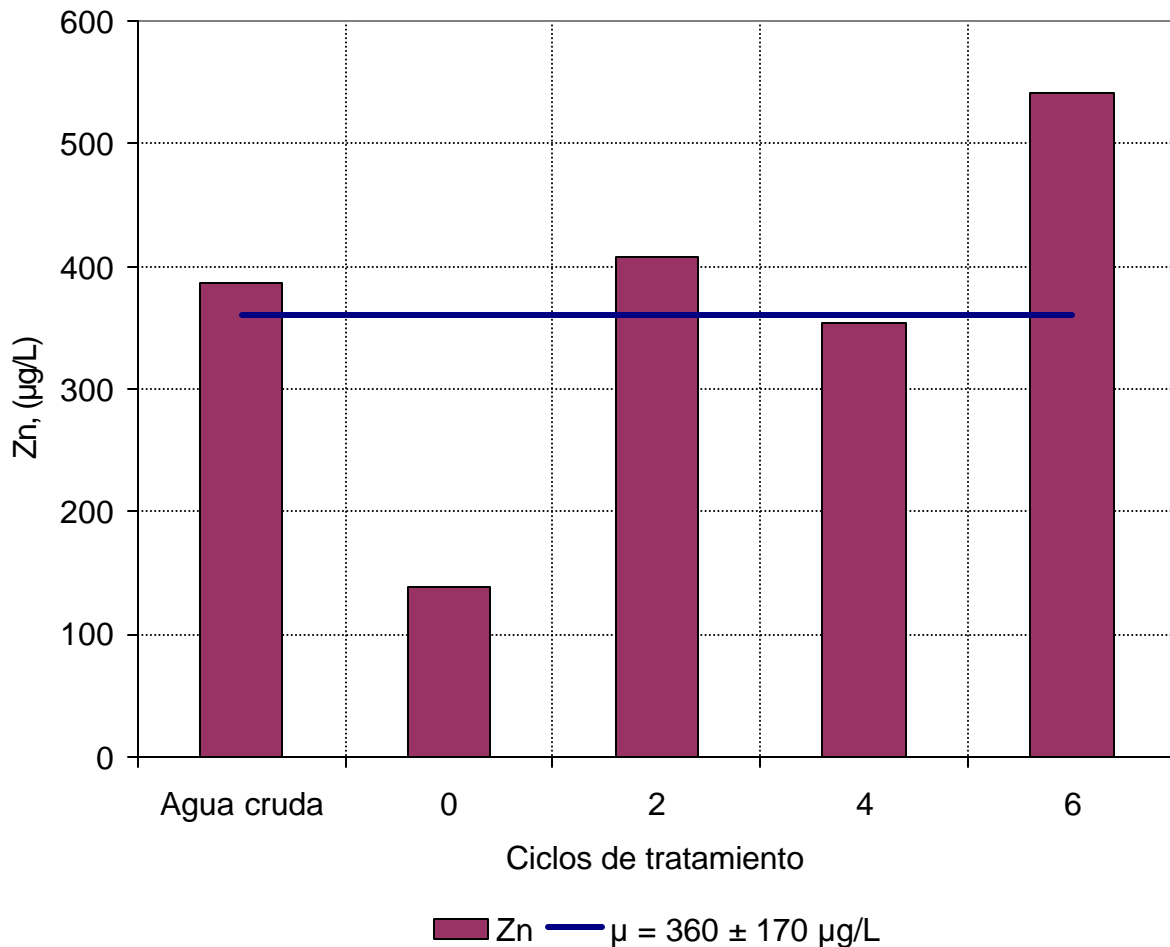


**Figura 55. Comportamiento del plomo durante seis ciclos de reciclado.**



### 7.9.3.7. Comportamiento del zinc durante seis ciclos de reciclado

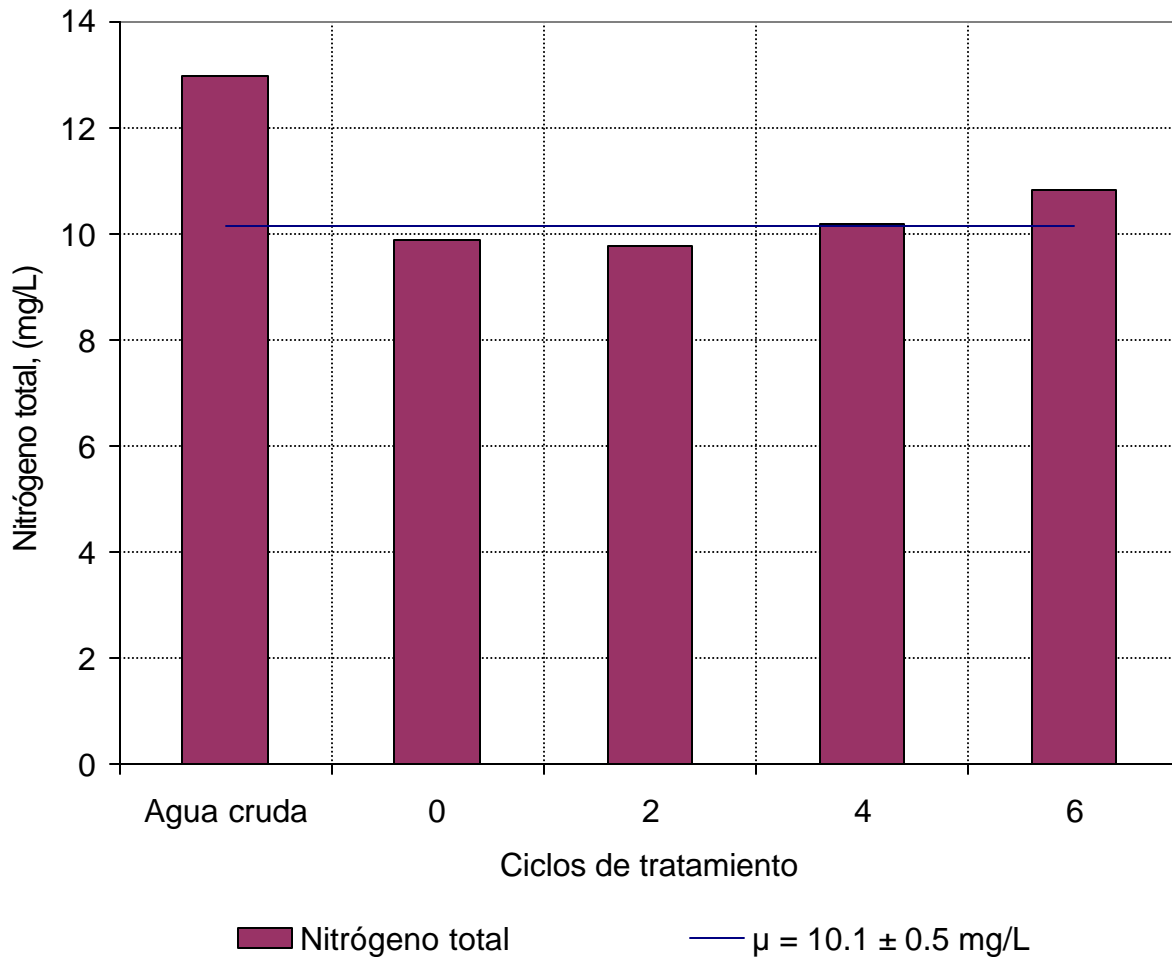
En la Figura 56 se muestra el comportamiento de la concentración del zinc en  $\mu\text{g/L}$  durante los ciclos de reciclado. El agua residual cruda tuvo una concentración de zinc de  $386 \mu\text{g/L}$  que descendió hasta  $138 \mu\text{g/L}$  para el ciclo 0. Con respecto a la concentración del metal en los ciclos de reciclado, ésta se elevó hasta  $542 \mu\text{g/L}$  en el ciclo 6, lo cual representa un 40% de incremento con respecto a la concentración del agua residual sin tratar, y un incremento de cuatro veces con respecto a la concentración alcanzada durante el ciclo 0. La concentración promedio del zinc durante los ciclos de reciclado sin considerar el ciclo 0 fue de  $434 \pm 79 \mu\text{g/L}$ , por tanto, el zinc representa una desventaja evidente para el reciclado del sulfato de aluminio recuperado. Por otra parte, la concentración del zinc hasta el sexto ciclo de reciclado fue 18.5 veces inferior al límite máximo permisible de  $10 \text{ mg/L}$ , fijado como promedio diario en la NOM-001-ECOL-1996 (SEMARNAP, 1997), por lo que en consecuencia, de continuar acumulándose a razón de hasta 40% cada 6 ciclos se requieren 60 ciclos de reciclado para que el zinc rebase la concentración de la norma señalada.



**Figura 56. Comportamiento del zinc durante seis ciclos de reciclado.**

#### **7.9.4. Comportamiento del nitrógeno durante seis ciclos de reciclado**

En la Figura 57 se muestra el comportamiento de la concentración del nitrógeno total en los ciclos de reciclado ensayados. La concentración del nitrógeno total en el agua residual cruda fue de 13 mg/L, después de tratar el agua con el sulfato de aluminio grado reactivo en el ciclo 0 la concentración del nitrógeno en el efluente fue de 9.8 mg/L, concentración que cambió poco durante los ciclos de reciclado pues tuvo una media de  $10.1 \pm 0.5$  mg/L.



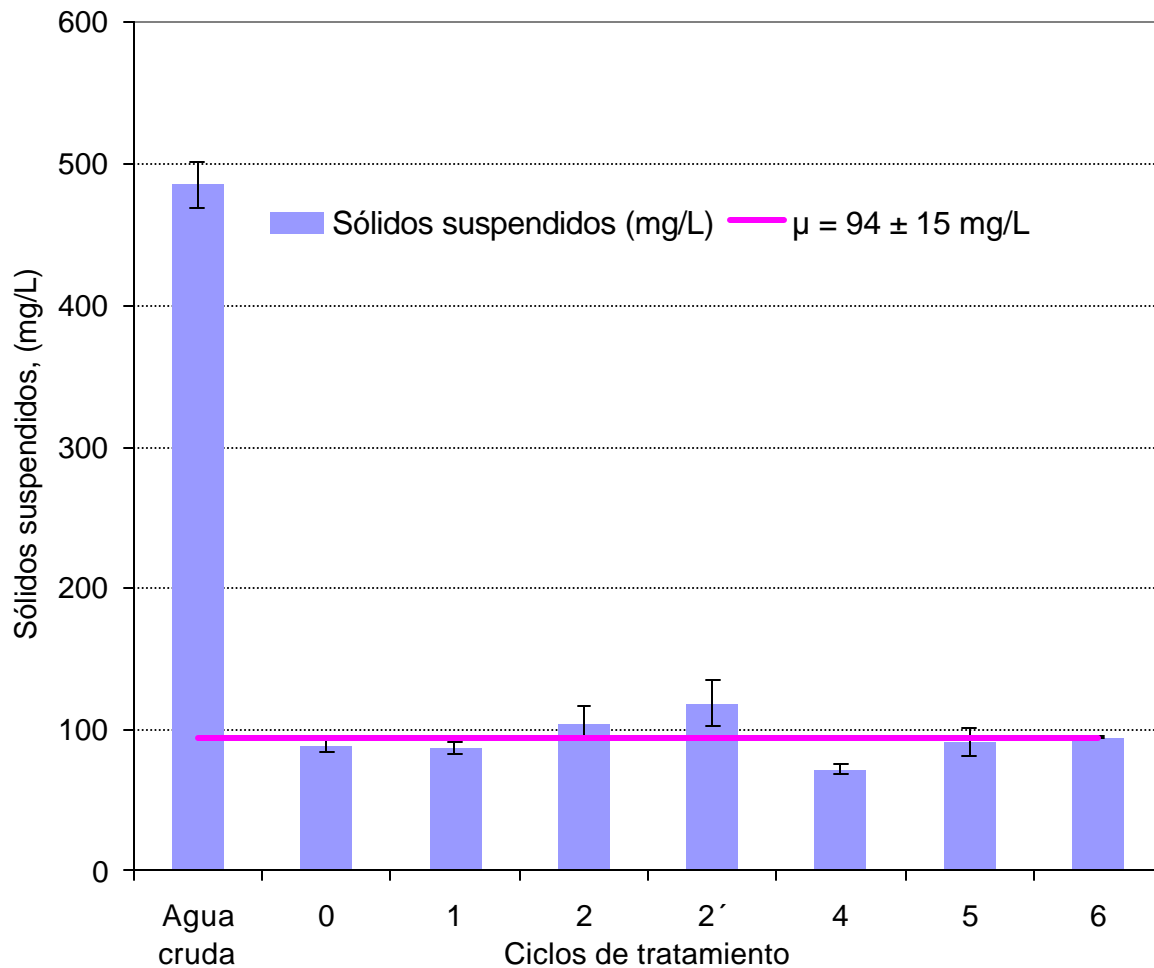
**Figura 57. Comportamiento del nitrógeno total durante seis ciclos de reciclado.**

### **7.9.5. Comportamiento de los sólidos suspendidos durante seis ciclos de reciclado**

En la Figura 58 se muestra el comportamiento de los sólidos suspendidos en mg/L durante los seis ciclos de reciclado ensayados. El agua sin tratamiento presentó un valor de  $485 \pm 17$  mg/L, una vez tratada con el sulfato de aluminio grado reactivo, ciclo 0, el valor de los sólidos suspendidos fue de  $88 \pm 4$  mg/L. En el primer ciclo de reciclado el valor de los sólidos suspendidos fue de  $86 \pm 4$  mg/L. Posteriormente, el valor de los

sólidos suspendidos aumentó hasta  $105 \pm 13$  mg/L durante el ciclo 2, simultáneamente se probó la eficiencia de la corriente de recuperado sin compensarla con el sulfato de aluminio grado reactivo (ciclo 2'), y se obtuvo una concentración de sólidos suspendidos de  $119 \pm 17$  mg/L, que significa un 13% de aumento con respecto al ensayo del ciclo 2, por lo que la calidad de la corriente de recuperado es adecuada para eliminar sólidos suspendidos ya que su uso exclusivo logra hasta un 75% de eficiencia y si se le compensa con sulfato de aluminio puede lograr inclusive eficiencias de 82%.

En el ciclo 4 se logró una disminución de sólidos suspendidos aún mayor que la alcanzada durante el ciclo 0, al obtener una concentración de  $72 \pm 4$  mg/L. Por lo que respecta a los ciclos restantes las concentraciones alcanzadas de  $91 \pm 10$  mg/L, para el ciclo 5, y de  $95 \pm 1$  mg/L para el ciclo 6, sugieren que la eficiencia del sulfato de aluminio recuperado para eliminar sólidos suspendidos no presenta una disminución significativa al transcurso de varios ciclos de reciclado, ya que la concentración promedio durante los ciclos de reciclado fue de  $94 \pm 15$  mg/L.



**Figura 58. Comportamiento de los sólidos suspendidos durante seis ciclos de reciclado.**

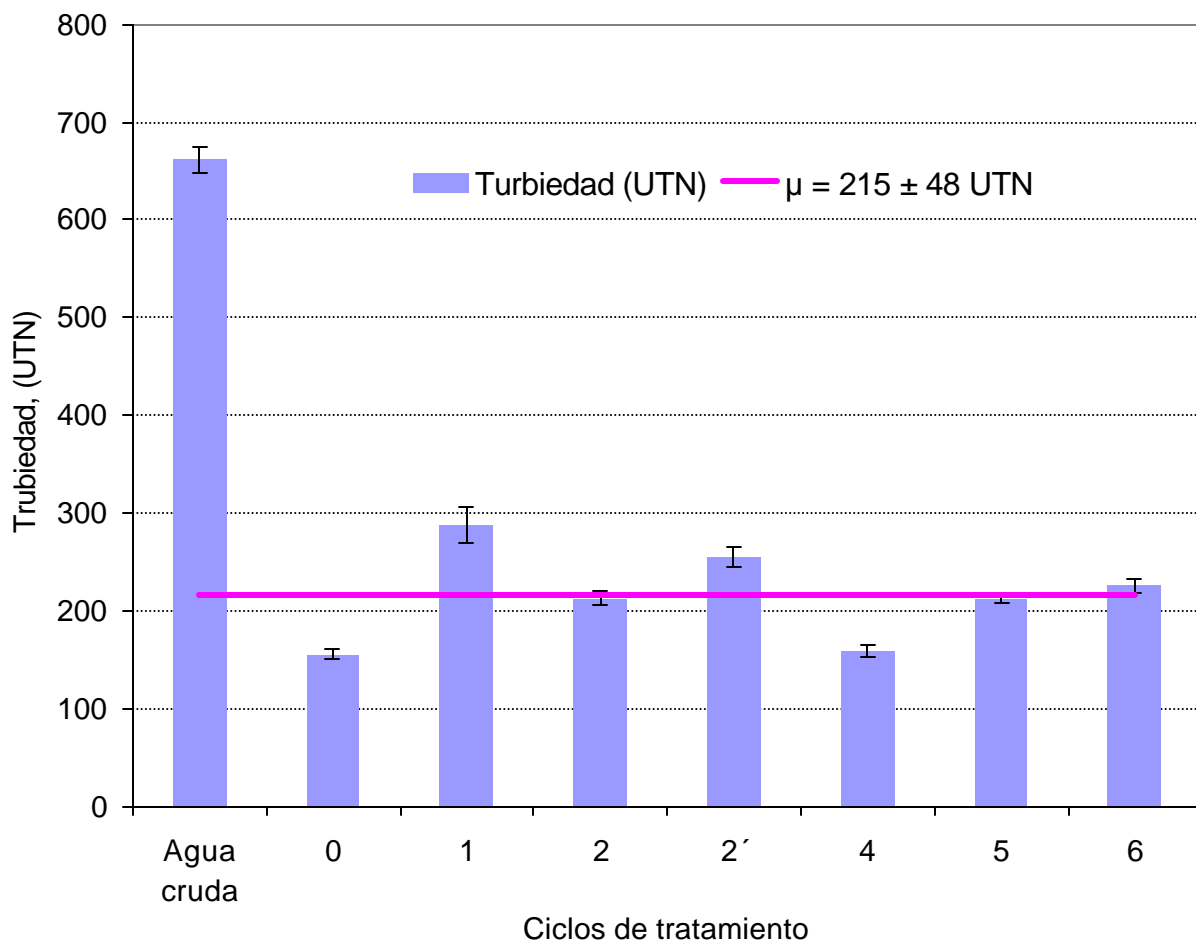
### 7.9.6. Comportamiento de la turbiedad durante seis ciclos de reciclado

En la Figura 59 se muestra el comportamiento de la turbiedad en UTN vs los seis ciclos de reciclado ensayados (70% de sulfato de aluminio recuperado + 30% de sulfato de aluminio grado reactivo). El agua cruda presentó un valor de  $662 \pm 13$  UTN, que al ser tratada con el sulfato de aluminio grado reactivo, ciclo 0, disminuyó hasta  $155 \pm 5$  UTN, mientras que al ensayar el uso del coagulante recuperado, ciclo 1, la turbiedad disminuyó hasta  $287 \pm 18$  UTN. En el ciclo 2 la turbiedad resultante fue de  $213 \pm 7$  UTN,

mientras que para el ciclo 2', en el cual se utilizó el coagulante recuperado sin compensar con sulfato de aluminio grado reactivo, la turbiedad fue de  $255 \pm 10$  UTN.

Para el ciclo 4 la turbiedad residual en el agua tratada con el coagulante recuperado fue de  $159 \pm 7$  UTN, que es muy similar a la lograda en el ciclo 0. Por lo que concierne a los ciclos faltantes la turbiedad alcanzada fue de  $212 \pm 5$  UTN para el ciclo 5 y  $226 \pm 8$  UTN para el ciclo 6.

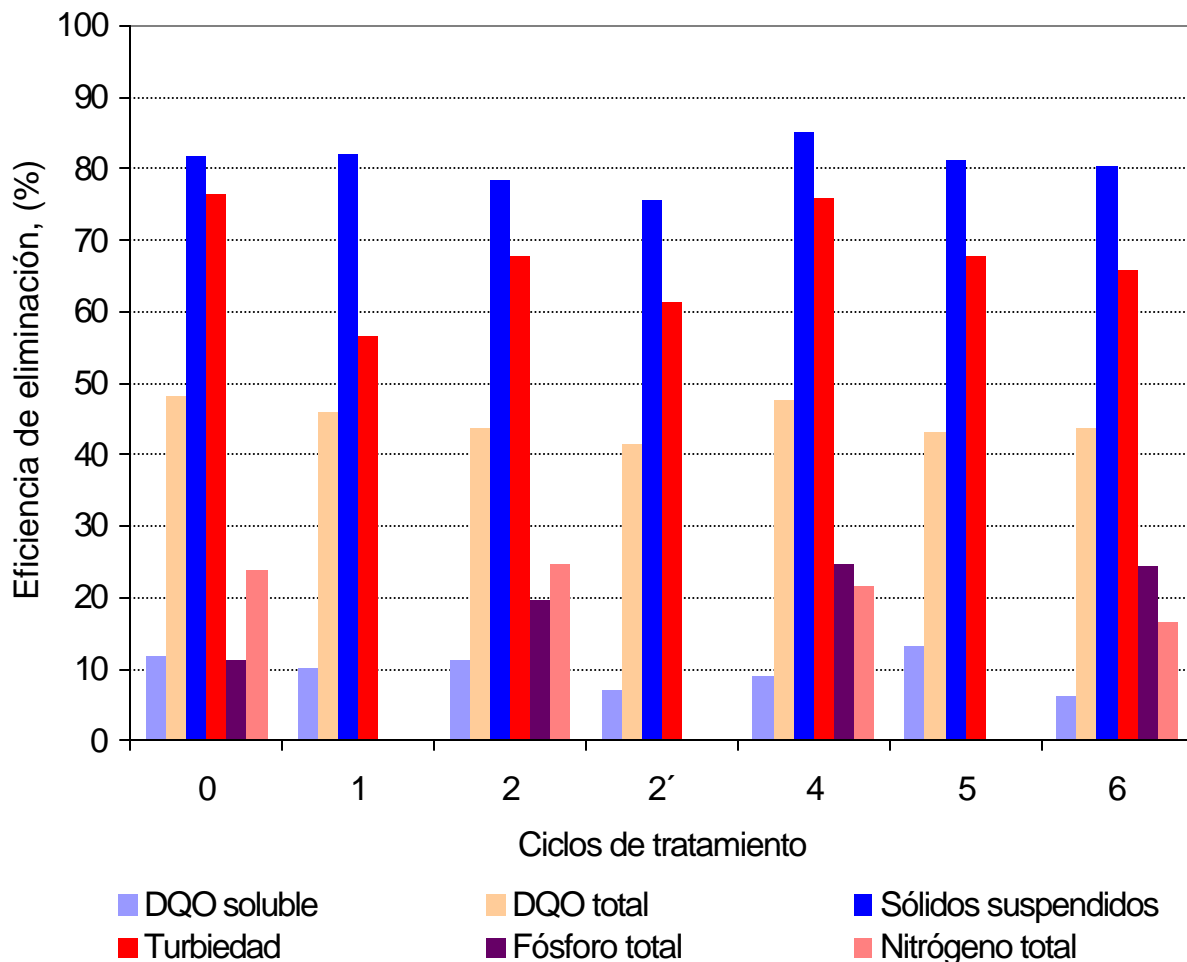
Con excepción del ciclo 4 los valores de turbiedad alcanzados al utilizar el coagulante recuperado fueron sensiblemente mayores, entre un 36 y 85%, que al utilizar el sulfato de aluminio grado reactivo.



**Figura 59. Comportamiento de la turbiedad durante seis ciclos de reciclado.**

### 7.9.7. Eficiencias de eliminación de la DQO, del fósforo total, de metales, de nitrógeno total, de sólidos suspendidos y de la turbiedad durante los seis ciclos de reciclado

En la Figura 60 se muestran las eficiencias de eliminación de la DQO (total y soluble), del fósforo total, del nitrógeno total, de los sólidos suspendidos y de la turbiedad para los seis ciclos de tratamiento realizados.



**Figura 60. Eficiencias de eliminación de DQO (total y soluble), de sólidos suspendidos, turbiedad, fósforo total y nitrógeno total durante los seis ciclos de reciclado.**

Con lo que respecta a la DQO soluble se consiguió la mejor eficiencia de eliminación de 13 por ciento en el ciclo 5, la cual fue de la misma magnitud que la alcanzada en el ciclo 0 de 12 por ciento, mientras que la más desfavorable fue en el ciclo 6 con un 6%. La eficiencia de eliminación de DQO total fue mayor al lograrse valores de hasta 48% en el ciclo 0 y el 4, sin que la eficiencia descendiera por debajo del 42 por ciento que se obtuvo en el ciclo 2', es decir al utilizar el coagulante sin compensar el 30% de sulfato de aluminio grado reactivo.

Por lo que concierne al fósforo total se obtuvo una eficiencia promedio de eliminación de  $22.8 \pm 2.3\%$  al utilizar el coagulante recuperado, mientras que la eficiencia al ensayar con el sulfato de aluminio grado reactivo (ciclo 0) fue de 11%, tal diferencia entre el uso del sulfato de aluminio grado reactivo y el coagulante recuperado, es provocada por la escasa diferencia entre las concentraciones remanentes en el efluente, pues 1 mg/L equivale prácticamente a un 10% de eficiencia de eliminación, por lo que es posible considerar que no existe una diferencia significativa en la eliminación del fósforo total con el uso del sulfato de aluminio grado reactivo y el recuperado.

Para el caso del nitrógeno total la eficiencia promedio de eliminación fue de  $21 \pm 3\%$ , muy similar a la de 24% obtenida al usar el sulfato de aluminio grado reactivo, por lo que no existe un efecto significativo en el reciclado del coagulante recuperado sobre la eliminación del nitrógeno total.

En el caso de los sólidos suspendidos la mejor eficiencia de eliminación se presentó en el ciclo 4 con un 85%, y la menor en el ciclo 2' al ser 76%.

Las mejores eficiencias de eliminación de turbiedad se observaron en el ciclo 0 (77%) y durante el ciclo 4 (76%), sin embargo, en el ciclo 1 se registró una eficiencia de 57% la cual ya resulta muy alejada de 77% original del ciclo 0. Por lo que respecta a los demás ciclos de reciclado la diferencia en eficiencia de eliminación con respecto al ciclo 0 es de 11 unidades porcentuales, con excepción del ciclo 2' (16 unidades).



En la Tabla 40 se reporta el resumen de los datos de las eficiencias de eliminación de los parámetros descritos y también el comportamiento de las eficiencias de eliminación de los metales analizados, de forma complementaria se reporta en la Tabla 41 el aumento en la concentración de los metales por el efecto de la recirculación del coagulante recuperado.

**Tabla 40. Eficiencias de eliminación de la DQO, del fósforo total, de metales, de nitrógeno total, de los sólidos suspendidos y de la turbiedad durante los ciclos de reciclado.**

Ciclos de tratamiento	Eficiencia de eliminación (%)						
	DQO soluble	DQO total	Sólidos suspendidos	Turbiedad	Fósforo total	Nitrógeno total	
0	12	48	82	77	11	24	
1	10	46	82	57			
2	11	44	78	68	20	25	
2'	7	42	76	61			
4	9	48	85	76	25	22	
5	13	43	81	68			
6	6	44	80	66	24	17	
Ciclos de tratamiento	Eficiencia de eliminación (%)						
	As	Cd	Cr	Hg	Ni	Pb	Zn
0	D.L.D.	D.L.D.	36	85	18	0	64
2	*	D.L.D.	29	83	9	D.L.D.	*
4	52	D.L.D.	43	82	*	14	8
6	56	Aumentó	36	85	*	*	*

D.L.D. debajo del límite de detección.

\* Aumento debido a los ciclos de reciclado, ver .

**Tabla 41 Porcentaje de aumento en la concentración de metales durante los seis ciclos de reúso.**

Ciclos de tratamiento	As	Ni	Pb	Zn
0	D.L.D.	*	*	*
2	15	*	*	5
4	*	18	*	*
6	*	9	3	40

D.L.D. debajo del límite de detección.

\* Disminución en la concentración.

El arsénico estuvo presente en concentraciones muy cercanas al límite de detección, por lo que incluso en el ciclo cero no fue detectado, pero sí en los ciclos restantes. Durante el ciclo 2 la concentración del metal se elevó hasta 31 µg/L (superior a la del agua cruda 27 µg/L), no obstante la concentración del arsénico en los ciclos 4 y 6 fue tal que la eficiencia promedio de eliminación en estos ciclos fue de  $54 \pm 1\%$ , que indica que no hubo acumulación del arsénico durante los ciclos de reciclado.

Con respecto al cadmio las concentraciones obtenidas por debajo del límite de detección y la obtenida en el ciclo 6 de 2 µg/L indican que este metal está presente en niveles traza, y en consecuencia no es posible predecir si al estar presente en concentraciones más elevadas en el agua residual aumentará o disminuirá su presencia en el efluente tratado con coagulante recuperado.

Para el cromo la eficiencia de eliminación promedio durante los ciclos de reciclado (incluyendo al ciclo 0) fue de  $36 \pm 5\%$ , y no hubo acumulación de este metal durante los ciclos de reciclado.

Por lo que respecta al mercurio la eficiencia promedio de eliminación fue de  $83 \pm 1\%$ , además no existió acumulación de este metal durante los ciclos de reciclado.

En lo que se refiere al níquel se observó una eficiencia promedio de eliminación de  $0 \pm 14\%$ , al presentarse un aumento por los ciclos de reciclado. El níquel aumentó durante los ciclos de reciclado en una magnitud de hasta  $3 \mu\text{g/L}$ , tal cantidad puede considerarse despreciable, sin embargo, si la concentración de níquel en el agua residual estuviera muy cercana a la norma (*i.e.* la NOM-001-ECOL-1996), tal comportamiento del metal sería un problema para el reciclado del coagulante recuperado.

En el caso del plomo la eficiencia promedio de su eliminación, descontando el evento en el que su concentración está por debajo del límite de detección, de  $4 \pm 7\%$  indica el escaso efecto del coagulante sobre el metal y a la vez una ligera acumulación durante los ciclos de reciclado.

Por lo que respecta al zinc su concentración aumentó durante los ciclos de reciclado, y en consecuencia, puede representar un problema para el reciclado del coagulante recuperado, si su concentración inicial en el agua cruda es cercana a la fijada en alguna norma de descarga (*i.e.* la NOM-001-ECOL-1996).

La eficiencia de eliminación de los diversos parámetros ensayados demuestran que el impacto de reusar el sulfato de aluminio como coagulante al transcurso de los seis ciclos de la prueba es poco significativo, a excepción de la acumulación del zinc.

No obstante, las eficiencias de depuración del agua residual al utilizar el sulfato de aluminio grado reactivo fueron por lo general superiores a las logradas con el coagulante recuperado, y notoriamente mejores en el caso de la turbiedad.

## 8. Conclusiones y recomendaciones

Con base en los resultados obtenidos se concluye que es posible conseguir una eficiente extracción de aluminio de manera técnica y económica de los lodos de un TPA al utilizar tiempos de contacto de 15 minutos, preferentemente con velocidades de agitación que permitan lograr gradientes bajos en el orden de  $141s^{-1}$ , tomando en consideración que la eficiencia de extracción aunque mejora al aumentar la intensidad de mezclado no lo hace de manera significativa. Por tanto, no se justifica desde el punto de vista económico el aumento del nivel de mezclado.

Por lo que se refiere al reciclado del aluminio recuperado a distintos valores de pH se logró establecer que no existe una diferencia significativa entre el reciclado del aluminio extraído a un valor de pH de 2.0 y 3.0. En contraste, el pH de extracción de 4.0 aumenta la conductividad del efluente debido al gran volumen de coagulante que se requiere utilizar en el tratamiento y a que las corrientes de recuperado son soluciones de alta conductividad ( $>2500 \mu m/cm$ ).

En lo que respecta al contenido de los sólidos totales en el lodo fue posible determinar que éstos tienen un importante papel en la extracción. Con un contenido de sólidos de 4.2% y un pH de 2.0 se logró alcanzar una relación de 2.0 moles de ácido/mol de  $Al^{3+}$  extraído, lo que significa en costos que es posible obtener hasta 3.6 pesos del aluminio recuperado por cada peso de ácido sulfúrico invertido. Incluso se determinó que no importa la cantidad de sólidos que se tenga o el pH de operación que se utilice (en el intervalo de operación de 2.0 a 3.0), siempre habrá una recuperación económica.

La concentración de aluminio inherente al agua residual es una condición importante en la recuperación de aluminio del lodo, pues aquel se encuentra presente principalmente en forma suspendida y es retirado del agua tratada durante el proceso de floculación-coagulación, por lo que se integra al lodo residual y no necesariamente son especies de

aluminio que se pueden disolver con el ácido sulfúrico. Es por esta razón que utilizar el criterio de extracciones sucesivas resulta más indicado para calcular la eficiencia con la que se recupera el aluminio del lodo. Así se estableció que la eficiencia en la recuperación del aluminio de los lodos de un TPA por vía ácida no selectiva es hasta del 77%.

En lo que respecta a la calidad del efluente que es posible lograr al reusar el sulfato de aluminio en el proceso de tratamiento se determinó que no sufre variaciones significativas a través de seis ciclos de reciclado, e incluso se logran porcentajes de eliminación de 85% en sólidos suspendidos, 48% para la DQO y hasta 76% para turbiedad en el cuarto ciclo de reciclado. Por lo que respecta al fósforo total se logró una eficiencia de eliminación del 23% y de 21% para el nitrógeno total. En cuanto a los metales solamente el zinc presenta problemas de acumulación que podrían ser adversos al proceso al aumentar hasta en 40% al final de seis ciclos de reciclado con respecto a la concentración del agua residual cruda. En consecuencia, a pesar de que en el ensayo realizado al final de los seis ciclos de reciclado la concentración del zinc estuvo 18.5 veces por debajo del límite máximo permisible como promedio diario en la NOM-001-ECOL-1996, si el agua residual cruda tiene una concentración de zinc muy cercana a la de la norma, el reciclado del coagulante se vería seriamente comprometido.

La facilidad para el desaguado del lodo acidificado a pH de 2.0 expresada por medio de la resistencia específica a la filtración resultó 40% superior respecto a la del lodo crudo, por lo que las características de desaguado del lodo acidificado son más desfavorables, y la separación del coagulante se vuelve más complicada y debe estudiarse con detalle pues ello es contrario a lo que se esperaría de acuerdo con la literatura.

Por lo que respecta al aspecto microbiológico se determinó que el ácido sulfúrico es eficiente para destruir coliformes fecales al ensayar intervalos de pH inferiores a 3.0, hasta alcanzar un nivel de biosólidos clase A como lo marca la EPA para este

parámetro. No obstante, para el caso de los huevos de helmintos, la adición del ácido sulfúrico hasta lograr valores de pH similares a 2.0, no logra destruir estos organismos por lo que los lodos resultantes de este proceso deben ser desinfectados, ya sea con cal o con algún ácido orgánico (Barrios *et al.*, 2000/b), para evitar los riesgos en su manejo y disposición.

Por todo lo anterior, y debido a la complejidad del proceso se recomienda su escalamiento a nivel de planta piloto para obtener las condiciones de operación de los procesos involucrados, en condiciones fuera del laboratorio, así como, para afinar costos.

## 9. Referencias

- APHA, AWWA, WEF, 1995. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 19ª edición, Estados Unidos de América.
- AWWA, 1990. *Water Quality and Treatment*, Ed. McGraw-Hill, 4ª. Edición, Estados Unidos de América, p. 295.
- Barrios, J. A., Jiménez, B., González, O., Salgado, G., Sanabria, L. e Iturbe, R., 2000/a. Destrucción de coliformes fecales y huevos de helmintos en lodos fisicoquímicos por vía ácida, *XII Congreso Nacional 2000. FEMISCA. AIDIS*. Morelia, Michoacan. Tomo I, 683-692.
- Barrios, J. A., Jiménez, B., Maya, C. y Salgado, G., 2000/b. Comparación de la estabilización alcalina y el tratamiento ácido para la destrucción de coliformes fecales y huevos de helmintos en lodos fisicoquímicos, *Segundo Simposio Internacional de Tratamiento y Reúso del Agua, Agua Residual y Residuos Industriales*, México.
- Benefield, L. D., Judkins, J. F. y Weand, B. L., 1982. *Process Chemistry For Water and Wastewater Treatment*, Ed. Prentice Hall, Inc., Estados Unidos de América, pp. 195-197.
- Bishop, M. M., Rolan, A. T., Bailey, T. L. y Cornwell, D. A., 1987. Testing of Alum Recovery for Solids Reduction and Reuse, *Journal AWWA*, Vol. 79, No.6, 76-83.
- Bishop, M. M., Cornwell, D. A. y Bailey, T. L., 1991. Mechanical Dewatering of Alum Solids and Acidified Soilds: an Evaluation, *Journal AWWA*, Vol. 83, No. 9, 50-56.
- CEM, 1991. *Microwave Sample Preparation Note*, Innovations in microwave technology, *App. Note: EN-1*.
- Chávez, A. y Jiménez, B., 2000. Determinación del efecto del gradiente y del tiempo agitación sobre la distribución del tamaño de partículas y del contenido de huevos de helminto en el agua residual, *Segundo Simposio Internacional de Tratamiento y Reúso del Agua, Agua Residual y Residuos Industriales*, México.

- 
- Cheng, B. H. H., King, P. H. y Randall, C. W., 1976. Alum Recovery from Representative Water-Treatment Plant Sludges, *Journal AWWA*, 204-207.
- Christensen, G. L., 1983. Units for Specific Resistance, *Journal WPCF*, Vol. 55, No. 4, 417-419.
- Christensen, G. L. y Dick, R. I., 1985/a. Specific Resistance Measurements: Nonparabolic Data, *Journal of Environmental Engineering*, Vol. 111, No. 3, 243-257.
- Christensen, G. L. y Dick, R. I., 1985/b. Specific Resistance Measurements: Methods and Procedures, *Journal of Environmental Engineering*, Vol. 111, No. 3, 258-271.
- Chu, W., 1999. Lead Metal Removal by Recycled Alum Sludge, *Wat. Res.*, Vol. 33, No. 13, 3019-3025
- Committee Report, 1978. Water Treatment Plant Sludges - an Update of the State of the Art: part 1, *Journal AWWA*, Vol. 70, 498-503.
- Cornwell, D. A., Bishop, M., Gould, R., Vandermeijden, C. y Environmental Engineering & Tech., 1987. *Handbook of Practice Water Treatment Plant Waste Management*, AWWA Research Foundation and AWWA, Estados Unidos de América.
- Cornwell, D. A. y Lemunyon, R. M., 1980. Feasibility Studies on Liquid Ion Exchange for Alum Recovery from Water Treatment Plant Sludges, *Journal AWWA*, Vol. 72, No. 1, 64-68.
- Cornwell, D. A. y Susan, J. A., 1979. Characteristics of Acid-Treated Alum Sludges, *Journal AWWA*, Vol. 71, No. 9-12, 604-608.
- Cornwell, D. A. y Zoltek, J., 1977. Recycling of Alum Used for Phosphorus Removal in Domestic Wastewater Treatment, *Journal WPCF*, Vol. 49, No. 5, 600-612.
- Droste, R. L., 1997. *Theory and Practice of Water and Wastewater Treatment*, Ed. John Wiley & Sons, Inc., Canadá, p. 738.
- EPA, 1992. *Control of Pathogens and Vector Attraction in Sewage Sludge*, EPA/65/R-92/013, WEF, Estados Unidos de América, 152.
- EPA, 1994/a. *A Plain English Guide to the EPA, Part 503 Biosolids Rule*, EPA/832/R-93/003, WEF, Estados Unidos de América, 176.



- EPA, 1994/b. *Land Application of Sewage Sludge: A Guide for Land Appliers on the Requirements of the Federal Standards for the used of Disposal of Sewage Sludge*, 40 CFR Part 503, EPA/831-B-93-002b, WEF, Estados Unidos de América, 62.
- EPA, 2000. *SW-846 Manual*, www.epa.gov.
- Fulton, G, 1974. Recover Alum to Reduce Waste-Disposal Costs, *Journal AWWA*, Vol. 66, No. 5-8, 312-318.
- HACH, 1996. DR/2010 Spectrophotometer Handbook. HACH Company. Estados Unidos de América.
- Hurtado, C., 1996. *Elección de un coagulante y un floculante para el tratamiento del agua del Valle de México por un tratamiento primario avanzado*, Tesis de licenciatura en Ingeniería Química, Facultad de Química, UNAM, México.
- INE, 1993. *Norma Oficial Mexicana: NOM-052-ECOL-1993. Que establece las características de los residuos peligrosos, el listado de los mismos y los límites que hacen a un residuo peligroso por su toxicidad al ambiente*, Diario Oficial de la Federación, México, 22-10-93.
- INE, 1999. *Ley General del Equilibrio Ecológico y Protección al Medio Ambiente*, Porrúa, 17ª edición, México.
- Jiménez, B., Muñoz, A. y Barrios, J. A., 1997. *Estudio para fundamentar la propuesta de norma oficial mexicana en materia de tratamiento y disposición de lodos provenientes de plantas de tratamiento de aguas municipales*, Informe final elaborado para la Comisión Nacional del Agua, Instituto de Ingeniería UNAM, Proyecto 8313, México.
- Kawamura, S., 1991. *Integrated Design of Water Treatment Facilities*, Ed. John Wiley & Sons, Inc., Estados Unidos de América, p. 628.
- Kirk-Othmer, 1961. *Enciclopedia de Tecnología Química*, Editorial Hispanoamericana, México, pp. 117-119.
- Lue-Hing, C., Zenz, R. D. y Kuchenrither, 1992. *Municipal Sewage Sludge Management: Processing, Utilization and Disposal*, Ed. Technomic. Lancaster, Estados Unidos de América, p. 663.

- Masides, J. y Mata, J. , 1986. The Recovery of Aluminium Sulfate Used as a Coagulant in Wastewater Treatment, *Chemical Water and Wastewater Treatment*, Schriftenreihe ISWW Karlsruhe BD 50, pp. 333-344.
- Masides, J., Mata-Alvarez, J. y Soley, J., 1988. A Feasibility Study of Alum Recovery in Wastewater Treatment Plants, *Wat. Res.*, Vol. 22, No. 4, 399-405.
- Masschelein, W. J., Devleminck, R. y Genot, J., 1985. The Feasibility of Coagulant Recycling by Alkaline Reaction of Aluminium Hydroxide Sludges, *Water Res.*, Vol. 19, No. 11, 1363-1368.
- Metcalf & Eddy, Inc., 1991. *Wastewater Engineering: Treatment, Disposal, and Reuse*, Ed. McGraw-Hill International Editions, 3ª edición, Estados Unidos de América, p. 1334.
- Montgomery, D., 1991. *Diseño y Análisis de Experimentos*, Grupo Editorial Iberoamérica, México.
- Nilsson, R., Jokinen S. y Kemira Kemi Ab. 1997. *Method for the Treatment of Water Treatment Sludge*, Appl. No.: 564,212, 16/07/1994, U.S. Patent 005674402, 7/10/1997, Suecia.
- Petruzzelli, D., Volpe, A., Limoni, N. y Passino, R., 2000. Coagulants Removal and Recovery from Water Clarifier Sludge, *Wat. Res.*, Vol. 34, No. 7, 2177-2182.
- Reynolds, T. D. y Richards, P. A., 1996. *Unit Operations and Processes in Environmental Engineering*, Ed. PWS Publishing Company, segunda edición, Estados Unidos de América,
- Romero, J., 1999. *Calidad del Agua*, Editorial Alfaomega, México, p. 170.
- Russell, J. y Larena, A., 1994. *Química General*, Ed. McGraw-Hill, México, p. 646.
- Sawyer, C. N., MacCarty, P.L., Parkin, G. F., 1994. *Chemistry for Environmental Engineering*, Ed. McGraw-Hill Inc., 4ª. Edición, Estados Unidos de América, pp. 332-341.
- SEMARNAP, 1997. *Norma Oficial Mexicana: NOM-001-ECOL-1996. Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales*, Diario Oficial de la Federación, México, 06-01-97, 68-85.

- Sengupta, A. y Lehigh University, 1994. *Cyclic Process for Selective Coagulant Recovery from Clarifier Sludge*, Appl. No.: 904, 434, 24/06/1992, U.S. Patent 5, 304, 309, 19/04/1994, Bethlehem, Pa.
- Sengupta, A. y Shi, B., 1992. Selective Alum Recovery From Clarifier Sludge, *Journal AWWA*, Vol. 84, No. 1, 96-103.
- Sengupta, A., Li, P., Cumbal, L. y Gokhale, S., 1997. *Selective Alum Recovery from Water Treatment Residuals*, Ed. AWWA Research Foundation and AWWA, Estados Unidos de América.
- Shao, J. Y., Liu A., Wada, F., Crosse, J. y Jenkins, D., 1996. Advanced Primary Treatment: an Alternative to Biological Secondary Treatment. The City of Los Angeles Hyperion Treatment Plant Experience, *Wat. Sci. Tech.*, Vol. 34, No. 3-4, 223-233.
- Snoeyink, V. L. y Jenkins, D., 1999. *Química del Agua*, Ed. Limusa, 5° reimpresión, México, pp. 277-303.
- Sposito, G., 1996. *The Environmental Chemistry of Aluminum*, Ed. Ed. Lewis Publishers Inc., segunda edición, Estados Unidos de América.
- Tikhonov, V. N., 1973. *Analytical Chemistry of the Elements Aluminum*, Ed. Halsted Press Book, Israel, p. 1-8.
- Umita, T., Saito, N., Ito, A., Kitada, K., Aizawa, J. y Takachi, T., 1999. Removal of Arsenic from Sewage Sludge. Disposal and Utilization of Sewage Sludge: Treatment Methods and Application Modalities, *IAWQ*, Grecia, Atenas, 266.
- Vesilind, P.A., Hartman, G. C. y Skene, E.T., 1986. *Sludge Management and Disposal for the Practicing Engineers*, Ed. Lewis Publisher Inc., Estados Unidos de América, p. 341.
- Wade, K. y Banister, A. J., 1975. *The Chemistry of Aluminium, Gallium, Indium and Thallium*, Ed. Pergamon Press, Great Britain, pp. 993-1003.
- Wang, M. C., Hull, J. Q., Jao, M., Dempsey, B. A. y Cornwell, D.A., 1992. Engineering Behavior of Water Treatment Sludge, *Journal of Environmental Engineering*, Vol. 118, No. 6, 848-864.

White, A. R., Matthews, N. C. y U. S. Environmental Products, Inc., 1984. *Process for Recovering and Recycling Coagulant Present in Water Treatment Sludges*, Appl. No.: 351, 503, 23/02/1982, U.S. Patent 4, 448, 696, 15/05/1984. Estados Unidos de América.

WPCF, 1988. *Sludge Conditioning*, WPCF, Estados Unidos de América, p. 133.

# Índice de Autores

## A

APHA .....68, 69, 71, 73, 75, 127

AWWA..... 21, 25, 68, 69, 71, 73, 75, 127

## B

Banister ..... 14, 15

Barrios .....48, 50, 78, 110, 146

Benefield .....5, 6

Bishop..... III, 27, 28

## C

CEM.....68, 69, 73, 75, 76

Chávez.....69, 74

Chen..... 27, 121

Christensen.....42, 44, 45, 46, 120, 122

Chu..... 27

Committee Report.....29

Cornwell III, 26, 27, 29, 32, 35, 36, 37,  
42, 44, 79, 115

## D

Dick..... 42, 44, 45, 46, 122

Droste ..... 122

## E

EPA47, 49, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 68,  
69, 75, 83

## F

Fulton..... 29, 30, 31

## H

Hach..... 75

Hurtado..... 1, 10

## J

Jenkins .....20, 22, 106, 115

Jiménez.....50, 51, 69, 74

## K

Kawamura.....8, 23, 24

Kirk-Othmer ..... 16, 23, 24

## L

Larena .....3, 14

Lehigh University..... 32

Lemunyon..... 35

Lue Hing..... 48

## M

Masides..... 1, 29

Masschelein..... 31

Mata ..... 29

Matthews.....27, 29

Metcalf & Eddy, Inc. ....8, 41, 48, 77

Montgomery..... 64

---

<i>N</i>	Sposito .....	17, 18, 19
Nilsson.....	Susan.....	27
	<i>T</i>	
<i>P</i>	Tikhonov.....	14, 15, 23
Petruzzelli.....	<i>U</i>	
Pretruzzelli .....	Umita .....	77
<i>R</i>	<i>V</i>	
Reynolds .....	Vesilind.....	40
Richards .....	<i>W</i>	
Romero.....	Wade .....	14, 15
Russell .....	Wang .....	122
<i>S</i>	WEF.....	68, 69, 71, 73, 75, 127
Sawyer.....	White.....	27, 29
Sengupta .	WPCF.....	31
Shao.....	<i>Z</i>	
Shi .....	Zoltek..	III, 27, 29, 32, 35, 36, 37, 79, 115
Snoeyink.....		